

## フルキサピロキサド試験法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

フルキサピロキサド

### 2. 装置

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC-MS/MS）

### 3. 試薬、試液

フルキサピロキサド	:	分析用標準品
アセトニトリル、メタノール、ギ酸、酢酸	:	HPLC 用、特級
水	:	水道水を Milli-Q 水・純水製造システム（Millipore 製）で精製したもの
その他の試薬	:	特級
C <sub>18</sub> ミニカラム	:	InertSep C18 2 g/12 mL（ジーエルサイエンス製）

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

##### ① 野菜及び果実の場合

摩砕均一化した試料 20 g にメタノール 80 mL を加え、超高速ホモジナイザーを用いて 3 分間磨砕抽出する。遠心分離（11000 rpm、5 分間）後、上澄み液を分取する。残渣に水 80 mL を加え、振とう機を用いて 30 分間振とうする。同様に遠心分離後、上澄み液を分取し、先の上澄み液と合わせる。この溶液をメタノール/水（1:1、v/v）混液で 200 mL に定容し、抽出液とした。

##### ② 穀類の場合

粉砕均一化した試料 10 g に水 20 mL を加え、1 時間浸漬した後、メタノール 80 mL を加え、超高速ホモジナイザーを用いて 3 分間磨砕抽出する。遠心分離（11,000 rpm、5 分間）後、上澄み液を分取する。残渣に水 80 mL を加え、振とう機を用いて 30 分間振とうする。同様に遠心分離後、上澄み液を分取し、先の上澄み液と合わせる。この溶液をメタノール/水（1:1、v/v）混液で 200 mL に定容し、抽出液とした。

## 2) 精製

C<sub>18</sub> ミニカラムをメタノール 10 mL 及び水 10 mL で洗浄し、洗浄液は廃棄した。1) ①で得られた抽出液 4 mL (試料 0.2 g 相当量) を分取し、水 4 mL を加え、混合し、これを C<sub>18</sub> ミニカラムに移し、流下させた。更に、メタノール/水 (3 : 7, v/v) 混液 10 mL で 2 回容器を洗浄し、それぞれ C<sub>18</sub> ミニカラムに移し、流下させた。これらの流出液は廃棄した。次に、メタノール/水 (4 : 1, v/v) 混合液 20 mL を C<sub>18</sub> ミニカラムに加え、流下させてフルキサピロキサドを溶出させた。

## 5. 検量線の作成

フルキサピロキサド標準品をメタノールに溶解し、100 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 (1 : 1, v/v) 混液で希釈し、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

(例)

装置	:	HPLC ; Nexera X2 (島津製作所製)
	:	MS ; TRIPLE QUAD 5500 (AB Siex 製)
カラム	:	ACQUITY UPLC HSS C18 1.8 µm 2.1 mm i.d.×100 mm (Waters 製)
カラム温度	:	40 °C
移動相	:	移動相 A 0.1% 酢酸水溶液 移動相 B 0.1% 酢酸アセトニトリル溶液

グラジエント プログラム	時間 (分)	0.0	3.5	5.0	6.5	8.0
	移動相 A(%)	95	50	5	95	95
	移動相 B(%)	5	50	95	5	5

流量 : 0.20 mL/min

注入量 : 5 µL

保持時間の目安 : 約 6 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> )	
	:	フルキサピロキサド	379.95	247.90

8. 定量限界

0.005 ppm

9. 添加回収試験を実施した作物

小麦（玄麦）、はれいしょ、てんさい、りんご、なし、おうとう、もも、ネクタリン

10. 留意事項

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。