

トルフェンピラド試験法

1. 分析対象化合物

トルフェンピラド

2. 装置

アルカリ熱イオン化検出器付きガスクロマトグラフ (GC (FTD)) 又は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ (GC (NPD))

ガスクロマトグラフ・質量分析計 (GC/MS)

3. 試薬・試液

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

トルフェンピラド標準品 本品はトルフェンピラド99%以上を含み、融点は87~89°Cである。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

(1) 果実及び野菜の場合

試料20.0 gを量り採り、アセトン100 mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、アセトン50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせて、40°C以下で約30 mLに濃縮する。これに10%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、*n*-ヘキサン100 mL及び50 mLで2回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトンを加えて溶解し、正確に20 mLとする。

(2) 茶の場合

試料5.0 gを量り採り、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、3分間ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、アセトン50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせて、40°C以下で約30 mLに濃縮する。これに10%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、*n*-ヘキサン100 mL及び50 mLで2回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトンを加えて溶解し、正確に10 mLとする。

2) 精製

(1) 活性炭カラムクロマトグラフィー

活性炭ミニカラム (250 mg) にアセトン10 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに1) で得られた溶液 (果実及び野菜の場合は2 mL、茶の場合は4 mL) を注入した後、

アセトン35 mLを注入する。全溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン・*n*-ヘキサン混液（1：99）5 mLを加えて溶かす。

(2) 合成ケイ酸マグネシウムカラムクロマトグラフィー

クロマトグラフ管（内径15 mm）に、カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム5 gを*n*-ヘキサンに懸濁させて充てんし、上に無水硫酸ナトリウム5 gを積層する。このカラムに、(1)で得られた溶液を注入した後、アセトン・*n*-ヘキサン混液（1：99）100 mLを注入し、流出液は捨てる。次いでアセトン・*n*-ヘキサン混液（1：19）100 mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトンに溶解し、正確に2 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

トルフェンピラド標準品の0.01～0.5 mg/Lアセトン溶液を数点調製し、それぞれ2 μLをGCに注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液2 μLをGCに注入し、5の検量線でトルフェンピラドの含量を求める。

7. 測定条件

1) GC

検出器：FTD又はNPD

カラム：5%フェニル-メチルシリコン、内径0.25 mm、長さ30 m、膜厚0.25 μm

カラム温度：100℃（1分）－30℃/分－300℃（10分）

注入口温度：250℃、検出器温度：280℃

キャリアーガス：ヘリウム

保持時間の目安：約11分

2) GC/MS

カラム：5%フェニル-メチルシリコン、内径0.25 mm、長さ30 m、膜厚0.25 μm

カラム温度：80℃（1分）－20℃/分－300℃（10分）

注入口温度：240℃

キャリアーガス：ヘリウム

イオン化モード（電圧）：EI（70 eV）

主なイオン（*m/z*）：383、197

注入量：2 μL

保持時間の目安：約15分

8. 定量限界

0.01 mg/kg

9. 留意事項

1) 試験法の概要

トルフェンピラドを試料からアセトンで抽出し、*n*-ヘキサンに転溶する。活性炭ミニカラム及び合成ケイ酸マグネシウムカラムで精製した後、GC (FTD) 又はGC (NPD) で測定し、GC/MSで確認する方法である。

2) 注意点

- (1) 精製が不十分な場合はアセトニトリル/ヘキサン分配 [*n*-ヘキサン30 mLに溶解し、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30 mLで2回抽出] やシリカゲルミニカラム (690 mg) [エーテル/*n*-ヘキサン (1 : 9) 5 mLで負荷、同混液5 mLで洗浄、エーテル/*n*-ヘキサン (3 : 7) 20 mLで溶出] による精製を追加するとよい。
- (2) トルフェンピラドの感度が試料の注入の前後で大幅に変動する場合がある。試料を数本注入し、感度を十分に安定させてから標準溶液を注入する等の措置が必要である。

10. 参考文献

- 1) 平成13年厚生労働省告示第56号「アラクロール、イソプロカルブ、クレソキシムメチル、ジエトフェンカルブ、テニルクロール、テブフェンピラド、パクロブトラゾール、ビテルタノール、ピリプロキシフェン、ピリミノバックメチル、フェナリモル、ブタクロール、フルトラニル、プレチラクロール、メトラクロール、メフェナセット、メプロニル及びレナシル試験法」
- 2) 平成14年厚生労働省告示第94号「カフェンストロール、ジフェノコナゾール、シプロコナゾール、シメトリン、チフルザミド、テトラコナゾール、テブコナゾール、トリアジメノール、フルジオキシニル、プロピコナゾール、ヘキサコナゾール及びペンコナゾール試験法」

11. 類型

C