

トリフルメゾピリム分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

- ・トリフルメゾピリム

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

トリフルメゾピリム	:	分析用標準品
アセトニトリル、メタノール、トルエン	:	残留農薬試験用、LC/MS 用
ギ酸	:	残留農薬試験用
酢酸	:	特級
水	:	HPLC 用
	:	水道水を PURELAB Flex System（VeoliaWater Solutions & Technologies 製）で精製したもの
グラファイトカーボンミニカラム	:	InterSep GC（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 を水 30 mL で膨潤し、メタノール 70 mL を加え、ホモジナイザーで磨砕抽出する。抽出物をガラス繊維ろ紙を敷いた桐山漏斗で吸引ろ過し、ろ紙上の残留物を 50 mL のメタノール及び水（7 : 3, v/v）混液で洗い、同様にろ過する。20 mL の同混液を使って洗浄し、得られたろ液を合わせて、同混液で正確に 200 mL とする。

2) 精製

グラファイトカーボンミニカラムにメタノール及び水を順次 5 mL ずつ注入し、流出液は捨てる。このミニカラムに、1) で得られた抽出液を注入する。その後、アセトニトリル 10 mL でミニカラムを洗浄した後、アセトニトリル及びトルエン（3 : 1, v/v）混液 10 mL を注入し、溶出液を分取した。溶出液に 3%ギ酸含有アセトニトリル 0.5 mL 添加した後、40 °C以下で濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去する。適量のアセトニトリル及び水（1 : 1, v/v）混液に溶解あるいは定容し、試験溶液とする。

5. 検量線の作成

トリフルメゾピリム標準品をアセトニトリルに溶解し、100 µg/mL 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)

装置 : HPLC ; ACQUITY UPLC I-Class (Waters 製)
MS ; Xevo TQ-S (Waters 製)
カラム : ACQUITY UPLC HSS T3、
粒径 ; 1.8 μ m、2.1 mm i.d.×100 mm (Waters 社製)
カラム温度 : 40 °C
移動相 : 移動相 A ; 0.1%酢酸
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

時間 (分)	0.0	6.0	6.01	8.5
移動相 A(%)	80	5	80	80
移動相 B(%)	20	95	20	20

流量 : 0.3 mL/min

注入量 : 5 μ L

保持時間の目安 : 約 3.1 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>)
トリフルメゾピリ ム	399.1	279.0

8. 定量限界

0.01 ppm

9. 添加回収試験を実施した作物

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。