

## I. 個別分析法

### フルオピコリドの測定方法

#### (1) 装置

液体クロマトグラフタンデム質量分析計を用いる

#### (2) 試薬試液

アセトニトリル、: 残留農薬試験用及びLC/MS用

水: 蒸留水又は精製水

蟻酸: 試薬特級

フルオピコリド標準品

#### (3) 試験溶液の調製

試料2mLを水/アセトニトリル/蟻酸(100/10/0.1(v/v/v))で希釈し20mLに定容し試験溶液とする。

#### (4) 液体クロマトグラフタンデム質量分析計の操作条件

カラム: シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを内径2~2.1 mm、長さ7.5~15 cmのステンレス管に充てんしたもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

カラム温度: 40°C

溶離液: アセトニトリル/水/蟻酸(550/450/0.1(v/v/v))

流量: フルオピコリドが4~6分で流出するように流速を調整する。

イオン化モード: ESI(+)

イオン検出法: MRM法

モニタリングイオン ( $m/z$ ): プレカーサーイオン383、プロダクトイオン 173

感度: フルオピコリドの0.02 ngが十分確認できるように感度を調整する。

#### (5) 検量線の作成

フルオピコリド標準品より1000 mg/Lのアセトニトリル溶液を調製し、この溶液を水/アセトニトリル/蟻酸(100/10/0.1(v/v/v))で希釈して0.01~0.1mg/L溶液を数点調製し、それぞれ2 $\mu$ Lずつ液体クロマトグラフタンデム質量分析計に注入し、ピーク面積を測定し検量線を作成する。

#### (6) 定量試験

試験溶液2 $\mu$ Lを液体クロマトグラフタンデム質量分析計に注入し、(5)の検量線によりフルオピコリドの重量を求め、試料中の濃度を算出する。