

## トルプロカルブ分析法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

トルプロカルブ

### 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、LC/MS 用
酢酸エチル、ヘキサン	:	残留農薬試験用
水	:	脱イオン水を Milli-Q System (Millipore 製) で精製したもの
ギ酸	:	特級
トルプロカルブ	:	分析用標準品
C <sub>18</sub> ミニカラム	:	Bond Elut C <sub>18</sub> -C <sub>1</sub> , 1 g/6 mL (ジーエルサイエンス 製)

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

均一化した試料 10 g に水 20 mL を加え、2 時間放置する。アセトニトリル及び水（4 : 1）混液 100 mL を加え、30 分間振とう抽出し、抽出物を吸引ろ過する。ろ紙上の残留物をアセトニトリル及び水（4 : 1）混液 50 mL で洗浄し、同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトニトリル及び水（4 : 1）混液を加えて正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 2 mL（試料 0.1 g 相当量）を分取し、40℃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、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン（1 : 1）混液 10 mL で 2 回振とう抽出する。抽出液を合わせ、40℃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

C<sub>18</sub>ミニカラムにアセトニトリル及び水各5 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに1) で得られた溶液を注入した後、アセトニトリル1.5 mLで容器内を洗浄し、水3.5 mLを加えて混合して注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル及び水（4 : 1）混液6 mLを注入し、溶出液にアセトニトリル及び水（4 : 1）混液を加え正確に20 mL としたものを試験溶液とする。

### 5. 検量線の作成

トルプロカルブ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（4 : 1）で希釈して数点調製し、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

(例)

機器 : Agilent 1290 HPLC  
Agilent 6460 Triple Quad LC/MS  
カラム : Inertsil ODS-4  
(5 μm、2.1 mm i.d.×150 mm、ジーエルサイエンス製)  
カラム温度 : 40 °C  
移動相 : 移動相 A : 0.1% ギ酸含有アセトニトリル  
移動相 B : 0.1% ギ酸

グラジエント	時間 (分)	0.0	4.0	10.0	12.0
	移動相 A (%)	50	50	80	80
	移動相 B (%)	50	50	20	20

流量 : 0.2 mL/min

注入量 : 10 μL

保持時間の目安 : 7.5~7.7 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> )	
	トルプロカルブ	347.0	119.1

## 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。