

## トルピラレート分析法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

- ・トルピラレート

### 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	:	残留農薬試験用
メタノール	:	HPLC用
純水	:	活性炭フィルター、逆浸透膜及びイオン交換樹脂で精製したもの
超純水	:	純水を限外ろ過膜で精製したもの
その他の試薬	:	特級
HLBミニカラム	:	Supel-Select HLB、充てん量 60 mg (Sigma-Aldrich製)

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

乾燥種実の場合は10.0 gの均一化試料に20mlの純水を加えて2時間浸漬したものを、その他は20.0 gの均一化試料を用意し、アセトニトリル及び純水(8:2)混液100 mLを加え、超高速回転破砕機を用いて1分間混合破砕する。破砕機のシャフトジェネレーターの先端部を同混液約20 mLで洗い、洗液を抽出液に合わせ、振とう機を用いて30分間振とう抽出する。抽出液を吸引ろ過した後、残留物を同混液約50 mLで洗い、同様にろ過する。全ろ液を200 mLのメスフラスコに合わせ、同混液で定容する。

#### 2) 精製

HLB ミニカラムをミニカラム吸引装置に固定し、メタノール又は純水及び酢酸(100:0.2)混液各 5 mL を順次流下させ洗浄する。1) で得られた抽出液 1~2mL(試料 0.1 g 相当)を遠心管にとり、純水及び酢酸(100:0.2)混液 15~30 mL を加えた後、ミニカラムに移し流下させる。遠心管内を純水 5 mL で洗い、洗液をミニカラムに移し流下させ流出液を捨てる。次いで遠心管内をアセトニトリル及び超純水(1:1)混液 5 mL で洗い、洗液をミニカラムに移し流下させる操作を 2 回繰り返し、溶出液を 10 mL のメスフラスコにとったものを試験溶液とする。

### 5. 検量線の作成

トルピラレートの各標準品をアセトニトリルに溶解し、500 mg/L の標準原

液を調製する。調製した標準原液をアセトニトリル又はアセトニトリル及び超純水(1 : 1)混液で希釈して検量線用の標準溶液 0.05~100 µg/L を数点調製し、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

装置	: HPLC ; (島津製作所製、LC-30AD) MS ; (AB SCIEX製、triple Quad 4500)	
カラム	: Scherzo SM-C18 (Imtakt製), 内径2 mm x 長さ10 cm, 粒径3 µm	
カラム温度	: 45 °C	
移動相	: 移動相A ; 5 mmol/L酢酸アンモニウム溶液 25% 移動相B ; メタノール 75%	
流量	: 0.2 mL/min	
注入量	: 2 µL	
保持時間の目安	: 1.9分	
イオン化法	: ESI (+)	
イオン検出法	: MRM法	
イオン化温度	300 °C	
イオン化電圧	5500 V	

モニタリングイオン		プリカーサーイオン (m/z)	プロダクトイオン (m/z)
	トルピラレート	485.0	382.9

## 8. 定量限界

0.01 mg/kg

## 9. 添加回収試験を実施した食品

とうもろこし

## 10. 留意事項

特になし



※ 本分析法は、畜産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。