

〔農産物のグループ化による登録農薬残留特性の解明〕

LC-MS/MS によるジノテフランの簡易分析

池田悠里・橋本良子

(安全環境科)

---

【要約】簡易法は、通知法と比較して抽出・精製および機器分析に要する時間を大幅に短縮することが可能であり、イオン化抑制も認められないことから、迅速かつ簡易にジノテフランの分析が可能である。

---

【目的】

ジノテフランは、2002年に日本で初登録されたネオニコチノイド系殺虫剤である。農産物中の残留分析法については、厚生労働省の通知試験法では抽出-精製-HPLC/UVで定量という方法であるが、液体クロマトグラフ-タンデム質量分析計(以下、LC-MS/MS)を用いて、より簡易なジノテフランの分析方法を検討する。

【方法】

- 1) LC-MS/MSにおいて、ジノテフラン標準品ピークの確認を行った。
- 2) ジノテフラン標準品および試料抽出液にジノテフラン標準品と同濃度のジノテフランを添加した試験溶液についてピーク強度を比較し、試料抽出液によってイオン化抑制の有無を確認した。
- 3) 厚生労働省通知試験法を一部改変した方法(以下、通知法)および精製操作を簡略化し、LC-MS/MSを用いて定量・定性する方法(以下、簡易法)を用いてジノテフランの添加回収試験を行い、回収率の比較を行った。

【成果の概要】

- 1) ジノテフランは、LC-MS/MSにおいてプレカーサーイオンを  $m/z$ 203, プロダクトイオンを  $m/z$ 129, 113, 87 とし,  $m/z$ 113 で定量が可能である(表1)。
- 2) コマツナおよび土壌のマトリクス効果によるイオン化抑制について, 0.01ppm のジノテフラン標準溶液の強度を 100 として検討した結果, コマツナ抽出液 92, 土壌抽出液 96 であり, 分析に影響を及ぼすようなイオン化抑制は認められなかった。
- 3) 通知法による, コマツナおよび土壌におけるジノテフランの添加回収率は, それぞれ 72%, 50% であり, 変動係数は, それぞれ 8%, 7% であった。一方, 簡易法による添加回収率は, それぞれ 80%, 79% であり, 変動係数は, それぞれ 2%, 5% と通知法よりも良好な結果であった(表2, 図1)。
- 4) まとめ: 簡易法は, 通知法と比較して, 抽出・精製および機器分析に要する時間を大幅に短縮することが可能であった。また, 回収率も良好であり, イオン化抑制も認められないことから, 迅速かつ簡易なジノテフランの分析方法として有効である。

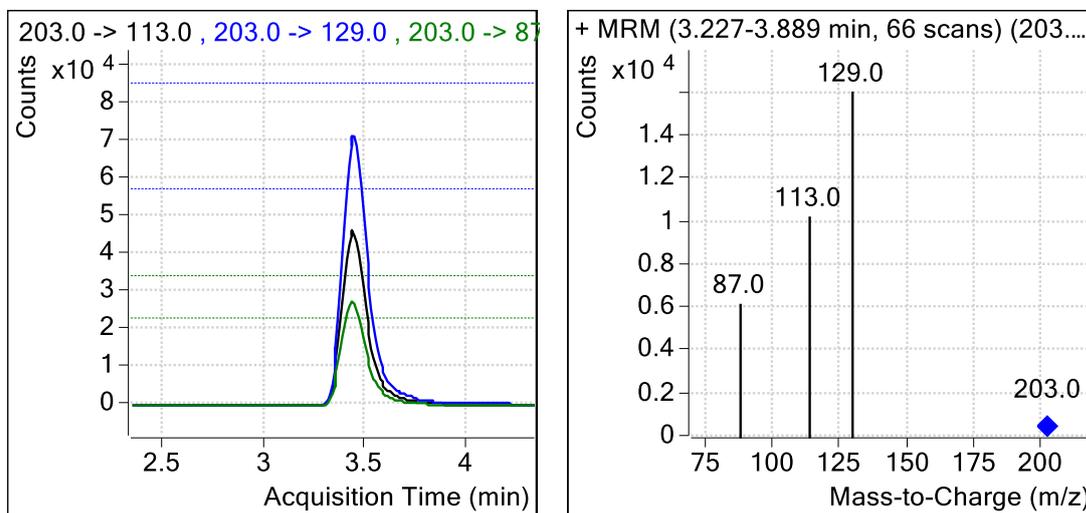
(日本農薬学会講演予定)

表1 ジノテフランの測定条件

HPLC 条件	
カラム	ZORBAX Extend-C18 (内径 2.1mm*長さ 100mm 粒径 1.8um)
カラム温度	40℃
移動相	2mmol/L 酢酸アンモニウム/アセトニトリル (92 : 8)
移動相流速	0.2ml/min
注入量	2ul
MS/MS 条件	
イオン化法	ESI (+)
MRM 条件	プリカーサーイオン m/z203 プロダクトイオン m/z129, 113, 87

表2 コマツナおよび土壌に対する添加回収率

試料および方法	添加濃度 (ppm)	平均回収率 (%)	変動係数 (%)
コマツナ			
通知法	0.5	72	8
簡易法	0.5	80	2
土壌			
通知法	0.5	50	7
簡易法	0.5	79	5



左図 : m/z129, 113, 87 のイオンクロマトグラム

右図 : m/z129, 113, 87 のマススペクトル

図1 ジノテフランの添加回収試験におけるイオンクロマトグラムおよびマススペクトル