

イソフェタミド分析法（農産物）

1. 分析対象化合物
イソフェタミド

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

アセトニトリル	: HPLC用、LC/MS用
メタノール	: HPLC用
酢酸	: LC/MS用
1 mol/L塩酸	定量分析用
水	: 脱イオン水をMilli-Q System（Millipore製）で精製したもの、超純水LC/MS用
イソフェタミド	: 分析用標準品
ポリマー系ミニカラム	: OASIS HLB Vac RC 60 mg（Waters製）

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 豆類の場合

粉碎した試料10 gに1 mol/L塩酸または水20 mLを加え、2時間放置する。これにアセトニトリル及び水（4：1）混液100 mLを加え、30分間振とうした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトニトリル及び水（4：1）混液60 mLを加えて、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトニトリル及び水（4：1）混液を加えて正確に200 mLとする。

② 果実、野菜の場合

試料20 gにアセトニトリル及び水（4：1）混液100 mLを加え、30分間振とうした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトニトリル及び水（4：1）混液60 mLを加えて、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトニトリル及び水（4：1）混液を加えて正確に200 mLとする。

2) 精製

① 豆類の場合

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。このカラムに1) で得られた抽出液2 mL及び水16 mLの混液を注入した後、アセトニトリル及び水（1：9）混液2 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル及び水（1：1）混液8 mLを注入し、得られた抽出液にアセトニトリル及び水（4：1）混液を加えて正確に50 mLとしたものを試験溶液とする。

② 果実、野菜の場合

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。このカラムに1) で得られた抽出液1 mL及び水17 mLの混液を注入した後、アセトニトリル及び水（1：9）混液2 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトニ

トリル及び水（1：1）混液8 mLを注入し、得られた抽出液にアセトニトリル及び水（4：1）混液を加えて正確に50 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

イソフェタミド標準品をアセトニトリルに溶解し、10 mg/Lの標準溶液を調製する。調製した標準液をアセトニトリル及び水（4：1）混液で希釈して数点の溶液を調製し、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

(例)

機器	: Acquity Ultra Performance LC (Waters製) QTRAP5500 (AB SCIEX製)	
カラム	: XBridge Shield RP18、3.5 μm、3.0 mm i.d. × 150 mm (Waters製)	
カラム温度	: 40℃	
移動相	: 0.1%酢酸含有アセトニトリル/0.1%酢酸水 (13：7)	
流量	: 0.5 mL/min	
注入量	: 2 μL	
保持時間の目安	: イソフェタミド；3.5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	:	

	プリカーサーイオン (<i>m/z</i>)	プロダクトイオン (<i>m/z</i>)
イソフェタミド	360.1	210.0

8. 定量限界

0.01 ppm

9. 添加回収を実施した食品

あずき及びきゅうり

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。