

ピロキサスルホン分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

- ・ピロキサスルホン

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

- ピロキサスルホン標準品 : 分析用標準品
アセトニトリル、*n*-ヘキサン、塩化ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、無水硫酸ナトリウム
水 : 精製水またはHPLC用
グラファイトカーボンカラム : Envi-Carb（12 mL/1 g）（SUPELCO製）

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料15 gに水40 mLを加え、15分間放置し、さらにアセトニトリル120 mLを加え、よく混和した後室温で一晩静置する。30分間振とうした後、15分間超音波破碎し、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトニトリル及び水（3：1）混液70 mLを加え、同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、120 mL *n*-ヘキサンを加え液液分配し、*n*-ヘキサン層を捨てる。水層を回収しアセトニトリル及び水（3：1）混液を加え正確に240 mLとする。この溶液から正確に160 mLを分取して35°Cで濃縮し、アセトニトリルを除去する。さらに、この残留物に*n*-ヘキサン50 mLを加え、飽和塩化ナトリウム5 mLと0.5 M炭酸水素ナトリウム20 mLを加え液液分配する。ヘキサン層を回収し、無水硫酸ナトリウムで脱水後、約30°Cで濃縮し、溶媒除去する。この残留物をアセトニトリル10 mLに転溶する。

2) 精製

グラファイトカーボンカラムにアセトニトリルを12 mL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20 mLを注入し、溶出液をすべて採取する。溶出液を濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に正確にアセトニトリル及び水（1：1）混液5 mLを加えて溶かし、これを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ピロキサスルホン標準品をアセトニトリルに溶解し、1.0 mg/Lの標準溶液を調製する。調整した標準液をアセトニトリル及び水（1：1）混液で希釈して数点の溶液を調製し、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 ; 1100シリーズ (Agilent Technologies製)
MS ; API3000 (SCIEX製)

カラム : MONITOR C18
2 mm i.d.×150 mm、粒径 ; 5 μm、100A (Michrom Bioresources製)

カラム温度 : 25 °C

移動相 : 移動相A ; 0.05%ギ酸
移動相B ; 0.05%ギ酸メタノール溶液

グラジエントプログラム

| 時間 (分) | 0 | 20 | 25 | 27 | 35 |
|----------|----|-----|-----|----|----|
| 移動相A (%) | 95 | 0 | 0 | 95 | 95 |
| 移動相B (%) | 5 | 100 | 100 | 5 | 5 |

流量 : 0.25 mL/min

注入量 : 10 μL

保持時間の目安 : 16分

イオン化法 : ESI (+)

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 (m/z) | プロダクトイオン (m/z) |
|----------|-----------------|----------------|
| ピロキサスルホン | 392 | 229 |

8. 定量限界

0.005 mg/kg

9. 添加回収試験を実施した食品

とうもろこし

10. 留意事項

特になし

※ 本分析法は、畜産物における残留試験等において用いられた残留農薬等分析法であり、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。