

## I. 個別分析法

### テトラニプロールの測定方法

#### (1) 装置

液体クロマトグラフタンデム質量分析計を用いる

#### (2) 試薬試液

アセトニトリル、: 残留農薬試験用及びLC/MS用

水: 蒸留水又は精製水

酢酸: 試薬特級

酢酸: 高速液体クロマトグラフィー用

テトラニプロール標準品

固相抽出カラム: 内径12~15mm、長さ60~100mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用C18シリカゲル(シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたもの)1000mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

#### (3) 試験溶液の調製

試料20mLに2%酢酸1mLを加え、0.1%酢酸含有アセトニトリル5mLと0.1%酢酸5mLを順次流下し前処理した固相抽出カラムに移して流下する。次いで、アセトニトリル/水/酢酸(70:30:0.1、v/v/v)混液10mLを流下し、抽出液をとり、同液で20mLに定容し、試験溶液とする。

#### (4) 液体クロマトグラフタンデム質量分析計の操作条件

カラム: シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを内径2~2.1 mm、長さ7.5~15 cmのステンレス管に充てんしたもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

カラム温度: 40°C

溶離液: 0.1%酢酸/0.1%酢酸含有アセトニトリル(v/v)の混液(70:30)を30秒維持した後(20:80)までの濃度勾配を4分30秒で行いそのまま2分間維持する。

流量: テトラニプロールが3~5分で流出するように流速を調整する。

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( $m/z$ ): プレカーサーイオン545、プロダクトイオン 356

感度: テトラニプロールの0.02 ngが十分確認できるように感度を調整する。

#### (5) 検量線の作成

テトラニプロール標準品より10mg/Lのアセトニトリル溶液を調製し、この溶液をアセトニトリル/水/酢酸(70/30/0.1(v/v/v))で希釈して0.01~0.1mg/L溶液を数点調製し、それぞれ2 $\mu$ Lずつ液体クロマトグラフタンデム質量分析計に注入し、ピーク面積を測定し検量線を作成する。

#### (6) 定量試験

試験溶液2 $\mu$ Lを液体クロマトグラフタンデム質量分析計に注入し、(5)の検量線によりテトラニプロールの重量を求め、試料中の濃度を算出する。