

技術レポート**6 飼料用イネ中のイミダクロプリドを飼料分析基準既収載法『クロチア ニジン, ジノテフラン及びチアメトキサムの液体クロマトグラフタンデ ム型質量分析計による同時分析法』の分析対象化合物に追加するための 妥当性確認**

立石 洋暢*, 桑原 正良*

**Validation Study on Analyte Expansion to the Simultaneous Determination Method
for Clothianidin, Dinotefuran and Thiamethoxam
in Rice Straw, Whole-crop Rice Silage and Paddy Rice by LC-MS/MS for Imidacloprid**

Hironobu TATEISHI* and Masayoshi KUWABARA*

(* Kobe Regional Center, Food and Agricultural Materials Inspection Center)

A study to validate the inclusion of imidacloprid in analytes for the simultaneous determination method of clothianidin, dinotefuran and thiamethoxam contained in rice straw, whole-crop rice silage (WCRS) and paddy rice was conducted. The method, which uses a liquid chromatograph-electrospray ionization-tandem mass spectrometer (LC-ESI-MS/MS), has been listed in the Feed Analysis Standard of Japan.

After adding water to a sample, imidacloprid and other pesticides were extracted with acetone, and the resulting solution was filtered. The filtrate was then diluted with acetone to a volume of 200 mL. The solution was purified with two types of SPE columns (Chem Elut, 5mL, Agilent Technologies Inc.; Santa Clara, CA, USA and InertSep GC/NH₂, GL Sciences Inc.; Tokyo, Japan), and injected into a LC-MS/MS for determination of the concentration of pesticides including imidacloprid. LC separation was carried out on an ODS column (ZORBAX Eclipse XDB-C18, 2.1 mm i.d. × 150 mm, 5 μm from Agilent Technologies Inc.) with a gradient of 5 mmol/L ammonium acetate solution and acetonitrile as a mobile phase. In the MS/MS analysis, positive mode electrospray ionization (ESI+) was used.

Recovery tests were conducted on rice straw, WCRS and paddy rice to which imidacloprid had been added intentionally: 0.01 and 10 mg/kg for rice straw, 0.004 and 3.1 mg/kg for WCRS, and 0.01 and 1 mg/kg to paddy rice respectively. The resulting mean recoveries ranged from 83.1 % to 97.7 %, and the repeatability in the form of relative standard deviation (RSD_r) was less than 9.0 %.

This method was thus validated for use in the inspection of imidacloprid in rice straw, WCRS and paddy rice for feed.

Key words: imidacloprid; liquid chromatograph-tandem mass spectrometer (LC-MS/MS); electrospray ionization (ESI); rice straw; whole-crop rice silage; paddy rice

キーワード：イミダクロプリド；液体クロマトグラフタンデム型質量分析計；エレクトロスプレーイオン化法；稲わら；稲発酵粗飼料；粃米

* 独立行政法人農林水産消費安全技術センター神戸センター

1 緒 言

イミダクロプリドは、1985年に日本特殊農薬製造株式会社（現：バイエルクロップサイエンス株式会社）により開発されたクロロニコチニル系殺虫剤であり、日本では1992年に初めて農薬登録されている¹⁾。飼料の残留基準値²⁾は、えん麦、大麦、小麦、とうもろこし及びマイロで0.05 mg/kg、牧草で0.5 mg/kgとされ、飼料の有害物質の管理基準値は稲わらで10 mg/kg、稲発酵粗飼料（以下「WCRS」という。）及び粳米で3 mg/kgとなっている³⁾。

イミダクロプリドの定量法は、穀類及び乾牧草を適用範囲とする分析法（以下「イミダクロプリド単成分分析法」という。）が飼料分析基準⁴⁾に記載されている。稲わら及びWCRSを対象とする分析法は記載されていない。中村らは、平成28年度にイミダクロプリド単成分分析法の適用範囲に稲わら及びWCRSを含めるための妥当性確認試験を行ったが、稲わらにおいて良好な回収率を得ることができなかった⁵⁾。このため、稲わら及びWCRSを対象とするイミダクロプリドの分析法の確立が急務となっていた。

今回、飼料分析基準に記載されているクロロニコチニル系殺虫剤であるクロチアニジン、ジノテフラン及びチアメトキサムの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計（以下「LC-MS/MS」という。）による同時分析法⁶⁾（以下「飼料分析基準既収載法」という。）にイミダクロプリドを追加することの可否を検討したので、その概要を報告する。

参考にクロチアニジン、ジノテフラン、イミダクロプリド及びチアメトキサムの構造式等をFig. 1に示した。

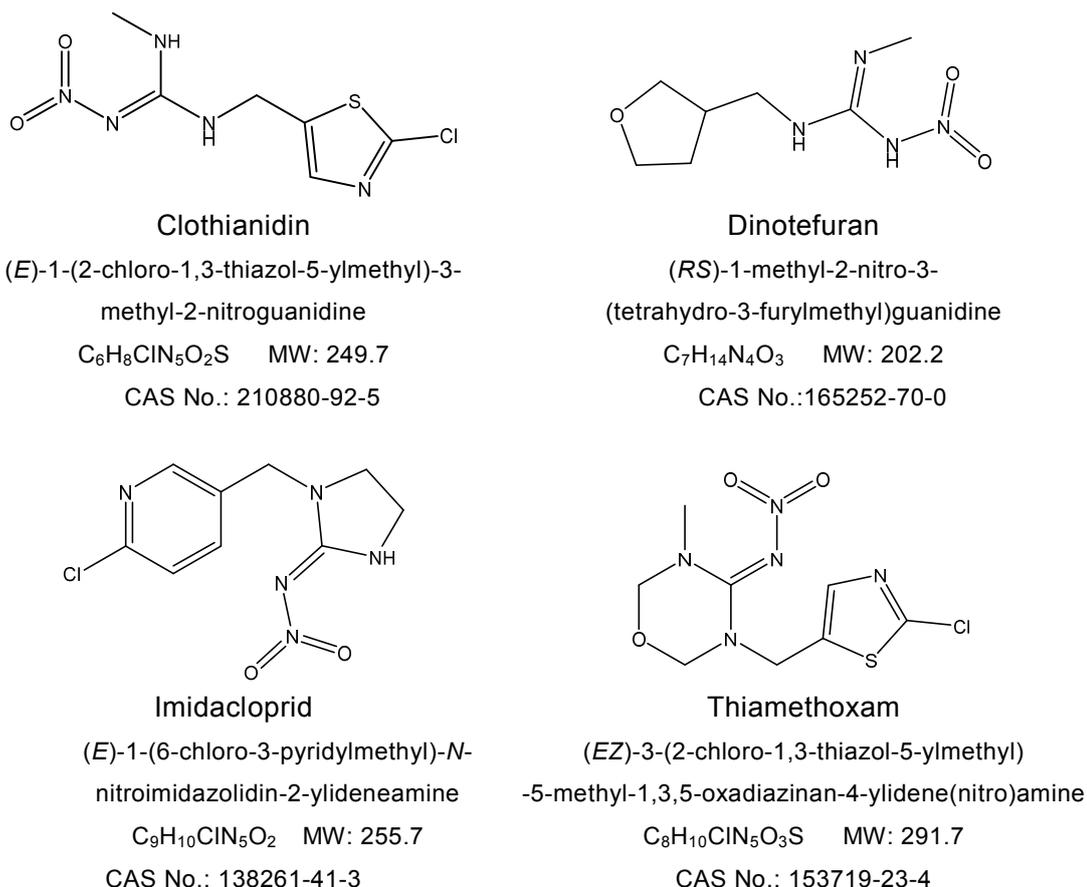


Fig. 1 Chemical structures of clothianidin, dinotefuran, imidacloprid and thiamethoxam

2 実験方法

2.1 試料

稲わら及び籾米はそれぞれ目開き 1 mm のスクリーンを装着した粉砕機で粉砕した。WCRS は 60 °C で 10~21 時間乾燥し、更に室内に静置して風乾した後、同様に粉砕した。

2.2 試薬

1) アセトニトリル (LC-MS/MS 測定時の溶離液のみ LC-MS 用 (和光純薬工業製)), アセトン, 酢酸エチル, ヘキサン及びメタノールは, 残留農薬・PCB 試験用を用いた。酢酸アンモニウムは 1 mol/L 溶液 (和光純薬工業製) を用いた。水は Milli-Q Element A10 (Merck Millipore 製) により精製した超純水 (JIS K0211 の 5218 に定義された超純水) を用いた。

2) 各農薬標準品

クロチアニジン, ジノテフラン, イミダクロプリド及びチアメトキサムの標準品は, Table 1 に示した供給業者, 純度のものを用いた。

3) 各農薬標準原液

農薬標準品各 25 mg を正確に量ってそれぞれ 50 mL の全量フラスコに入れ, クロチアニジン及びチアメトキサムについてはアセトンを加えて溶かし, ジノテフラン及びイミダクロプリドについてはメタノールを加えて溶かし, 更に標線まで同溶媒を加えて各農薬標準原液を調製した (これらの液各 1 mL は, 各農薬として 0.5 mg を含有する。).

4) 農薬混合標準液

4 成分の各農薬標準原液の一定量を混合し、水-メタノール (9+1) で正確に希釈し、1 mL 中に各農薬として 10 µg を含有する農薬混合標準原液を調製した。

使用に際して、農薬混合標準原液の一定量を、水-メタノール (9+1) で正確に希釈し、1 mL 中に各農薬として 0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10, 20, 40, 60, 80 及び 100 ng を含有する各検量線作成用農薬混合標準液を調製した。

Table 1 Pesticides standards used in this study

Pesticides	Manufacturers	Chemical formula	MW	CAS No.	Purity (%)
Clothianidin	Dr. Ehrenstorfer	C ₆ H ₈ ClN ₅ O ₂ S	249.7	210880-92-5	99.2
Dinotefuran	Wako Pure Chemical Industries	C ₇ H ₁₄ N ₄ O ₃	202.2	165252-70-0	99.0
Imidacloprid	Kanto Chemical	C ₉ H ₁₀ ClN ₅ O ₂	255.7	138261-41-3	99.6
Thiamethoxam	Wako Pure Chemical Industries	C ₈ H ₁₀ ClN ₅ O ₃ S	291.7	153719-23-4	99.8

2.3 装置及び器具

1) 粉砕機 :

粉砕機 1 (粃米用) : ZM 200 Retsch 製 (目開き 1 mm スクリーン, 回転数 14000 rpm)

粉砕機 2 (稲わら及び WCRS 用) : SM 2000 Retsch 製 (目開き 1 mm スクリーン, 回転数 (仕様) 1690 rpm)

2) 振とう機 : 理研式シェーカー MW-DRV 宮本理研工業製 (使用時振とう数 300 rpm)

3) 多孔性ケイソウ土カラム : Chem Elut, 5 mL (5 mL 保持用) Agilent Technologies 製

4) グラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム (以下「ミニカラム」という。) : InertSep GC/NH₂ (500 mg/500 mg) ジーエルサイエンス製

5) LC-MS/MS :

LC 部 : ACQUITY UPLC System Waters 製

MS/MS 部 : ACQUITY TQ Detector Waters 製

2.4 定量方法

1) 抽出

分析試料 10.0 g を量って 300 mL の共栓三角フラスコに入れ、水 30 mL (粃米は 20 mL) を加え、30 分間静置後、更にアセトン 120 mL (粃米は 100 mL) を加え、30 分間振り混ぜて抽出した。200 mL の全量フラスコをブフナー漏斗の下に置き、抽出液をろ紙 (5 種 B) で吸引ろ過した後、先の三角フラスコ及び残さを順次アセトン 50 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過した。更に全量フラスコの標線までアセトンを加えた。この液 20 mL を 100 mL のなす形フラスコに正確に入れ、40 °C 以下の水浴で約 2 mL まで減圧濃縮し、カラム処理 I に供する試料溶液とした。

2) カラム処理 I

試料溶液を多孔性ケイソウ土カラムに入れ、試料溶液の入っていたなす形フラスコを水 2 mL で洗浄し、洗液をカラムに加えた後、10 分間静置した。先のなす形フラスコをヘキサン 25 mL ずつで 2 回洗浄し、洗液を順次カラムに加え、液面が充てん剤の上端に達するまで流出させた。

200 mL のなす形フラスコをカラムの下に置き、先のなす形フラスコを酢酸エチル 20 mL ずつで 2 回洗浄し、洗液を順次カラムに加えて各農薬を溶出させた。

溶出液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固した。アセトニトリル 5 mL を加えて残留物を溶かし、カラム処理 II に供する試料溶液とした。

3) カラム処理 II

ミニカラムをアセトニトリル 10 mL で洗浄した。100 mL のなす形フラスコをミニカラムの下に置き、試料溶液をミニカラムに入れ、液面が充てん剤の上端に達するまで流下し、各農薬を流出させた。試料溶液の入っていたなす形フラスコをアセトニトリル 10 mL ずつで 2 回洗浄し、洗液を順次ミニカラムに加え、同様に流出させた。

流出液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固した。水-メタノール (9+1) 20 mL を正確に加えて残留物を溶かし、LC-MS/MS による測定に供する試料溶液とした。

4) LC-MS/MS による測定

試料溶液及び各農薬混合標準液各 5 µL を LC-MS/MS に注入し、選択反応検出（以下「SRM」という。）クロマトグラムを得た。測定条件を Table 2 及び 3 に示した。

Table 2 Operating conditions of LC-MS/MS

Column	ZORBAX Eclipse XDB-C18 (2.1 mm i.d. × 150 mm, 5 µm), Agilent Technologies
Mobile phase	5 mmol/L ammonium acetate solution-acetonitrile (9:1) → 15 min → acetonitrile (2 min)
Flow rate	0.2 mL/min
Column temperature	40 °C
Ionization	Electrospray ionization (ESI)
Mode	Positive
Ion source temperature	120 °C
Desolvation gas	N ₂ (800 L/h, 500 °C)
Cone gas	N ₂ (50 L/h)
Capillary voltage	0.5 kV
Collision gas	Ar (0.25 mL/min)

Table 3 MS/MS parameters

Target	Precursor ion (<i>m/z</i>)	Product ion		Cone voltage (V)	Collision energy (eV)
		Quantifier (<i>m/z</i>)	Qualifier (<i>m/z</i>)		
Clothianidin	250	132	—	15	15
		—	169	15	15
Dinotefuran	203	129	—	15	10
		—	157	15	10
Imidacloprid	256	175	—	25	20
		—	209	25	15
Thiamethoxam	292	211	—	20	15
		—	132	20	15

5) 計 算

得られた SRM クロマトグラムからピーク面積又は高さを求めて検量線を作成し、試料中のクロチアニジン、ジノテフラン、イミダクロプリド及びチアメトキサム量を算出した。

なお、定量法の概要を Scheme 1 に示した。

Sample 10.0 g

- add 30 mL of water (paddy rice: 20 mL)
- allow to stand for 30 min
- add 120 mL of acetone (paddy rice: 100 mL)
- shake for 30 min
- filtrate with suction filter (No. 5B of JIS P 3801)
- wash with 50 mL of acetone
- fill up to 200 mL with acetone
- evaporate 20 mL of sample solution to the volume of about 2 mL under 40 °C

Chem Elut cartridge

- apply concentrated sample solution
- wash with 2 mL of water
- allow to stand for 10 min
- wash with 25 mL of hexane (twice)
- elute with 40 mL of ethyl acetate
- evaporate to dryness under 40 °C
- dissolve in 5 mL of acetonitrile

InertSep GC/NH₂

- prewash with 10 mL of acetonitrile
- apply sample solution
- wash with 10 mL of acetonitrile (twice)
- evaporate to dryness under 40 °C
- dissolve in 20 mL of water-methanol (9:1)

LC-MS/MS

Scheme 1 Analytical procedure for clothianidin, dinotefuran, imidacloprid and thiamethoxam in rice straw, whole-crop rice silage (WCRS) and paddy rice

3 結果及び考察

3.1 LC-MS/MS による測定条件

液体クロマトグラフ部の測定条件は、飼料分析基準既収載法のとおりとした。イミダクロプリドの質量分析の測定条件については、Fig. 2 に示すマススペクトルよりプリカーサーイオンを m/z 256 に選定し、Fig. 3 に示すプリカーサーイオン (m/z 256) のプロダクトイオンスペクトルから、プロダクトイオン m/z 175 を定量用に、 m/z 209 を確認用に用いることとした。

また、その他の質量分析条件（イオン源温度，デソルベーション温度，キャピラリー電圧，コーン電圧及びコリジョンエネルギー）について当試験室で使用した機器への最適化を行った。

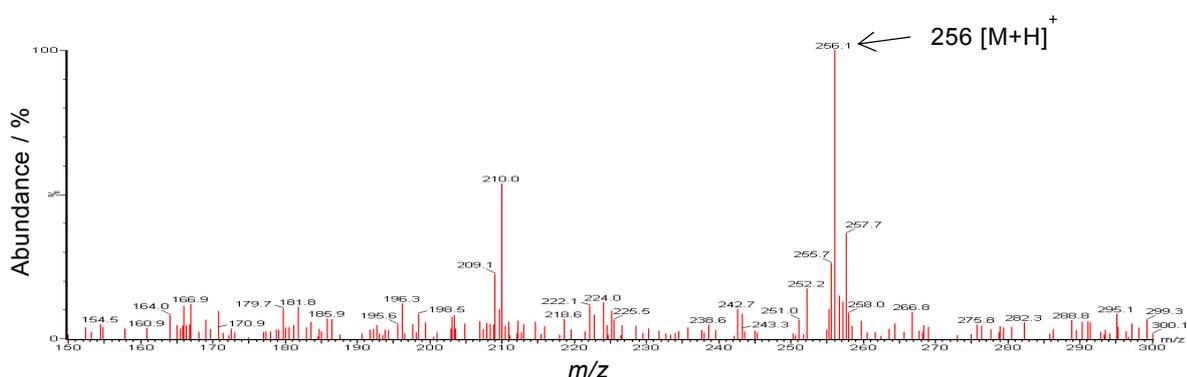


Fig. 2 Mass spectrum of imidacloprid (m/z 150~300)

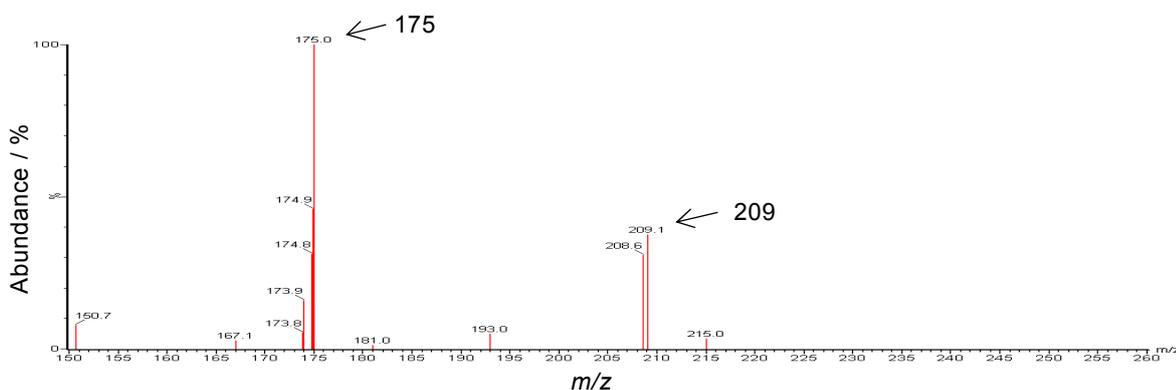


Fig. 3 Product ion spectrum of imidacloprid
(precursor ion m/z 256, collision energy 20eV, m/z 150~260)

3.2 検量線

2.2 の 4) に従って調製した各検量線作成用農薬混合標準液各 5 μ L を LC-MS/MS に注入し、得られた SRM クロマトグラムからピーク面積及び高さを用いて検量線を作成した。得られた検量線の一例は、Fig. 4 のとおりであり、イミダクロプリドは 0.1~100 ng/mL（注入量として 0.0005~0.5 ng 相当量）の範囲で直線性を示した。

なお、当該検量線の濃度範囲は、イミダクロプリドとして 0.002~2 mg/kg を含有する分析試料を本法に従い調製した最終試料溶液中のイミダクロプリド濃度範囲に相当する。

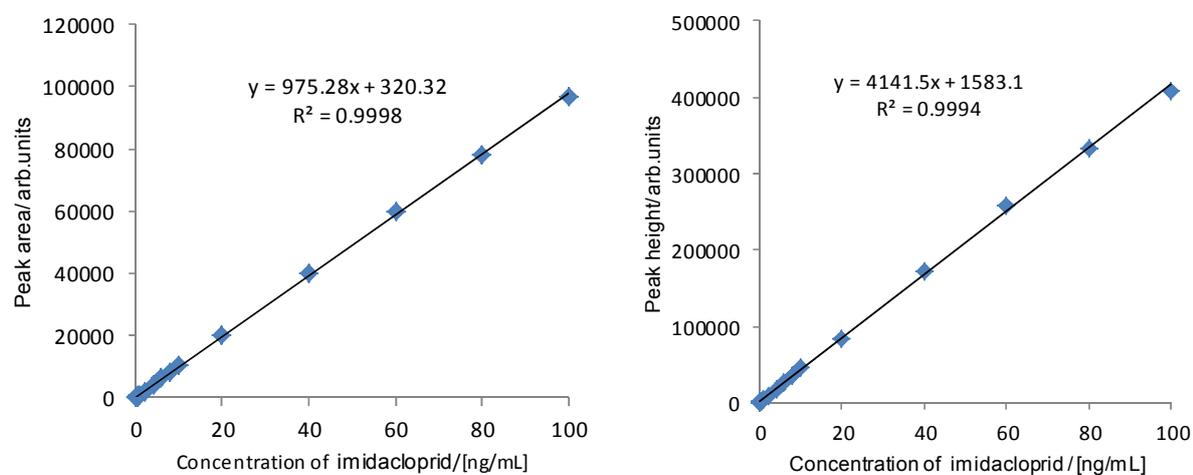


Fig. 4 Calibration curves of imidacloprid by peak area (left) and peak height (right)

3.3 妨害物質の検討

稲わら 2 検体、WCRS 4 検体及び粳米 2 検体を用い、本法により調製した試料溶液を LC-MS/MS に注入し、得られた SRM クロマトグラムを確認したところ、いずれの試料においてもイミダクロプリドの定量を妨げるピークは認められなかった。

なお、得られた SRM クロマトグラムの一例を Fig. 5 に示した。

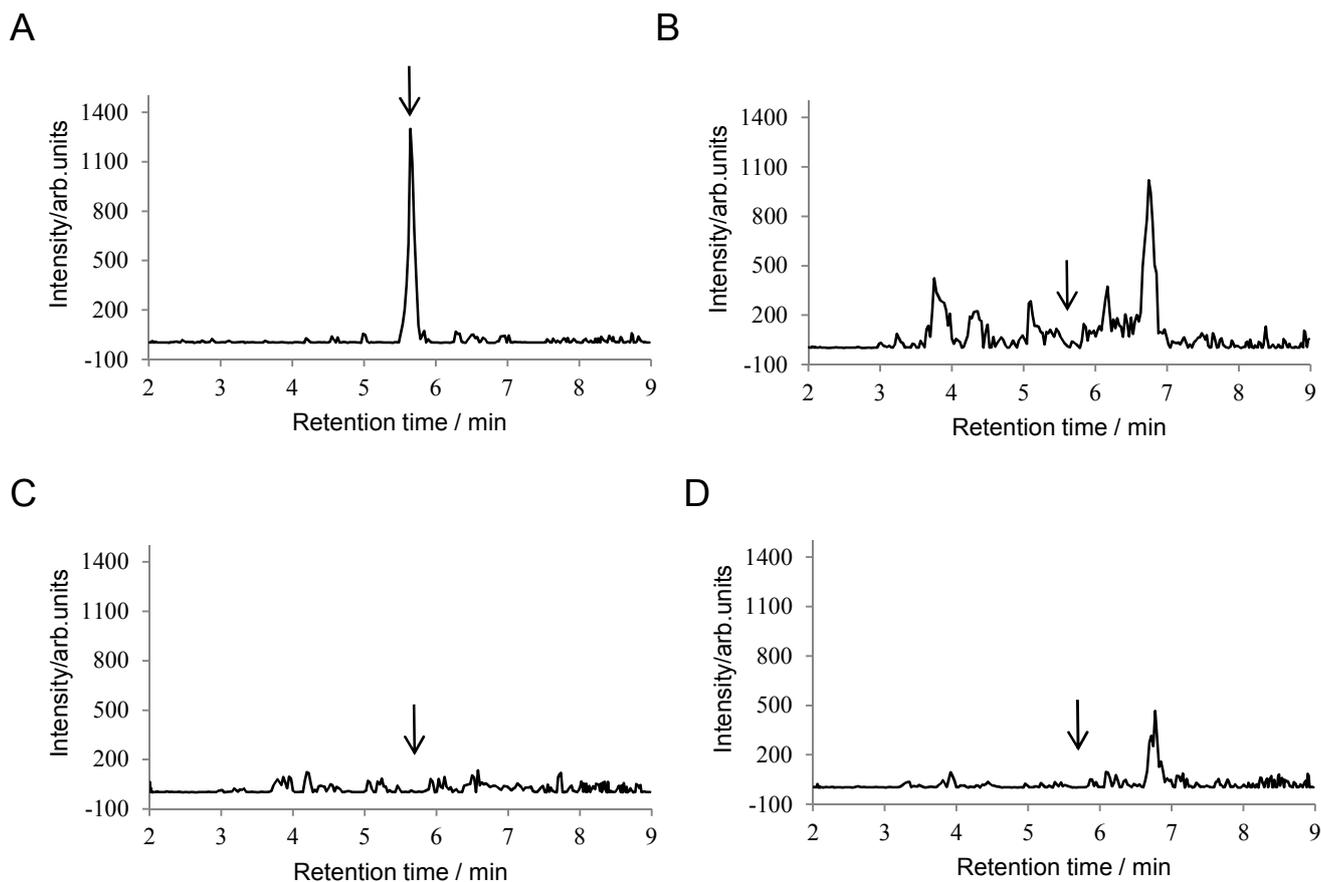


Fig. 5 Selected reaction monitoring (SRM) chromatograms of standard and blank sample solutions

(LC-MS/MS conditions are shown in Tables 2 and 3. Arrows indicate the retention time of imidacloprid.)

A: Standard solution (0.5 ng/mL: 2.5 pg as imidacloprid)

B~D: Blank samples (B: Rice straw, C: Whole-crop rice silage (WCRS), D: Paddy rice)

3.4 マトリックス効果の確認

2.4 の 1)から 3)により調製した稲わら, WCRS 及び粳米のブランク試料溶液にクロチアニジン, ジノテフラン, イミダクロプリド及びチアメトキサムとして 0.1 mg/kg 相当量 (最終試料溶液中で 5 ng/mL 相当量) をそれぞれ添加した各マトリックス標準液について, 2.2 の 4)に従って調製した同濃度の各農薬標準液に対するピーク面積比を確認したところ, Table 4 のとおりであり, 各農薬は試料マトリックスによる大きな影響を受けることなく測定可能であった.

Table 4 Results of matrix effect study

Pesticides	Rice straw			WCRS			Paddy rice		
	Concentration of pesticides		Matrix effect ^{b)} (%)	Concentration of pesticides		Matrix effect ^{b)} (%)	Concentration of pesticides		Matrix effect ^{b)} (%)
	in matrix standard solution (ng/mL)	in sample ^{a)} (mg/kg)		in matrix standard solution (ng/mL)	in sample ^{a)} (mg/kg air-dry matter)		in matrix standard solution (ng/mL)	in sample ^{a)} (mg/kg)	
Clothianidin	5	0.1	85	5	0.1	86	5	0.1	95
Dinotefuran	5	0.1	100	5	0.1	101	5	0.1	98
Imidacloprid	5	0.1	92	5	0.1	97	5	0.1	97
Thiamethoxam	5	0.1	92	5	0.1	94	5	0.1	99

$n = 3$

a) Converted from the concentration in matrix standard solution

b) Ratio of peak area of pesticides in the presence of matrix to that in the absence of matrix

3.5 添加回収試験

2.2 の 3)により調製したクロチアニジン標準原液，ジノテフラン標準原液，イミダクロプリド標準原液及びチアメトキサム標準原液をアセトンで正確に希釈し添加に用いた。

稲わらについて，イミダクロプリドとして 0.01 及び 10 mg/kg 相当量（最終試料溶液中で 0.5 ng/mL 及び 500 ng/mL），クロチアニジン及びジノテフランとして 10 mg/kg 相当量（最終試料溶液中で 500 ng/mL），チアメトキサムとして 0.2 mg/kg 相当量（最終試料溶液中で 10 ng/mL），WCRS について，イミダクロプリドとして 0.004 及び 3.1 mg/kg 相当量（最終試料溶液中で 0.5 及び 350 ng/mL），クロチアニジンとして 0.9 mg/kg 相当量（最終試料溶液中で 100 ng/mL），ジノテフランとして 4.9 mg/kg 相当量（最終試料溶液中で 550 ng/mL），チアメトキサムとして 0.09 mg/kg 相当量（最終試料溶液中で 10 ng/mL），粳米について，イミダクロプリドとして 0.01 及び 1 mg/kg 相当量（最終試料溶液中で 0.5 及び 50 ng/mL），クロチアニジンとして 5 mg/kg 相当量（最終試料溶液中で 250 ng/mL），ジノテフランとして 15 mg/kg 相当量（最終試料溶液中で 750 ng/mL），チアメトキサムとして 3 mg/kg 相当量（最終試料溶液中で 150 ng/mL）になるようにそれぞれ添加後よく混合し，一夜静置した後に本法に従って添加回収試験を実施し，平均回収率及び繰返し精度を求めた。ただし，最終試料溶液中の農薬濃度が検量線範囲を超える場合は，最終試料溶液を水-メタノール（9+1）で 10 倍希釈し，測定を行った。

なお，WCRS への添加は，風乾物試料に対してイミダクロプリドとして 0.01 及び 7 mg/kg 相当量，クロチアニジンとして 2 mg/kg 相当量，ジノテフランとして 11 mg/kg 相当量，チアメトキサムとして 0.2 mg/kg 相当量になるよう行い，原物中濃度への換算は，原物中及び風乾物中の水分含有量を 60%及び 10%と想定して，原物（水分含有量 60%）中濃度＝風乾物（水分含有量 10%）中濃度／2.25 の式により行った。

その結果は Table 5 のとおり，イミダクロプリドについては平均回収率は 83.1~97.7%，その繰返し精度は相対標準偏差（RSD_r）として 9.0%以下の成績が得られ，飼料分析基準の妥当性確認法ガイドライン（以下「妥当性確認法ガイドライン」という。）に定められた真度及び併行精度の目標値を満たしていた。また，クロチアニジン，ジノテフラン，イミダクロプリド及びチアメ

トキサムを同時に添加した場合でも各農薬の定量値への影響は認められないことから、飼料分析基準既収載法の分析対象化合物としてイミダクロプリド追加することが可能と考えられた。

なお、得られた SRM クロマトグラムの一例を Fig. 6 に示した。

Table 5 Recoveries for pesticides

Pesticides	Spiked level (mg/kg)	Sample					
		Rice straw		WCRS ^{c)}		Paddy rice	
		Recovery ^{a)} (%)	RSD _r ^{b)} (%)	Recovery ^{a)} (%)	RSD _r ^{b)} (%)	Recovery ^{a)} (%)	RSD _r ^{b)} (%)
Clothianidin	0.9 ^{d)}	—	—	87.1	5.7	—	—
	5	—	—	—	—	94.3	1.4
	10	90.6	1.4	—	—	—	—
Dinotefuran	4.9 ^{e)}	—	—	93.4	1.7	—	—
	10	91.4	1.1	—	—	—	—
	15	—	—	—	—	91.4	5.5
Imidacloprid	0.004 ^{f)}	—	—	90.6	8.0	—	—
	0.01	83.1	5.9	—	—	97.7	9.0
	1	—	—	—	—	93.0	2.3
	3.1 ^{g)}	—	—	91.5	2.0	—	—
	10	90.3	1.8	—	—	—	—
Thiamethoxam	0.09 ^{h)}	—	—	90.3	3.7	—	—
	0.2	89.5	4.0	—	—	—	—
	3	—	—	—	—	94.1	0.8

—: Not tested

a) Mean ($n = 5$)

b) Relative standard deviation of repeatability

c) Pesticides were spiked to air-dried WCRS samples one night prior to extraction. The levels of pesticides in original matter were calculated with following equation on the assumption that the moisture content of WCRS samples was 60 % for original matter and 10 % for air-dry matter.

The levels of pesticides in original matter (moisture 60 %)

= the levels of pesticides in air-dry matter (moisture 10 %) / 2.25

d) The spiked level was 2 mg/kg air-dry matter.

e) The spiked level was 11 mg/kg air-dry matter.

f) The spiked level was 0.01 mg/kg air-dry matter.

g) The spiked level was 7 mg/kg air-dry matter.

h) The spiked level was 0.2 mg/kg air-dry matter.

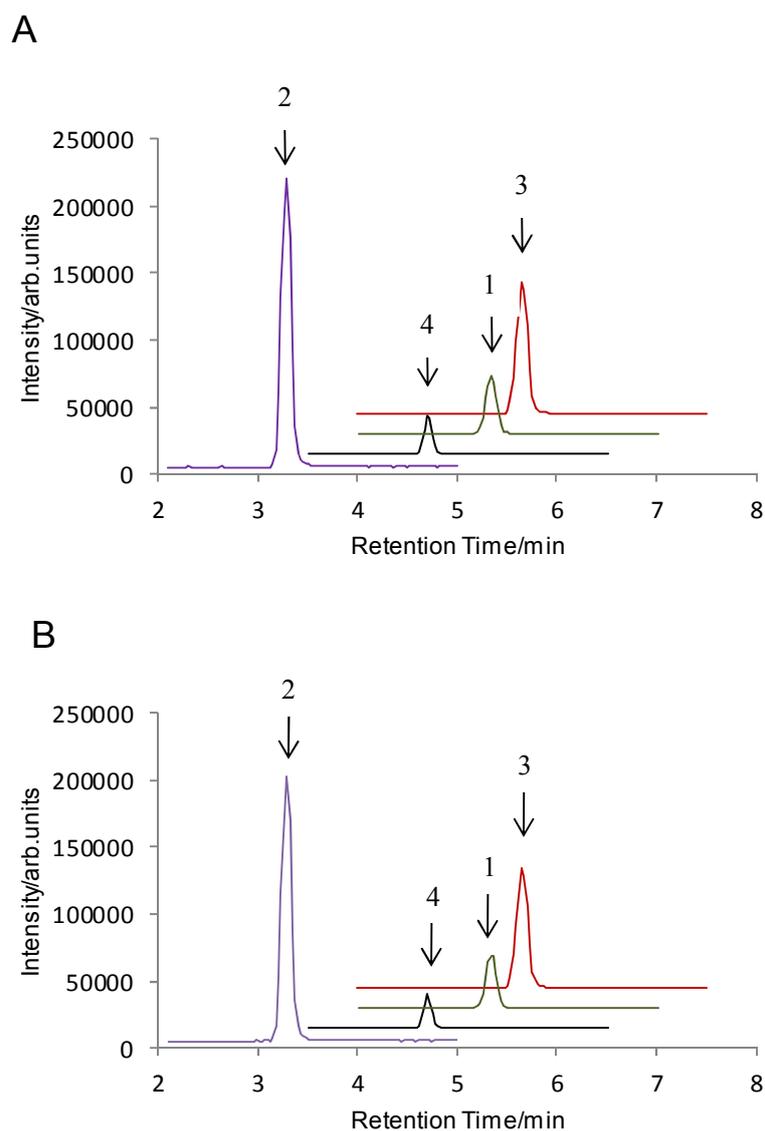


Fig. 6 SRM chromatograms on recovery test

(LC-MS/MS conditions are shown in Tables 2 and 3. Arrows indicate the peaks of 1: clothianidin, 2: dinotefuran, 3: imidacloprid and 4: thiamethoxam. The baselines are shifted for display.)

A: Standard solution (50 ng/mL: 0.25 ng as clothianidin, dinotefuran and imidacloprid and 10 ng/mL: 0.05 ng as thiamethoxam)

B: Sample solution of rice straw (spiked at 10 mg/kg original matter of clothianidin, dinotefuran and imidacloprid (as 50 ng/mL in 10-fold diluted sample solution), and 0.2 mg/kg original matter of thiamethoxam (as 10 ng/mL in sample solution))

3.6 定量下限及び検出下限の検討

イミダクロプリドの検量線が直線性を示した範囲, 0.1~100 ng/mL の下端付近となる濃度 (稲わら, WCRS (風乾物中) 及び粃米で 0.01 mg/kg 相当量 (最終試料液中濃度 0.5 ng/mL 相当量)) の添加回収試験の結果 (Table 5), 得られた分析値の標準偏差の 10 倍となる濃度は, 稲わら, WCRS (風乾物中) 及び粃米で, それぞれ 0.005 mg/kg, 0.007 mg/kg 及び 0.009 mg/kg であった

ため、イミダクロプリドの定量下限の濃度は 0.01 mg/kg とした。この濃度は、イミダクロプリドの稲わらの管理基準値 (10 mg/kg) , WCRS 中の管理基準値の風乾物中換算値 (6.75 mg/kg) 及び粃米の管理基準値 (3 mg/kg) に対してそれぞれ 1/1000, 1/675 及び 1/300 であり、妥当性確認法ガイドラインに定められた目標を満たしていた。なお、Table 5 に示したとおり、当該定量下限濃度における添加回収試験結果は良好であった。

検出下限は、上記添加回収試験により得られた分析値の標準偏差に Student の t -値を乗じた値の 2 倍を参考に 0.004 mg/kg とした。この濃度は、同様に妥当性確認法ガイドラインに定められた目標を満たしていた。

4 まとめ

飼料用イネに残留するイミダクロプリドについて、飼料分析基準既収載法を基に適用の可否について検討したところ、以下の結果が得られ、適用が可能であると考えられた。

- 1) 検量線は 0.1~100 ng/mL (注入量として 0.0005~0.5 ng 相当量) の範囲で直線性を示した。
- 2) 稲わら、WCRS 及び粃米について、本法に従って得られた SRM クロマトグラムには、定量を妨げるピークは認められなかった。
- 3) 本法に従い得られた試料溶液についてマトリックス効果を確認した結果、クロチアニジン、ジノテフラン、イミダクロプリド及びチアメトキサムは試料マトリックスによる大きな影響を受けることなく測定可能であった。
- 4) 稲わら、WCRS 及び粃米における添加回収試験では、本法に従って 5 点併行分析を実施し、回収率及び繰返し精度を求めたところ、妥当性確認法ガイドラインに定められた真度及び併行精度の目標値を満たす良好な結果が得られた。
- 5) 本法のイミダクロプリドの定量下限は稲わら、WCRS (風乾物中) 及び粃米で 0.01 mg/kg、検出下限は 0.004 mg/kg であった。設定した定量下限及び検出下限は、妥当性確認法ガイドラインに定められた目標を満たしていた。

文 献

- 1) 食品安全委員会：農薬評価書 イミダクロプリド (第 3 版) , 平成 28 年 7 月 (2016).
- 2) 農林省令：飼料及び飼料添加物の成分規格等に関する省令, 昭和 51 年 7 月 24 日, 農林省令第 35 号 (1976).
- 3) 農林水産省畜産局長通知：飼料の有害物質の指導基準及び管理基準の制定について, 昭和 63 年 10 月 14 日, 63 畜 B 第 2050 号 (1988).
- 4) 農林水産省消費・安全局長通知：飼料分析基準の制定について, 平成 20 年 4 月 1 日, 19 消安第 14729 号 (2008).
- 5) 中村 哲, 井上 智江：飼料中のイミダクロプリドの液体クロマトグラフ質量分析計による定量法の妥当性確認, 飼料研究報告, **41**, 47-55 (2016).
- 6) 杉本 泰俊：飼料用イネ中のクロチアニジン, ジノテフラン及びチアメトキサムの液体クロマトグラフ質量分析計による同時定量法, 飼料研究報告, **37**, 1-18 (2012).