

テブフロキン分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

テブフロキン及びその代謝物(6-*tert*-ブチル-8-フルオロ-2,3-ジメチル-4(1*H*)-キノリン、本文中ではコード名「AF02-M1」と記載)

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

アセトニトリル、アセトン	: 残留農薬試験用
アセトニトリル	: LC/MS用
水	: PURELAB Flex Systemで精製した水 (Veolia Water Solutions & Technologies製)
ギ酸	: 試薬特級
テブフロキン	: 分析用標準品
AF02-M1	: 分析用標準品
その他の試薬	: 特級
C ₁₈ ミニカラム	: MEGA BE-C18, 1 g/6 mL(Agilent 製)

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

玄米

粉碎した試料 10 g に水 20 mL を[加え、2 時間放置する。これにアセトン 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 50 mL のアセトンで洗い、同様にろ過する。得られたろ液をあわせて、アセトンを加えて、正確に 200mL とする。その 1 mL (試料 0.0 5g 相当量) を採り、水 10 mL を添加後、40℃以下で濃縮し、アセトンを留去する。

2) 精製

C₁₈ミニカラムにアセトニトリル及び水を順次5 mLずつ注入し、抽出液は捨てる。このカラムに1) で得られた濃縮液を注入する。その後水及びアセトニトリル混液 (7 : 3, v/v) 10 mL でミニカラムを洗浄した後、水及びアセトニトリル混液 (3 : 7, v/v) 9 mL を流下し、溶出液を分取する。それに水及びアセトニトリル混液 (3 : 7, v/v) を加えて正確に10 mL とし、試験溶液とする。

5. 検量線の作成

テブフロキン及びAF02-M1標準品をアセトニトリルに溶解し、200 mg/L標準溶液を調製する。調製した各標準液を等量ずつ混合して、アセトニトリル及び水混液（7：3，v/v）を用いて数点（0.000025～0.001 mg/L）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)

カラム	:	ZORBAX Eclipse Plus C18, 1.8 μ m (2.1mm i.d, \times 100mm, Agilent製)
カラム温度	:	40 $^{\circ}$ C
移動相	:	0.3%ギ酸および0.3%ギ酸含有アセトニトリル溶液 (80：20, v/v) \Rightarrow (9分) \Rightarrow (15：85, v/v)
流量	:	0.3 mL/分
保持時間の目安	:	テブフロキン；7.4分、AF02-M1；4.6分
イオン化モード	:	ESI (+)
モニタリングイオン	:	

	プリカーサー イオン(m/z)	プロダクト イオン(m/z)
テブフロキン	290.2	248.2
AF02-M1	248.2	232.1

8. 定量限界

0.01 ppm

9. 添加回収を実施した食品

玄米

10. 留意事項

なし

※ 本分析法は、農作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ください。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用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の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。