

フルカルバゾンナトリウム塩試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

フルカルバゾンナトリウム塩

2. 装置

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC/MS）

高速溶媒抽出（ASE）装置

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。

フルカルバゾンナトリウム塩標準品 本品はフルカルバゾンナトリウム塩99%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料1.00 gにケイソウ土4 gを混合し、これをASE装置の22 mL容抽出管（あらかじめろ紙とケイソウ土0.5 gを入れておく）に入れ、抽出溶媒として 0.05 mol/Lアンモニア水を用いてASE装置で抽出する。抽出条件は、温度70℃、圧力1,500 psi、サイクル回数3回、各5分間（フラッシュ容量60%）、パージ時間150秒とする。抽出物はケイソウ土 0.2 gを入れた容器に集める。

2) 精製

抽出物に酢酸0.5 mLを加え、これをオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（1,000 mg）に注入し、流出液は捨てる。さらに、0.1%酢酸5 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル及び0.1%酢酸（3：1）混液5 mLを注入し、溶出液を採る。

これに 0.1%酢酸を加えて10 mLとし、エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラム（500 mg）に注入し、流出液は捨てる。さらに、0.1%酢酸5 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、0.5 mol/Lアンモニア水5 mLを注入し、溶出液を採る。これに測定の前直前に酢酸 0.15 mLを加え、水を加えて正確に6 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

フルカルバゾンナトリウム塩標準品を一定濃度含む溶液を数点調製し、それぞれ200 µLをLC/MSに注入し、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200 μ LをLC/MSに注入し、5の検量線でフルカルバズンナトリウム塩の含量を求める。

7. 確認試験

LC/MSにより確認する。

8. 測定条件

LC/MS

カラム：オクチルシリル化シリカゲル（粒径 3.5 μ m）内径4.6 mm、長さ150 mm

移動相：0.1%ギ酸及びメタノール混液（68：32）から（35：65）までの濃度勾配を10分間で行い、さらに（5：95）までの濃度勾配を0.5分間で行い、そのまま3分間保持する。

主なイオン (m/z)：ESI（-） 395、381

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

フルカルバズンナトリウム塩を試料からASE装置（抽出溶媒は 0.05 mol/Lアンモニア水）を用いて抽出し、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム及びエチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラムで精製した後、LC/MSで測定及び確認する方法である。

2) 注意点

- (1) 本法は小麦を対象とした試験法である。類型に示した文献は、安定同位体を用いた内部標準法を採用しており、タンデム型質量分析計（LC/MS/MS）で測定する方法である。また、代謝物（*N*-脱メチルフルカルバズン）も対象とした分析法である。
- (2) ルカルバズンナトリウム塩は、中性～塩基性溶液中では安定であるが、酸性溶液中では不安定である。溶解度は、水：44 g/L，アセトニトリル：6.4 g/Lである。

11. 参考文献

なし

12. 類型

D（Lee, P.W. et.al. ed., Handbook of Residue Analytical Methods for Agrochemicals Volume 1, p489-497, John Wiley & Sons Ltd. (2003)）