



チエンカルバゾンメチル分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

- ・チエンカルバゾンメチル

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

- | | | |
|------------------------|---|---|
| アセトニトリル、メタノー
ル、トルエン | : | 残留農薬試験用 |
| メタノール | : | LC/MS 用 |
| 水 | : | PURELAB Flex System (Veolia Water Solutions & Technologies)で精製した水 |
| 酢酸 | : | 高速液体クロマトグラフィー用 |
| ギ酸、酢酸、ギ酸アンモニ
ウム | : | 試薬特級 |
| グラファイトカーボンミニ
カラム | : | InterSep GC 500 mg/6 mL (ジーエルサイエンス製) |

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

均一化試料 20.0g にアセトニトリル/水（4 : 1）混液 80 mL を加え、30 分間振とうした後、吸引ろ過する。残渣を同混液 10 mL で洗い、同様にろ過する。同様の操作をさらに 2 回繰り返す。全てのろ液を合わせて同混液で 300 mL に定容する。

2) 精製

グラファイトカーボンミニカラムによる精製

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 ずつ流下して前処理する。抽出液 6 mL（試料 0.40 g 相当量）を分取し、水 5 mL を添加後、40℃以下の水浴中で減圧濃縮してアセトニトリルを留去して濃縮する。濃縮液を前処理済みのグラファイトカーボンミニカラムに流下する。メタノール/水（1 : 4）混液 5 mL で容器内を洗浄し、グラファイトカーボンミニカラムに流下し、さらに、メタノール 5 mL で 2 回同様の操作を繰り返し、それらの流出液を捨てる。次いで、メタノール/トルエン/ギ酸（15 : 5 : 1）混液 10 mL を流下し、その溶出液を採り、40℃以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去する。

5. 検量線の作成

チエンカルバゾンメチル標準品をアセトニトリルに溶解し、10.0 mg/L の標準溶液を調製する。調製した標準液をメタノール/水（1：9）混液で段階的に希釈して、検量線用の標準液を数点調製し、それぞれ LC-MS/MS に注入して、ピーク面積を測定し、横軸に重量、縦軸にピーク面積をとって、検量線を作成する。

6. 定量

残留物をメタノール/水（1：9）混液 4 mL に溶解した。検量線の濃度範囲を超過する場合は、同混液で希釈する。試験溶液を LC-MS/MS に注入し、5 の検量線を用いて定量する。

7. 測定条件

カラム	: ZORBAX Eclipse Plus C18 (アジレントテクノロジー製) (内径 2.1 mm 長さ 100 mm 粒径 1.8 μm)
カラム温度	: 40°C
移動相	: 5 mmol/L ギ酸アンモニウム水溶液/メタノール 19:1 (0.5 分保持)－(4.5 分)－3:2 (1 分保持)
流量	: 0.4 mL/min
注入量	: 2 μL
保持時間の目安	: 4.5～4.6 分
イオン化モード	: ESI (－)
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>)
チエンカルバゾンメチル	388.9	128.0

8. 定量限界

0.01ppm

9. 留意事項

てんさい試料における凍結保存安定性は 167 日間確認されている。

※ 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。