

フルチアニル分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

フルチアニル

2. 装置

高速液体クロマトグラフ・質量分析計(LC-MS)

3. 試薬、試液

アセトニトリル、メタノール : 残留農薬試験用
アセトニトリル : LC/MS 用
水 : 脱イオン水を Milli-Q System (Millipore 製)
で精製したもの
フルチアニル標準品 : 分析用標準品
その他の試薬 : 特級
C18 ミニカラム : InertSep C18、1g/6mL (ジーエルサイエンス製)

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

均一化した試料 20g にメタノール、水および塩酸(50:50:0.1、v/v/v)混液 100mL を加え、30 分振とうした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を 50mL の同混液で洗い、同様にろ過する。得られたろ液をあわせて、水を加えて、正確に 200mL とする。

2) 精製

C₁₈ ミニカラムによる精製

C₁₈ ミニカラムにメタノールおよび水を順次 5mL ずつ注入し、流出液は捨てる。このカラムに 1) で得られた抽出液 2mL および水 3mL の混液を注入する。その後、メタノールおよび水混液 (6:4、v/v) 10mL (5 mL×2 回) でミニカラムを洗浄した後、ミニカラムを 1 分間吸引乾燥した後、メタノール 10mL を注入し、溶出液を 40℃以下で濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した後、メタノールおよび水混液 (1:1、v/v) に溶解し、試験溶液とする。

5. 検量線の作成

フルチアニル標準品をアセトニトリルに溶解し、1000mg/L の標準液を調製する。調製した標準液をメタノールおよび水(1:1、v/v)混液で希釈して数点 (0.0005~0.04mg/L) の標準溶液を調製し、それぞれ LC-MS に注入し、ピーク面積法で検量線を作成する。

6. 定量

試料溶液を LC-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)

カラム	: Cadenza CD-C18、3 μ m (2.0mm i. d. \times 75mm、インタクト製)
カラム温度	: 40°C
移動相	: アセトニトリルおよび5mmol/L 酢酸アンモニウム溶液(70:30、v/v)
流量	: 0.3mL/min
注入量	: 10 μ L
保持時間の目安	: フルチアニル ; 2.2 分
イオン化モード	: ESI(+)
モニタリングイオン	: 427.1m/z

8. 定量限界

0.01ppm

9. 検討を実施した食品

なし

10. 留意事項

なし

※ 本分析法は、農作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ください。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用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の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。