

フルエンズルホン分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

- ・フルエンズルホン
- ・3,4,4-トリフルオロブタ-3-エン-1-イルズルホン酸（代謝物 BSA）

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、ギ酸、水	:	高速液体クロマトグラフ用
その他の試薬	:	特級
フルエンズルホン	:	分析用標準品
代謝物 BSA ナトリウム塩	:	分析用標準品
C ₁₈ ミニカラム	:	Bond Elut C ₁₈ 500 mg/6 mL（Agilent 製）

4. 試験溶液の調整

1) 抽出

試料 10.0 g にアセトニトリル及び水（1：1）混液 50 mL を加え、ホモジナイズした後、アセトニトリル及び水（1：1）混液 10 mL を加えて正確に 60 mL とし、5 分間振とう抽出する。この溶液から 30 mL を分取し、遠心分離する。抽出液から 6 mL を分取し、35°C 以下で約 3 mL まで濃縮する。

2) 精製

C₁₈ ミニカラムにアセトニトリル及び水各 5 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに 4. 1) で得られた溶液を注入した後、水 5 mL を注入し、全ての溶出液（約 8 mL）を合わせて試験溶液とする。

5. 検量線の作成

フルエンズルホンをアセトニトリルに溶解し、また、代謝物 BSA ナトリウム塩標準品をアセトニトリル及び水（1：1）混液に溶解し、それぞれ 5 µg/mL の標準溶液を調製する。調製した標準原液をそれぞれ等量ずつ混合し、アセトニトリル及び水（1：1）混液で希釈して数点調製し、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。なお、代謝物 BSA ナトリウム塩濃度は、次の換算係数を乗じて酸体濃度に変換する。

換算係数：0.896＝代謝物 BSA 分子量 190.14／代謝物 BSA ナトリウム塩分子量 212.12

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 : Agilent 1100 Series HPLC
Sciex API 4000 Q TRAP

カラム : フルエンズルホン
Synergi 4 μ Fusion-RP80
(4 μ m、2.0 mm i.d.×100 mm、Phenomenex 製)
代謝物 BSA
Synergi 2.5 μ Fusion-RP100A
(2 μ m、2.0 mm i.d.×100 mm、Phenomenex 製)

カラム温度 : 30°C

移動相 : 移動相 A : 0.05%ギ酸
移動相 B : 0.05%ギ酸含有アセトニトリル

グラジエント
(フルエンズル
ホン)

時間 (分)	0.0	1.0	15.0	16.0	16.5	18.0
移動相 A (%)	95	95	0	0	95	95
移動相 B (%)	5	5	100	100	5	5
流量 (mL/min)	0.25	0.25	0.25	0.30	0.35	0.30

(代謝物 BSA)

時間 (分)	0.0	1.0	9.0	9.5	10.5	11.5	13.5	14.0
移動相 A (%)	95	95	42	0	0	95	95	95
移動相 B (%)	5	5	58	100	100	5	5	5
流量 (mL/min)	0.25	0.25	0.25	0.30	0.35	0.30	0.25	0.25

注入量 : 20 μ L

保持時間の目安 : フルエンズルホン ; 12.6 分
代謝物 BSA ; 6.5 分

イオン化モード : ESI (negative)

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 (<i>m/z</i>)	プロダクトイオン (<i>m/z</i>)
フルエンズルホン	292.2	166.2
代謝物 BSA ナトリウム塩	188.9	81.1

8. 定量限界

0.01 ppm

9. 添加回収を実施した食品

トマト、ピーマン、きゅうり、メロン

10. 留意事項

特になし

※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。