

## フェンピコキサミド分析法（農作物）

### 1. 分析対象化合物

・フェンピコキサミド

### 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

フェンピコキサミド	:	分析用標準品
アセトン	:	残留農薬試験用
アセトニトリル	:	HPLC用、LC/MS用
メタノール	:	HPLC用
ギ酸	:	HPLC用
水	:	HPLC用、LC/MS用

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出、精製

各作物及び加工原料をアセトニトリル及び水（9：1）溶液で均質化して抽出する。この試料を振とう及び遠心分離する。試料の一定量（250  $\mu$ L）をとり、7 mLのガラス瓶に入れ、4.75 mLのアセトニトリル、水及びギ酸（90：10：0.1）混液を試料に加える。

各試料は、HPLC測定用バイアルに濾過して充填する。

### 5. 検量線の作成

フェンピコキサミド標準品をアセトニトリルに溶解し、1000  $\mu$ g/mL 標準原液を調製する。さらにアセトニトリルで希釈し順次10.0  $\mu$ g/mL、1.0  $\mu$ g/mL溶液を調製し、最終的に0.10  $\mu$ g/mLの標準溶液を得る。調製した標準溶液をアセトニトリル、水及びギ酸（90：10：0.1）混液で希釈し、検量線用の標準液を数点調製する。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。

### 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。分析は、2つのイオン質量トランジションにより定量と物質の確認を行う。

### 7. 測定条件

装置 : Agilent 1200 シリーズ（Agilent Technologies 製）  
MS ; API 5500 QTRAP LC-MS/MS System（AB Sciex 製）

カラム : Phenomenex Luna C<sub>18</sub> (2)、(Shimazu GLC製) 粒径 ;  
5 μm、2.0 mm i.d.×50 mm

カラム温度 30 °C

移動相 移動相A : 0.1%ギ酸

移動相B : 0.1%ギ酸含有アセトニトリル

グラジエント  
プログラム

時間 (分)	0.00	3.50	6.50	6.60	9.00
移動相A (%)	50	0	0	50	50
移動相B (%)	50	100	100	50	50

流量 0.6 mL/min

注入量 : 10 μL

保持時間の目安 : 4.05分

イオン化モード : ESI (+)

イオン検出法 : MRM法

イオン	プレカーサーイオン	プロダクトイオン
フェン ピコキ サミド	615	239
	615	515

## 8. 定量限界 0.01 ppm

## 9. 添加回収試験を実施した食品

小麦穀粒及びわら、レタス、キャベツ、オレンジ、グレープフルーツ、なたね (種子)、オリーブ、ふすま、小麦粉、パン

## 10. 留意事項 特になし

※ 本分析法は、農作物における残留試験等において用いられた残留農薬等分析法であり、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。