

## フェンキノトリオン分析法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

フェンキノトリオン

### 2. 装置

高速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、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（Veolia Water Solutions & Technologies, SaintMaurice）で精製した水
その他の試薬	: 特級
フェンキノトリオン	: 分析用標準品
1.0 mol/Lホウ酸緩衝液（pH9.8）	: ホウ酸 30.92 g を水 400 mL に溶解後、水酸化ナトリウム水溶液で pH9.8 に調整し、500 mL に定容したもの
ポリマー系ミニカラム	: InertSep PLS-2, 500 mg/6 mL（ジーエルサイエンス製）
SCX ミニカラム	: InertSep SCX, 1 g/6 mL（ジーエルサイエンス製）

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

均一化した試料 10 g に、1.0 mol/L ホウ酸緩衝液（pH9.8）及び水（1 : 4）混液 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 分間振とう抽出した後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物をアセトン 50 mL で洗浄し、同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトンを加えて正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 2 mL（試料 0.1 g 相当量）を分取し、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に酢酸及び水（1 : 100）混液 5 mL を加えて溶かす。

#### 2) 精製

##### ① ポリマー系ミニカラムによる精製

ポリマー系ミニカラムに、アセトニトリル及び酢酸（100 : 1）混液、酢酸及び水（1 : 100）混液を順次 5 mL ずつ注入し、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、酢酸及び水（1 : 100）混液 5 mL で容器内を洗浄し、ポリマー系ミニカラムに注入し、アセトニトリル、酢酸及び水（40 : 1 : 60）混液 5 mL で同様の操作を繰り返した後、1 分間吸引乾燥する。アセトニトリル及び酢酸（100 : 1）混液 10 mL で溶出する。

##### ② SCX ミニカラムによる精製

SCX ミニカラムをアセトニトリル及び酢酸（100 : 1）混液 5 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに①で得られた溶液を注入した後、アセトニトリル及び酢酸（100 : 1）混液 5 mL で容器内を 2 回洗浄してカラムに注入し、溶出液を合わせ、40℃以下で濃縮し、窒素気流下で溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル、ギ酸及び水（100 : 1 : 100）混液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

フェンキノトリオン標準品をアセトニトリルに溶解し 200 mg/L の溶液を調製する。さらにアセトニトリルで希釈し 10 mg/L の溶液を調製する。この溶液をアセトニトリル、ギ酸及び水 (100 : 1 : 100) 混液で希釈して数点調製し、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)

装置 Agilent 1290 HPLC  
Agilent 6460 Triple Quadrupole LC/MS

カラム : Luna 3  $\mu$  Phenyl-Hexyl、3  $\mu$ m、2.0 mm i.d.×100 mm  
(Phenomenex 製)

カラム温度 : 40°C

移動相 : 移動相 A : 0.5%ギ酸  
移動相 B : 0.5%ギ酸含有アセトニトリル

グラジエント : 60 : 40 (5 min) – 5 min – 10 : 90 (2 min)

時間 (分)	0.0	5.0	10.0	12.0
移動相 A	60	60	10	10
移動相 B	40	40	90	90

流量 : 0.2 mL/min

注入量 : 10  $\mu$ L

保持時間の目安 : フェンキノトリオン 9.8 分

イオン化モード : ESI (positive)

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> )
フェンキノトリオン	425.0	285.1

## 8. 定量限界

0.01ppm

## 9. 添加回収を実施した食品

玄米

## 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。