

メフェントリフルコナゾール分析法（畜産物）

1. 分析対象化合物

メフェントリフルコナゾール

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

メフェントリフルコナゾール	:	分析用標準品
メタノール、アセトニトリル、塩酸、水酸化ナトリウム、イソヘキサン、シクロヘキサン、ギ酸	:	特級またはそれに準じる等級
アセトニトリル	:	HPLC用
水	:	水道水を超純水製造装置で精製したもの

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 筋肉、肝臓、腎臓および全卵の場合

均一化した試料5.0 gにメタノール、水及び2 mol/L塩酸（14 : 5 : 1）100 mLを加え、ホモジナイザーを用いて均一化し、抽出液を得る。

② 乳および脂肪の場合

均一化した試料5.0 gにアセトニトリル100 mLおよびイソヘキサン40 mLを加え、ホモジナイザーを用いて均一化し、抽出液を得る。

2) 精製

① 筋肉、肝臓、腎臓および全卵の場合

抽出液10 mLを、遠心分離（4000 rpm、5分間）した後、上清1 mLに0.2 mol/L水酸化ナトリウム水溶液1 mLおよびシクロヘキサン5 mLを加え、15分間振とうした後、シクロヘキサン相を分取する。続いて、同様にシクロヘキサンを加えて振とうした後、シクロヘキサン相を分取する。シクロヘキサン相を合わせ、4 mLを分取し、窒素気流下で濃縮乾固する。これにメタノール0.5 mLおよび水0.5 mLを加えて試験溶液とする。

② 乳および脂肪の場合

抽出液10 mLを分取し、遠心分離（4000 rpm、5分間）した後、上清4 mLにイソヘキサン4 mLを加え、30分間振とうした後、アセトニトリル相を分取し、窒素気流下で濃縮乾固する。これにメタノール0.5 mL及び水0.5 mLを加えて試験溶液とする。

5. 検量線の作成

メフェントリフルコナゾール標準品10 mgを秤量してメタノールで溶解し、10 mLに定容して1000 µg/mLの標準溶液を調製する。調製した標準液をメタノールで希釈して適切な濃度の希釈標準液および検量線標準液を調製する。検量線標準液を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

装置 : HPLC ; Agilent 1100シリーズ (Agilent Technologies 製)

MS ; API 5000 (Applied Bio systems製)

カラム : Betasil C18 (2.1 mm i.d. × 100 mm、5 µm) (Thermo Scientific製)

カラム温度 : 30°C

注入量 : 100 µL

移動相 : A ; 0.1%ギ酸水溶液
B ; 0.1%ギ酸アセトニトリル溶液

流速 : 0.6 mL/min

グラジエント
条件

時間 (分)	移動相A (%)	移動相B (%)
0.0	80	20
3.5	15	85
3.6	1	99
5.4	1	99
5.5	80	20
7.0	80	20
9.0	80	20

保持時間の目安 : 4.0分

イオン化法 : ESI、Positive

測定法 : MRM

モニタリング
イオン

	プレカーサー イオン (m/z)	プロダクト イオン (m/z)
メフェントリフル コナゾール	398	182

8. 定量限界

0.01 mg/kg

9. 留意事項

なし

※ 本分析法は、畜産物における家畜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。