

フルオピコリド試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

フルオピコリド

2. 装置

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC/MS）又は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

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

フルオピコリド標準品 本品はフルオピコリド97%以上を含み、融点は150～154℃である。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

果実及び野菜の場合は試料20.0 gを量り採る。穀類、豆類及び種実類の場合は試料10.0 g、茶の場合は5.00 gにそれぞれ水20 mLを加え、2時間放置する。

これにアセトニトリル100 mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトニトリル50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせて、アセトニトリルを加えて正確に200 mLとする。

2) 精製

(1) グラファイトカーボン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（500 mg）にアセトニトリル5 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに1)で得られた抽出液（果実及び野菜の場合は5 mL、穀類、豆類及び種実類の場合は10 mL、茶の場合は20 mL）を注入した後、アセトン10 mLを注入する。全溶出液を合わせ水10 mLを加えて、40℃以下で約10 mLまで濃縮する。

(2) オクタデシルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（1,000 mg）にアセトニトリル及び水各5 mLを順次注入し、流出液は捨てる。このカラムに(1)で得られた溶液を注入した後、容器をアセトニトリル及び水（3：7）混液10 mLで洗い、洗液をカラムに注入し、流出液は捨てる。次いでアセトニトリル及び水（3：2）混液10 mLを注入し、溶出液にアセトニトリル及び水（3：2）混液を加えて正確に10 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

フルオピコリド標準品の0.0005～0.01 mg/Lを含むアセトニトリル及び水（3：2）混液の標準溶液を数点調製する。それぞれLC/MSの場合は10 µL、LC/MS/MSの場合は4 µLを注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液10 µLをLC/MSに、又は4 µLをLC/MS/MSに注入し、5の検量線でフルオピコリドの含量を求める。

7. 確認試験

LC/MS又はLC/MS/MSにより確認する。

8. 測定条件

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150 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（1：1）混液

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（*m/z*）：

1) LC/MSの場合 383

2) LC/MS/MSの場合 プリカーサーイオン383、プロダクトイオン173、109

注入量：

1) LC/MSの場合 10 µL

2) LC/MS/MSの場合 4 µL

保持時間の目安：10分

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

フルオピコリドを試料からアセトニトリルで抽出し、グラファイトカーボンミニカラム及びオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムで精製した後、LC/MS又はLC/MS/MSで測定及び確認する方法である。

2) 注意点

(1) 抽出時に試料と溶媒が均一に混和しない場合は、セライト約2gを加えると均一にホモジナイズすることが可能である。

(2) LC/MSによる農薬等の一斉試験法I（農産物）の適用については、ばれいしょ及び茶については適用できるが、オレンジには適用できないことを確認しており、事前に検証の上で一斉法を採用することは可能である。

11. 参考文献

なし

12. 類型

C