

フェノキサスルホン分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

フェノキサスルホン

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

| | |
|---|--|
| アセトン、メタノール、酢酸エチル、 <i>n</i> -ヘキサン、アセトニトリル | : 残留農薬試験用 |
| メタノール | : LC-MS 用 |
| 水 | : 脱イオン水を Milli-Q System (Millopore 製) で精製したもの |
| フェノキサスルホン | : 分析用標準品 |
| C ₁₈ ミニカラム | : InertSep C ₁₈ -C 1 g / 6 mL (ジーエルサイエンス製) |
| グラファイトカーボン/NH ₂ 積層ミニカラム | : ENVI-Carb / LC-NH ₂ (0.5 g / 0.5 g) 6 mL (SUPELCO 製) |
| シリカゲルミニカラム | : Sep-Pak シリカカートリッジ プラス (Waters 製) |

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料 10 g に水 20 mL を加え、2 時間放置する。これにアセトン 100 mL を加え、振とう抽出した後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン 50 mL を加え、同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトンを加えて正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 40 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 5 mL を加えて溶かす。

2) 精製

① C₁₈ ミニカラムによる精製

C₁₈ ミニカラムにメタノール及び水を各 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、水及びメタノール (2 : 3) 混液 10 mL 注入し、流出液は捨てる。1 分間吸引乾燥した後、水及びメタノール (1 : 4) 混液 10 mL を注入し、溶出液を 40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に酢酸エチル 5 mL を加えて溶かす。

② グラファイトカーボン/NH₂ ミニカラムによる精製

グラファイトカーボン/NH₂ ミニカラムに酢酸エチル 5 mL を注入し、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、次いで、酢酸エチル 5 mL で容器を 3 回洗浄し各洗浄液を注入する。全ての溶出液を合わせて 40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に *n*-ヘキサン 5 mL を加えて溶かす。

③ シリカゲルミニカラムによる精製

シリカゲルミニカラムに *n*-ヘキサン 5 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに②で得られた溶液を注入した後、*n*-ヘキサン 5 mL で容器を洗浄し、洗浄液を注入し、流出液は捨てる。さらに、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン (1 : 19) 混液 10 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン (1 : 4) 混液 10 mL を注入し、流出液を 40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトニトリル及び水 (1 : 1) 混液 10~50 mL に溶かしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

フェノキサスルホン標準品をアセトニトリルに溶解し、200 mg/L の標準溶液を調製する。調製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 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 | Agilent 1290 HPLC Agilent 6460 Triple Quadrupole LC-MS | |
| カラム | : Cadenza CD-C18 3 µm、2.0 mm i.d.×7.5 cm (Imtakt 製) | |
| カラム温度 | : 40 °C | |
| 移動相 | : 5 mmol/L 酢酸アンモニウム / メタノール (3 : 7) | |
| 流量 | : 0.2 mL/min | |
| 注入量 | : 5 µL | |
| 保持時間の目安 | : フェノキサスルホン 3.5 分 | |
| イオン化法 | : ESI (Positive) | |
| 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 (<i>m/z</i>)</th><th>プロダクトイオン (<i>m/z</i>)</th></tr></thead><tbody><tr><td>フェノキサスルホン</td><td>383.1</td><td>175.0</td></tr></tbody></table> | | プリカーサーイオン (<i>m/z</i>) | プロダクトイオン (<i>m/z</i>) | フェノキサスルホン | 383.1 | 175.0 |
|-----------|-----------------------------|--|--|-----------------------------|----------------------------|-----------|-------|-------|
| | プリカーサーイオン (<i>m/z</i>) | プロダクトイオン (<i>m/z</i>) | | | | | | |
| フェノキサスルホン | 383.1 | 175.0 | | | | | | |

8. 定量限界

0.01 ppm

9. 添加回収を実施した食品

玄米

10. 留意事項
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。