

フルメトリン試験法（畜産物）

1. 分析対象化合物

フルメトリン

2. 適用食品

畜産物

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。

フルメトリン標準品 本品はフルメトリン 98%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

① はちみつ以外の場合

試料10.0gにアセトン100mL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50mL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、アセトンで正確に200mLとする。この溶液から正確に2mLを分取し、*n*-ヘキサン30mLを加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30mLずつで2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、40℃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（7：3）混液10mLに溶かす。

② はちみつの場合

試料10.0gに水20mLを加え溶解する。これにアセトン100mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に水10mL及びアセトン50mL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、アセトンで正確に200mLとする。この溶液から正確に4mLを分取し、40℃以下で約0.5mLまで濃縮した後アセトニトリル及び水（7：3）混液10mLを加える。

2) 精製

オクタデシルシリル化シリカゲルカラムミニカラム（500mg）に、アセトニトリル及び水各5mL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流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル及び水（9：1）混液5mLを注入し、溶出液を採

り、アセトニトリル及び水（9：1）混液を加えて正確に5 mLとしたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

フルメトリン標準品のアセトニトリル及び水（9：1）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。なお、本法に従って試験溶液を調製した場合、試料中0.01mg/kg（はちみつの場合は0.005mg/kg）に相当する試験溶液中濃度は0.0002mg/Lである。

7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6の検量線でフルメトリンの含量を求める。

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2.0mm、長さ150mm、粒子径5 μ m

カラム温度：40 $^{\circ}$ C

移動相：4 mmol/L酢酸アンモニウム溶液及びメタノール混液（3：7）から（0：10）までの濃度勾配を5分間で行い、（0：10）で10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 527、プロダクトイオン 267、239

注入量：10 μ L

保持時間の目安：8分

10. 定量限界

0.01mg/kg（はちみつの場合は0.005mg/kg）

11. 留意事項

1) 試験法の概要

フルメトリンを試料からアセトンで抽出し、アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂（はちみつの場合は省略）した後、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムで精製し、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。

2) 注意点

- ① フルメトリンの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 527、プロダクトイオン 267
定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 527、プロダクトイオン 239
- ② 試験法開発に検討した食品：牛の筋肉、牛の脂肪、牛の肝臓、牛乳、鶏の筋肉、
鶏卵、はちみつ（そばみつ）

12. 参考文献

なし

13. 類型

C