

スルホキサフロル分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

- ・スルホキサフロル（各異性体の和）

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

スルホキサフロル	:	分析用標準品
アセトニトリル	:	LC/MS 用、残留農薬試験用
アセトン	:	残留農薬試験用
水	:	PURELAB Flex System（Veolia Water Solutions & Technologies 製）で精製したもの
その他の試薬	:	特級
C ₁₈ ミニカラム	:	Intersep C18-C、1 g/6 mL（ジーエルサイエンス製）
PSA ミニカラム	:	Intersep Slim-J、500 mg（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 20 g にアセトニトリル及び水（4 : 1, v/v）混液 100 mL を加え、60 分間振とうした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を 50 mL の同混液で洗い、同様にろ過する。得られたろ液を合わせて、同混液で正確に 200 mL とする。そのうちの 2 mL を取り、2%（v/v）ジエチレングリコール含有アセトン溶液 0.5 mL を添加し、40°C 以下で減圧濃縮する。

2) 誘導体化、加水分解など

1) で得た濃縮液に 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 4 mL を加えて混合し、密栓して 50 °C で 30 分加水分解する。室温で放冷後、反応液に 0.25%（v/v）ギ酸溶液 1 mL を加え混合する。10 mg/mL（w/v）グルコシダーゼ水溶液 2 mL を加えて混合し、密栓して 50°C で 90 分加水分解し、室温で放冷する。

3) 精製

C₁₈ ミニカラム及び PSA ミニカラムの連結カラムによる精製

C₁₈ ミニカラムにアセトニトリル 5 mL 及び水 10 mL を順次注入し、流出液は捨てる。PSA ミニカラムにアセトニトリル 5 mL、水及びアセトニトリル（3 : 2, v/v）混液 5 mL を順次注入し、流出液は捨てる。4. 2) で得た溶液を C₁₈ ミニカラムに注入して流出液は捨てる。水及びアセトニトリル(9:

1, v/v) 混液 10 mL で容器を洗浄し、洗浄液も C₁₈ ミニカラムに注入して、流出液は捨てる。C₁₈ ミニカラムの溶出口に PSA ミニカラムを連結し、水及びアセトニトリル (3 : 2, v/v) 混液 8 mL を注入し、溶出液を回収する。同混液で 10 mL に定容し、試験溶液とする。

5. 検量線の作成

スルホキサフロル標準品をアセトニトリルに溶解し、10 µg/mL の標準原液を調製する。調製した標準原液をアセトニトリルで希釈して検量線用の標準液を数点調製し、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	:	HPLC ; 1200 HPLC (Agilent Technologies 製)																		
	:	MS ; 6410 Triple Quad (Agilent Technologies 製)																		
カラム	:	Synergi Hydro-RP 8A、粒径 ; 4 µm、2.0 mm i.d.×150 mm (Phenomenex 製)																		
カラム温度	:	40 °C																		
移動相	:	移動相 A ; 0.1%酢酸 移動相 B ; 0.1%酢酸含有アセトニトリル (v/v)																		
グラジエントプログラム	:	<table border="1"> <thead> <tr> <th>時間(分)</th> <th>0.0</th> <th>0.5</th> <th>13.0</th> <th>17.0</th> <th>STOP</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>移動相 A(%)</td> <td>90</td> <td>90</td> <td>5</td> <td>5</td> <td>90</td> </tr> <tr> <td>移動相 B(%)</td> <td>10</td> <td>10</td> <td>95</td> <td>95</td> <td>10</td> </tr> </tbody> </table>	時間(分)	0.0	0.5	13.0	17.0	STOP	移動相 A(%)	90	90	5	5	90	移動相 B(%)	10	10	95	95	10
時間(分)	0.0	0.5	13.0	17.0	STOP															
移動相 A(%)	90	90	5	5	90															
移動相 B(%)	10	10	95	95	10															
流量	:	0.2 mL/min																		
注入量	:	10 µL																		
保持時間の目安	:	スルホキサフロル ; 9.6 分																		
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	:	<table border="1"> <thead> <tr> <th></th> <th>プリカーサーイオン (m/z)</th> <th>プロダクトイオン (m/z)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>スルホキサフロル</td> <td>278.1</td> <td>174.2</td> </tr> </tbody> </table>		プリカーサーイオン (m/z)	プロダクトイオン (m/z)	スルホキサフロル	278.1	174.2												
	プリカーサーイオン (m/z)	プロダクトイオン (m/z)																		
スルホキサフロル	278.1	174.2																		

8. 定量限界

0.01 ppm

9. 添加回収試験を実施した食品

ほうれんそう

10. 注意事項

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。