

## フロルピラウキシフェンベンジル分析法（農作物）

### 1. 分析対象化合物

- ・フロルピラウキシフェンベンジル

### 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、メタノール	:	残留農薬試験用
メタノール	:	LC/MS用
ギ酸	:	高速液体クロマトグラフィー用
水	:	PURELAB Flex System（Veolia Water Solutions & Technologies製）で精製した水
その他の試薬	:	特級
フロルピラウキシフェンベンジル	:	分析用標準品
ポリマー系ミニカラム	:	Oasis HLB、200 mg/6 mL（日本ウォーターズ製）
PSAミニカラム	:	InertSep Slim-J PSA、500 mg（ジーエルサイエンス製）

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

粉碎した試料10 gに水20 mLを加え、30分間放置する。これにアセトニトリル及び1 mol/L塩酸（9：1）混液100 mLを加え、30分間振とうした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物をアセトニトリル50 mLで洗い、同様にろ過する。得られたろ液をあわせて、アセトニトリルを加えて、正確に200 mLとする。

#### 2) 精製

ポリマー系ミニカラム及びPSAミニカラムの連結カラムによる精製

ポリマー系ミニカラムにメタノール及び水を順次5 mLずつ注入し、流出液は捨てる。PSAミニカラムにメタノール及びギ酸（1000：1）混液5 mLを注入し、流出液は捨てる。

前処理したポリマー系ミニカラムに1)で得られた抽出液2 mLおよび水10 mLの混合液を注入し、流出液は捨てる。その後、メタノール及び水及びギ酸（800：200：1）混液5.0 mLで容器内を洗浄した後、ポリマー系ミニカラムに注入し、流出液は捨てる。ポリマー系ミニカラムを1分間吸引乾燥する。その後、ポリマー系ミニカラムの溶出口に前処理したPSAミニカラムを連結し、

メタノール及びギ酸（1000：1）混液12 mLを注入し、溶出液を分取する。溶出液に水及びギ酸（1000：1）混液を加えて正確に20 mLとし、試験溶液とする。

#### 5. 検量線の作成

フロルピラウキシフェンベンジル標準品をメタノールに溶解し、1 µg/mLの標準原液を調製する。調製した標準原液をメタノール、水及びギ酸（600：400：1）混液で希釈して検量線用の標準液を数点調製し、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。

#### 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

装置 : 1290 HPLC (Agilent Technologies 製) / 6460 Triple QUAD LC/MS (Agilent Technologies 製)  
 カラム : ZORBAX SB-C<sub>18</sub> (Agilent Technologies 製)  
 内径2.1 mm、長さ50 mm、粒径1.8 µm

カラム温度 : 40 °C  
 移動相 : 0.1%ギ酸/メタノール  
 40 : 60 (0.5分) - 3分 - 10 : 90 (0.5分)

流量 : 0.3 mL/min

注入量 : 5 µL

保持時間の目安 : フロルピラウキシフェンベンジル ; 3.1~3.3分

イオン化モード : ESI (+)

イオン検出法 : MRM法

モニタリングイオン	プレカーサーイオン ( <i>m/z</i> )	プロダクトイオン ( <i>m/z</i> )
フロルピラウキシフェンベンジル	439.0	91.2

#### 8. 定量限界

0.01 ppm

#### 9. 添加回収試験を実施した食品

玄米、粳米、稲わら

## 10. 留意事項

※ 本分析法は、農作物及び畜産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の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。