

## ジクロベンチアゾクス分析法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

- ・ジクロベンチアゾクス

### 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

- ジクロベンチアゾクス : 分析用標準品  
標準品  
アセトニトリル : 残留農薬試験用またはLC-MS用  
水 : 脱イオン水を限外ろ過膜で精製したもの  
酢酸 : 特級  
C<sub>18</sub>ミニカラム : InertSep C18-B 充てん量1 g  
(ジーエルサイエンス製)

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

試料10 gにアセトニトリル及び水（9：1）混液100 mLを加え、20分間放置する。超高速回転破碎機で1分間混合粉碎し、30分間振とう抽出した後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に同混液50 mLを加え、同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、同混液を加えて正確に200 mLとする。この溶液から正確に20 mLを分取して40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に水及びアセトニトリル（4：1）混液4 mLを加えて溶かす。

#### 2) 精製

C<sub>18</sub>ミニカラムにアセトニトリル及び水を各5 mLずつ順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに1) で得られた溶液を注入した後、水及びアセトニトリル（4：1）混液4 mL、水及びアセトニトリル（3：2）混液8 mLを順次注入し、流出液は捨てる。アセトニトリル10 mLを注入し、溶出液をアセトニトリルで正確に10 mLとする。この溶液から正確に1 mLを分取してアセトニトリルを加えて正確に20 mLとし、これを試験溶液とする。

### 5. 検量線の作成

ジクロベンチアゾクス標準品をアセトニトリルに溶解し、500 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 ; LC-30ADシリーズ (島津製作所製)  
MS ; Triple Quad 4500 (AB SCIEX製)

カラム : ACQUITY UPLC HSS T3  
粒径 ; 1.8  $\mu$ m、2.1 mm i.d.  $\times$  5 cm (Waters製)

カラム温度 : 40  $^{\circ}$ C

移動相 : 移動相A ; 水及び酢酸 (1,000 : 1) 溶液  
移動相B ; アセトニトリル及び酢酸 (1,000 : 1) 溶液

グラジエントプログラム

時間 (分)	0	1	10	12
移動相A (%)	90	90	20	20
移動相B (%)	10	10	80	80

流量 : 0.25 mL/min

注入量 : 10  $\mu$ L

保持時間の目安 : 8.4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 ( $m/z$ )
ジクロベンチアゾクス	348.8	165.9

8. 定量限界

0.01 mg/kg

9. 添加回収試験を実施した食品

玄米

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。