

ベンゾベンジフルピル分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

ベンゾベンジフルピル

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	:	高速液体クロマトグラフ用、残留農薬試験用
イソヘキサン	:	分析用
氷酢酸	:	残留農薬試験用
メタノール	:	高速液体クロマトグラフ用
水	:	脱イオン水を Milli-Q System（Millipore 製）で精製したもの
ベンゾベンジフルピル	:	分析用標準品

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 水分含量の多い農作物試料の場合

試料10.0 gにアセトニトリル及び水（4：1）混液を加え、ホモジナイズした後、遠心分離したものを抽出液とする。なお、加えるアセトニトリル及び水（4：1）混液は、100 mLからサンプルの水分含量を差し引いた量とする（注）。

この抽出液から正確に2 mLを分取し、窒素ガス吹き付けにて溶媒を除去する。この残留物に1 mol/L塩酸溶液2 mLを加え、イソヘキサン2 mLで3回振とう抽出する。溶媒層を合わせ、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル及び水（1：1）混液2 mLを加えて溶かしたものを試験溶液とする。

注：各マトリックスの含水率（サンプル10 g中の水の総量）を見積もる。

（例）含水率90%のサンプル10 gの場合

$100\text{mL} - (10 \times 90/100) \text{ mL} = 91 \text{ mL}$ の抽出溶液を加える。

② 乾燥した農作物試料の場合

試料5.0 gに水25 mLを加え、30分間放置する。これにアセトニトリル及び水（4：1）混液を加え、ホモジナイズした後、遠心分離したものを抽出液とする。なお、加えるアセトニトリル及び水（4：1）混液は、100 mLからサンプルの水分含量を差し引いた量とする（1）①の注を参照）。

この抽出液から正確に5 mLを分取し、窒素ガス吹き付けにて溶媒を除去する。この残留物に1 mol/L塩酸溶液2 mLを加え、イソヘキサン2 mLで3回振とう抽出する。溶

媒層を合わせ、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル及び水（1：1）混液2 mLを加えて溶かしたものを試験溶液とする。

③ 大豆の場合

試料10.0 gにアセトニトリル及び水（1：1）混液を加え、ホモジナイズした後、遠心分離する。この残留物にアセトニトリル及び水（1：1）混液を加え、ホモジナイズし、上記と同様に遠心分離したものを抽出液とする。なお、アセトニトリル及び水（1：1）混液は、100 mLからサンプルの水分含量を差し引いた量とする（1）①の注を参照）。

この抽出液から正確に2 mLを分取し、窒素ガス吹き付けにて溶媒を除去する。この残留物に1 mol/Lの塩酸溶液2 mLを加え、イソヘキサン2 mLで3回振とう抽出する。溶媒層を合わせ、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル及び水（1：1）混液2 mLを加えて溶かしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ベンゾビンジフルピル標準品をアセトニトリルに溶解し、200 µg/mL 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 : Waters Acquity UPLC H-Class
Sciex API 4000 LC-MS/MS system

カラム : Atlantis T3
(5 µm、3 mm i.d.×100 mm、Waters 製)

カラム温度 : 40 °C

移動相 : 移動相 A ; メタノール
移動相 B ; 0.2% 酢酸溶液

グラジエント

(分)	0.0	2.5	4.5	8.9	9.0	11.5
移動相 A (%)	50	50	10	10	50	50
移動相 B (%)	50	50	90	90	50	50

流量 : 0.5 mL/min

注入量 : 40 µL

保持時間の目安 : 6.3 分

イオン化モード : ESI (negative)

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>)
ベンゾビンジ フルピル	396	91

8. 定量限界

0.01 ppm

9. 添加回収を実施した食品

小麦、大麦、ライ麦、とうもろこし、大豆、えんどう、らっかせい、ばれいしょ、さとうきび、トマ
マト、ピーマン、きゅうり、かぼちゃ、りんご、西洋なし、ぶどう、綿実及びなたね

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。