

メチルテトラプロール分析法（農作物）

1. 分析対象化合物

- ・メチルテトラプロール

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

メチルテトラプロール	:	分析用標準品
アセトニトリル	:	残留農薬試験用
アセトニトリル	:	LC/MS用
酢酸	:	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
ミニカラム	:	Oasis HLB, 500 mg/12 mL（Waters 製）

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 果樹・野菜の場合

均一化した試料20 gにアセトニトリル及び水（4：1）混液100 mLを加え、10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、同様に振とう及びろ過操作を行う。得られたろ液をあわせて、同混液を加えて正確に200 mLとする。

② 茶の場合

均一化した試料5 gに水20 mLを加えて30分放置した後、アセトニトリル20 mLを加え、10分間振とうし、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトニトリル及び水（1：1）混液40 mLを加え、10分間振とうした後、同様にろ過する。得られたろ液をあわせて、必要に応じてアセトニトリルで消泡し同量の水を加えた後、アセトニトリル及び水（1：1）混液を加えて、正確に200 mLとする。

2) 精製

ミニカラムによる精製

① 果樹・野菜の場合

ミニカラムにアセトニトリル5 mL及び水10 mLを順次注入し、流出液は捨てる。このカラムに1) 果樹・野菜の場合で得られた抽出液1 mLと水10 mLの混和液を注入し、流出液は捨てる。次にアセトニトリル及び水（1：4）混液10 mLを注入し、流出液は捨てる。さらに、アセトニトリル10 mL

を注入し、溶出液を分取する。溶出液に水を加えて20 mLに定容し、試験溶液とする。検量線範囲外になる場合はアセトニトリル及び水（1：1）混液で希釈する。

② 茶の場合

ミニカラムにアセトニトリル5 mL及び水10 mLを順次注入し、流出液は捨てる。このカラムに1) 茶の場合で得られた抽出液2 mLと水5 mLの混液を注入し、流出液は捨てる。この操作を3回繰り返す。次にアセトニトリル及び水（1：4）混液10 mLを注入し、流出液は捨てる。さらに、アセトニトリル10 mLを注入し、溶出液を分取する。溶出液に水を加えて20 mLに定容し、試験溶液とする。検量線範囲外になる場合はアセトニトリル及び水（1：1）混液で希釈する。

5. 検量線の作成

メチルテトラプロール標準品をアセトニトリルに溶解し、200 mg/Lの標準溶液を調製する。調製した標準液をアセトニトリル及び水混液（1：1）で希釈して検量線用の標準液を数点（0.000025～0.001 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0.00005 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

装置	:	HPLC ; Nexera X2 System (島津製作所製)																			
	:	MS ; Triple Quad 4500 (Sciex製)																			
カラム	:	ZORBAX Eclipse Plus C18 (Agilent Technologies製) 粒径1.8 μm, 内径2.1 mm, 長さ100 mm																			
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%酢酸含有アセトニトリル (v/v)																			
グラジエントプログラムカラム	:	<table border="1" data-bbox="566 1758 1308 1926"> <tr> <td>時間 (分)</td> <td>0</td> <td>0.5</td> <td>6.5</td> <td>7.0</td> <td>STOP</td> </tr> <tr> <td>移動相A (%)</td> <td>80</td> <td>80</td> <td>10</td> <td>10</td> <td>80</td> </tr> <tr> <td>移動相B (%)</td> <td>20</td> <td>20</td> <td>90</td> <td>90</td> <td>20</td> </tr> </table>	時間 (分)	0	0.5	6.5	7.0	STOP	移動相A (%)	80	80	10	10	80	移動相B (%)	20	20	90	90	20	
時間 (分)	0	0.5	6.5	7.0	STOP																
移動相A (%)	80	80	10	10	80																
移動相B (%)	20	20	90	90	20																
流量	:	0.3 mL/min																			

注入量 : 5 μ L
保持時間の目安 : 6.8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 :

プレカーサーイオン (<i>m/z</i>)	プロダクトイオン (<i>m/z</i>)
397.1	203.3

8. 定量限界
0.01 mg/kg

9. 添加回収試験を実施した食品
りんご、テンサイ、茶

10. 留意事項
特になし

※ 本分析法は、農作物における残留試験等において用いられた残留農薬等分析法であり、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。