

フルセトスルフロンの試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

フルセトスルフロンの各異性体の和

2. 装置

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC-MS）

3. 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。

フルセトスルフロンの標準品 本品はフルセトスルフロンの98%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

果実及び野菜の場合は試料20.0 gを量り採る。穀類、豆類及び種実類の場合は試料10.0 g、茶の場合は試料5.00 gにそれぞれ水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）混液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、アセトニトリル及び水（4：1）混液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、アセトニトリル及び水（4：1）混液を加えて正確に200 mLとする。この1 mL（穀類、豆類及び種実類の場合は2 mL、茶の場合は4 mL）を採り、アセトニトリル及び水（4：1）混液9 mL（穀類、豆類及び種実類の場合は8 mL、茶の場合は6 mL）を加える。

2) 精製

[1] グラファイトカーボンカラムクロマトグラフィー

グラファイトカーボンミニカラム（500 mg）にアセトニトリル及び水（4：1）混液10 mLを注入し、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、さらにアセトニトリル及び水（4：1）混液50 mLを注入し、全溶出液を採り、40℃以下で約8 mLまで濃縮し、アセトニトリルを除去する。アセトニトリル除去後、水を加え約10 mLとした後、酢酸0.1 mLを加える。

[2] オクタデシルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（1,000 mg）に1%酢酸・アセトニトリル溶液及び1%酢酸各5 mLを順次注入し、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、さらに1%酢酸及び1%酢酸・アセトニトリル溶液（7：3）混液10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで1%酢酸及び1%酢酸・アセトニトリル溶液（1：1）混液10 mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル及び水（4：1）混液10 mLを加えて溶かす。

[3] トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (500 mg) にアセトニトリル及び水 (4 : 1) 混液10 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに[2]で得られた溶液を注入し、さらにアセトニトリル及び水 (4 : 1) 混液10 mLを注入し、全溶出液を採り、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトニトリル及び水 (2 : 3) 混液に溶解し、正確に2 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

フルセトスルフロンの0.0005~0.01 mg/L溶液 (アセトニトリル及び水 (2 : 3) 混液) を数点調製し、それぞれ5 µLをLC-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。

6. 定量

試験溶液5 µLをLC-MSに注入し、5の検量線でフルセトスルフロンの含量を求める。

7. 確認試験

LC-MSにより確認する。

8. 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2.0 mm、長さ150 mm、粒子径5 µm

カラム温度 : 40°C

移動相 : 0.1 vol%酢酸及び0.1 vol%酢酸・アセトニトリル溶液 (3 : 2) 混液

イオン化モード : ESI (+)

主なイオン (m/z) : 510、488

保持時間の目安 : 12分

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

フルセトスルフロンを試料からアセトニトリル及び水 (4 : 1) 混液で抽出し、グラファイトカーボンミニカラム、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム及びトリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラムで精製した後、LC-MSで定量及び確認する方法である。

2) 注意点

- [1] フルセトスルフロン標準品は、*erythro*体と*threo*体がおよそ9：1の割合の混合物である。本測定条件では1本のピークとして検出されるが、測定条件などによりそれぞれ2本のピークとして検出される場合がある。その場合は、両ピークの高さ又は面積の合計により検量線を作成し分析値を求めること。
- [2] フルセトスルフロンは、グラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムから溶出不良であったため、「LC-MSによる農薬等の一斉試験法I（農産物）」は適用できなかった。
- [3] 本試験法の他に、米については「LC-MSによる農薬等の一斉試験法II（農産物）」が適用可能である。
- [4] フルセトスルフロンのLC-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) : 488
定性イオン (m/z) : 510

11. 参考文献

なし

12. 類型

C