

フルオピラム分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

・フルオピラム

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

フルオピラム標準品	:	分析用標準品
アセトニトリル	:	残留農薬試験用
アンモニア水（28%）	:	特級
ギ酸	:	純度 98%以上（Merck 製）
水	:	活性炭フィルター、逆浸透膜及びイオン交換樹脂で精製したもの
C ₁₈ ミニカラム	:	① InertSep C18 FF, 充てん量 200 mg （ジーエルサイエンス製） ② InertSep Slim-J C18-B, 充てん量 500 mg（ジーエルサイエンス製）

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

①豆類の場合

粉碎した試料 10 g に水 20 mL を加え、30 分間放置する。これにアセトニトリル及び水（4 : 1, v/v）混液 100 mL を加え、1 分間混合破砕し、30 分間激しく振とうした後、吸引ろ過する。容器及び残留物をアセトニトリル及び水（4 : 1, v/v）混液 50 mL で洗浄する。1.4%アンモニア水 5 mL を加え pH8 に調整した後、ろ液、洗液をあわせ、アセトニトリル及び水（4 : 1, v/v）混液を加えて 200 mL とする。

②果実の場合

磨砕した試料 20 g にアセトニトリル及び水（4 : 1, v/v）混液 100 mL を加え、1 分間混合破砕し、30 分間激しく振とうした後、吸引ろ過する。容器及び残留物をアセトニトリル及び水（4 : 1, v/v）混液 50 mL で洗浄する。1.4%アンモニア水 5 mL を加え pH8 に調整した後、ろ液、洗液をあわせ、アセトニトリル及び水（4 : 1, v/v）混液を加えて 200 mL とする。

2) 精製

①豆類の場合

C₁₈ ミニカラムにアセトニトリル及び水（pH8）を順次 3 mL ずつ注入して流下させ、洗浄する。このカラムに 1) で得られた抽出液 4 mL 及び水（pH8）2 mL の混液を注入し、流下させる。次にアセトニトリル及び水（pH8）（1 :

1, v/v) 混液 2 mL で容器内を 2 回洗浄し、これをミニカラムに注入し、溶出液を取る。全溶出液をアセトニトリル及び水 (pH8) (1 : 1, v/v) 混液で 10 mL に定容して試験溶液とする。

②果実の場合

C₁₈ ミニカラムにアセトニトリル及び水 (pH8) を順次 5 mL ずつ注入して流下させ、洗浄する。このカラムに 1) で得られた抽出液 2 mL 及びアセトニトリル及び水 (pH8) (1 : 1, v/v) 混液 3 mL の混液を注入し、流下させる。次にアセトニトリル及び水 (pH8) (1 : 1, v/v) 混液 3 mL 及び 2 mL で容器内を洗浄し、これをミニカラムに注入し、溶出液を取る。全溶出液をアセトニトリル及び水 (pH8) (1 : 1, v/v) 混液で 10 mL に定容して試験溶液とする。

5. 検量線の作成

フルオピラム標準品をアセトニトリルに溶解し、500 µg/mL 溶液を調製する。この溶液をアセトニトリル及び水 (pH8) (1 : 1, v/v) 混液で希釈して検量線の標準溶液を数点調製し、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)

機器 : HPLC ; Alliance2695 (Waters 製)
MS ; Quattro Premier XE (Waters 製)

カラム : Atlantis T3
粒径 ; 3 µm、2.1 mm i.d.×150 mm (Waters 製)

カラム温度 : 40 °C

移動相 : 移動相 A ; 0.1%ギ酸
移動相 B ; アセトニトリル

グラジエント プログラム	時間(分)	0	5	13
	移動相 A(%)	85	20	20
	移動相 B(%)	15	80	80

流量 : 0.2 mL/min

注入量 : 10 µL

保持時間の目安 : 約 12 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 (m/z)	プロダクト イオン (m/z)
	フルオピラム	397.3	172.8

8. 定量限界

0.01 ppm

9. 添加回収試験を実施した食品

だいず、りんご、日本なし

10. 留意事項

一部の食品（大豆など）の精製の際に吸着が強く現れる場合には **InertSep C18 FF**, 充てん量 200mg（ジューエルサイエンス製）を用いることにより改善効果が認められる場合がある。

※ 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。