

フェンピラザミン試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

フェンピラザミン

2. 適用食品

穀類、豆類、種実類、野菜、果実

3. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）

4. 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。

フェンピラザミン標準品 本品はフェンピラザミン95%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 穀類、豆類及び種実類の場合

試料 10.0 g に水 20 mL を加え、30 分間放置する。これにアセトン 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、アセトンを加えて正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 10 mL を分取し、水 20 mL を加える。

② 果実及び野菜の場合

試料 20.0 g にアセトン 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、アセトンを加えて正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 5 mL を分取し、水 10 mL を加える。

2) 精製

ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（500 mg）にアセトニトリル及び水各 10 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに1) で得られた溶液を注入した後、アセトニトリル及び水（3：7）混液 10 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル及び水（7：3）混液 10 mL を注入し、溶出液をアセトニトリル及び水（7：3）混液で正確に 10 mL としたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

フェンピラザミン標準品のアセトニトリル及び水（7：3）混液の溶液を数点調製し、それぞれ LC-MS/MS 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。本法に従って試験溶液を調製した場合、試料中 0.01 mg/kg に相当する試験溶液中濃度は 0.0005 mg/L である。

7. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、6 の検量線でフェンピラザミンの含量を求める。

8. 確認試験

LC-MS/MS により確認する。

9. 測定条件

（例）

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径 2.1 mm、長さ 150 mm、粒子径 3.5 μm

カラム温度：40°C

移動相：アセトニトリル及び 0.1 vol%ギ酸（3：7）から（9：1）までの濃度勾配を 10 分間で行い、（9：1）で 5 分間保持する。

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（ m/z ）：プリカーサーイオン 332、プロダクトイオン 230、216、189

注入量：5 μ L

保持時間の目安：8 分

10. 定量限界

0.01 mg/kg

11. 留意事項

1) 試験法の概要

フェンピラザミンを試料からアセトンで抽出し、ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラムで精製した後、LC-MS/MS で定量及び確認する方法である。

2) 注意点

① フェンピラザミンの LC-MS/MS 測定で、試験法開発時に使用したイオンを以下に示す。

定量イオン（ m/z ）：プリカーサーイオン 332、プロダクトイオン 230

定性イオン（ m/z ）：プリカーサーイオン 332、プロダクトイオン 216、189

② 試験法開発時に検討した食品：玄米、大豆、ばれいしょ、キャベツ、なす、ほうれんそう、オレンジ及びぶどう

12. 参考文献

厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知 食安発第 0124001 号「ピリフルキナゾン試験法（農産物）」
（平成 17 年 1 月 24 日）

13. 類型

C