

トリフルミゾール試験法（畜産物（山羊、牛及び鶏））

1. 分析対象化合物

- ・トリフルミゾール及び塩基性条件下で2-アミノ-5-クロロベンゾフルオリド（代謝物FA-1-1）に変換される代謝物

2. 装置

高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ（GC-NPD）

3. 試薬、試液

FA-1-1	:	分析用標準品
ヘキサン、水酸化ナトリウム、 無水硫酸ナトリウム、塩化 メチレン、メタノール	:	特級
カラムクロマト管	:	内径2 mm、長さ1800mm
カラムクロマト用充填剤	:	5% SP-1000 100 ~ 120 mesh Supelcoport

4. 試験溶液の調製

1) 抽出及び誘導体化

均質化した試料25 gに20%水酸化ナトリウム溶液250 mL及びヘキサン200 mLを加え一晚（12～16時間）加熱還流する。

室温に冷却後、ヘキサン層を無水硫酸ナトリウム約15 gを含む濾紙でろ過する。無水硫酸ナトリウムをヘキサン50 mLで洗浄する。ろ液及び洗浄液を合わせて抽出液とし、これを30～35°Cで約5 mLになるまで濃縮する。

2) 精製

固相抽出カラム（例：Bond Elut SI）にヘキサン5～10 mLを負荷し、溶出液は捨てる。このカラムに1) で得られた抽出液を負荷し、溶出液は捨てる。容器を2回ヘキサンで洗浄し、洗浄液をカラムに負荷し、溶出液は捨てる。その後、ヘキサン/塩化メチレン/メタノール（1800：199：1）混合液2 mLをカラムに負荷し、溶出液を捨てる。同混合液6 mLをカラムに負荷し、溶出液を得る。これを30～35°Cで0.5 mLになるまで濃縮し、試験溶液とする。

5. 検量線の作成

代謝物FA-1-1標準品をヘキサンに溶解し、1～50 µg/mLの検量線標準液を調製して、それぞれGC-NPDに注入し、濃度に対するピーク強度で検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液をGC-NPD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

カラム	: 内径2 mm、長さ1800mmのパックドカラム (5% SP-1000 100~120 mesh Supelcoport)
カラム温度	: 150 °C
注入口温度	: 240 °C
注入方法	: オンカラム注入法
キャリアガス	: ヘリウム (40 cc/min)
検出器	: NPD (温度250 °C)
メイクアップガス	: 水素 (32 cc/min)
注入量	: 5 µL

8. 定量限界

代謝物FA-1-1として

牛 : 0.01 ppm

ヤギ : 0.02 ppm

鶏 : 0.025 ppm

9. 留意事項

- 試験の際は固相抽出カラムによる精製において、混合液2 mLの負荷による溶出液中に代謝物FA-1-1が溶出していないことを確認すること。
- 代謝物FA-1-1は揮発性が高いため、濃縮操作では溶液を乾固させないこと。

※ 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。