

## インピルフルキサム分析法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

- ・インピルフルキサム

### 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

インピルフルキサム	:	分析用標準品
アセトニトリル、メタノール	:	残留農薬試験用
メタノール	:	LC/MS 用
水	:	高速液体クロマトグラフィー用
水	:	PURELAB Flex System（Veolia Water Solutions & Technologies 製）で精製した水
その他の試薬	:	特級
ミニカラム	:	Oasis HLB、500 mg/12 mL（Waters 製）
メンブレンフィルター	:	Millex-LG 0.20 μm（Millipore 製）

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

##### ①果実の場合

均一化した試料 20 g にアセトニトリル及び水（1 : 1, v/v）混液 50 mL を加え、30 分間振とうした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に同混液 30 mL を加え、同様に振とう及び濾過操作を 2 回繰り返す。得られたろ液をあわせて、アセトニトリルを加えて、正確に 200 mL として抽出液 A とする。

##### ②穀類の場合

粉碎した試料 10 g にアセトニトリル及び水（1 : 1, v/v）混液 80 mL を加え、10 分間振とう後、2 時間放置する。30 分間振とうした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に同混液 50 mL を加え、同様に振とう及び濾過操作を 2 回繰り返す。得られたろ液をあわせて、アセトニトリルを加えて、正確に 200 mL として抽出液 B とする。

#### 2) 精製

ミニカラムにメタノール 5 mL 及び水を 10 mL を順次流下し、流出液は捨てる。このカラムに 1) で得られた抽出液 A の 1 mL、または抽出液 B の 2 mL を減圧濃縮してアセトニトリルを留去した濃縮液にメタノール及び水（5 : 5, v/v）混液 5 mL を加えて溶解し、注入して流下する。同混液で同様の操作を 3 回繰り返す、これらの流出液は捨てる。次にメタノール 10 mL を流下し、

溶出液を分取する。溶出液にメタノール 15 mL を加えた後、水を加えて 50 mL に定容し、その溶液の一部をメンブレンフィルターでろ過したものを試験溶液とする。

#### 5. 検量線の作成

インピルフルキサム標準品をメタノールに溶解し、200 mg/L の標準原液を調製する。調製した標準原液をメタノール及び水 (1 : 1, v/v) 混液で希釈して検量線用の標準液を数点 (0.00001~0.0004 mg/L) 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。なお、本法に従って試験溶液を調製した場合、試料中 0.01 mg/kg に相当する試験溶液中濃度は 0.00002 mg/L である。

#### 6. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、5. の検量線を用いて残留濃度を算出する。

#### 7. 測定条件

(例)

装置 : HPLC ; ultraLC 110-XL (AB Sciex 製)

: MS ; Triple Quad 4500 (AB Sciex 製)

カラム : ZORBAX Eclipse Plus C<sub>18</sub>  
粒径 ; 1.8 µm、2.1 mm i.d. × 100 mm  
(Agilent Technologies 製)

カラム温度 : 40 °C

移動相 : 移動相 A ; 0.1%酢酸水 (v/v)

移動相 B ; 0.1%酢酸含有メタノール (v/v)

グラジエントプログラム	時間 (分)	0	0.5	5.5	STOP
	移動相 A(%)	50	50	5	50
	移動相 B(%)	50	50	95	50

流量 : 0.3 mL/min

注入量 : 5 µL

保持時間の目安 : 約 4.9 分

イオン化モード : ESI (-)

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> )
	332.0	91.0

#### 8. 定量限界

0.01 ppm

9. 添加回収試験を実施した食品

りんご、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の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。