

フルオピコリド試験法（畜水産物）

1. 分析対象化合物

フルオピコリド

2. 適用食品

畜水産物

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。

多孔性ケイソウ土カラム（10 mL保持用） 内径20～30 mmのポリエチレン製のカラム管に、10 mLを保持することができる量のカラムクロマトグラフィー用に製造した顆粒状多孔性ケイソウ土を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

フルオピコリド標準品 本品はフルオピコリド98%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料10.0 gに塩化ナトリウム1 g、1 vol%ギ酸10 mL及びアセトン50 mLを加え、ホモジナイズした後、毎分3,000回転で5分間遠心分離し、上澄液を採る。残留物にアセトン25 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様に遠心分離し、上澄液を採る。得られた上澄液同士を合わせ、アセトンを加え正確に100 mLとする。

2) 精製

① 多孔性ケイソウ土カラムクロマトグラフィー

1) で得られた溶液から正確に10 mLを分取し、多孔性ケイソウ土カラム（10 mL保持用）に注入した後、吸引乾燥する。このカラムにアセトニトリル100 mLを注入し、溶出液を40℃以下で約3 mLまで濃縮する。

② グラファイトカーボンカラム及びエチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

グラファイトカーボンミニカラム（250 mg）にアセトニトリル10 mLを注入し、流出液は捨てる。エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラム（500 mg）にアセトニトリル10 mLを注入し、流出液は捨てる。グラファイトカーボンミニカラムの下部にエチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラムを接続する。このカラムに①で得られた溶液を注入し、さらにアセトニトリル16 mLを注入して、全溶出液を採り、アセトニトリルを加えて正確に20 mLとしたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

フルオピコリド標準品のアセトニトリル溶液を数点調製する。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、試料中0.01 mg/kgに相当する試験溶液中濃度は0.0005 mg/Lである。

7. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、6 の検量線でフルオピコリドの含量を求める。

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2.1 mm、長さ100 mm、粒子径5 μm

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル及び2 mmol/L酢酸アンモニウム溶液の混液（1：9）から（9：1）までの濃度勾配を8分間で行う。

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（*m/z*）：プリカーサーイオン383、プロダクトイオン173、109

注入量：5 μL

保持時間の目安：6分

10. 定量限界

0.01 mg/kg

11. 留意事項

1) 試験法の概要

フルオピコリドを試料から塩化ナトリウム及びギ酸存在下アセトンで抽出し、多孔性ケイソウ土カラムで脱脂する。グラファイトカーボンミニカラム及びエチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラムで精製した後、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。

2) 注意点

- ① 多孔性ケイソウ土カラムの吸引乾燥では、アセトンの除去が不十分な場合は十分な脱脂効果が得られない。
- ② フルオピコリドの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 383、プロダクトイオン 173
定性イオン（*m/z*）：プリカーサーイオン 383、プロダクトイオン 109
- ③ 試験法開発時に検討した食品：牛の筋肉・脂肪・肝臓・乳、鶏の筋肉・卵、はちみつ、うなぎ、さけ及びしじみ

12. 参考文献

厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知 食安発第0218001号の第3章個別試験法「フルオピコリド試験法（農産物）」（平成20年2月18日）

13. 類型

C