

イプフェンカルバゾン分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

イプフェンカルバゾン

2. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）

3. 試薬、試液

アセトニトリル、アセトン、メタノール : 残留農薬試験用
メタノール : LC/MS用
その他の試薬 : 特級
水 : 脱イオン水をMilli-Q System
(Millipore 製) で精製したもの
イプフェンカルバゾン : 分析用標準品
ポリマー系ミニカラム : GL-Pak PLS-2、0.5g/6mL
(ジーエルサイエンス製)

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

粉碎した試料 10.0 g に水 20 mL を加え、2 時間放置する。これにアセトン 100 mL を加え、振とう抽出した後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン 50 mL を加えて洗浄し、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトンを加えて正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 10 mL (試料 0.5 g 相当量) を分取し、40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に水 5 mL を加えて溶かす。

2) 精製

ポリマー系ミニカラムにメタノール及び水各 5 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに 4. 1) で得られた溶液を注入した後、メタノール及び水 (1:1) 混液 10 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムを 1 分間吸引乾燥した後、メタノール 10 mL を注入し、溶出液を 40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物を適量 (5~25 mL) のメタノールに溶かしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

イプフェンカルバゾン標準品をアセトニトリルに溶解し、400 mg/L の標準溶液を調製する。調整した標準溶液をメタノールで希釈して数点の溶液を調製し、それぞれ LC-MS/MS に注入し、ピーク面積法で検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、5. の検量線を用いて含量を定量する。

7. 測定条件

(例)

装置 : Waters 2795 HPLC System
Waters Quattro Premier MS system
カラム : ZORBAX Eclipse Plus C18
3.5 µm、2.1 mm i.d.×150 mm (Agilent製)
カラム温度 : 40°C

移動相 : 移動相A ; 水
移動相B ; メタノール
移動相C ; 100 mmol/L酢酸アンモニウム

グラジエント :

時間(分)	0.0	7.0	16.0
移動相A(%)	65	5	5
移動相B(%)	30	90	90
移動相C(%)	5	5	5

流量 : 0.2 mL/min

注入量 : 10 μ L

保持時間の目安 : 11.3分

イオン化モード : ESI (positive)

イオン検出法 : MRM法

モニタリングイオン :

	プリカーサーイオン (<i>m/z</i>)	プロダクトイオン (<i>m/z</i>)
イブフェン カルバゾン	426.8	197.8

8. 定量限界
0.01 ppm

9. 添加回収を実施した食品
玄米

10. 留意事項
特になし

※ 本分析法は、農産物における作物残留試験等において用いられた残留農薬分析法であり、新たな試験法の開発等に際して参考として下さい。なお、当該分析法をもとに開発した試験法を食品規格への適合判定のために使用する場合には、「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインの一部改正について（平成 22 年 12 月 24 日薬食発 1224 第 1 号）」に従って使用する試験法の妥当性を評価する必要があります。