

セトキシジム試験法（畜産物）

1. 分析対象化合物

- ・セトキシジム
- ・2-[1-(エトキシイミノ)ブチル]-5-[2-(エチルスルフィニル)プロピル]-3-ヒドロキシシクロヘキサ-2-エン-1-オン (MSO)
- ・2-[1-(エトキシイミノ)ブチル]-5-[2-(エチルスルフィニル)プロピル]-3-ヒドロキシシクロヘキサ-2-エン-1-オン (MSO₂)
- ・6-[2-(エチルチオ)プロピル]-4-オキソ-2-プロピル-4,5,6,7-テトラヒドロベンゾオキサゾール (M2S)
- ・6-[2-(エチルスルフィニル)プロピル]-4-オキソ-2-プロピル-4,5,6,7-テトラヒドロベンゾオキサゾール (M2SO)
- ・6-[2-(エチルスルフィニル)プロピル]-4-オキソ-2-プロピル-4,5,6,7-テトラヒドロベンゾオキサゾール (M2SO₂)
- ・2-[1-(エトキシイミノ)ブチル]-5-[2-(エチルスルフィニル)プロピル]-3,5-ジヒドロキシシクロヘキサ-2-エン-1-オン
- ・2-[1-(エトキシイミノ)ブチル]-5-[2-(エチルスルフォニル)プロピル]-3,5-ジヒドロキシシクロヘキサ-2-エン-1-オン
- ・6-[2-(エチルスルフィニル)プロピル]-4-オキソ-6-ヒドロキシ-2-プロピル-4,5,6,7-テトラヒドロベンゾオキサゾール
- ・2-[1-(エトキシイミノ)ブチル]-5-[2-(メチルスルフィニル)プロピル]-3-ヒドロキシシクロヘキサ-2-エン-1-オン
- ・2-[1-(エトキシイミノ)ブチル]-5-[2-(メチルスルフォニル)-プロピル]-3-ヒドロキシシクロヘキサ-2-エン-1-オン

2. 装置

ガスクロマトグラフ (GC)

3. 試薬、試液

| | | |
|--------------------|---|---|
| メタノール | : | 蒸留グレード |
| アセトン | : | 蒸留グレード |
| n-ヘキサン | : | 蒸留グレード |
| i-オクタン | : | 蒸留グレード |
| ジクロロメタン (DCM) | : | 蒸留グレード |
| プロパノール | : | 蒸留グレード |
| メタノール・1N塩酸 濃縮塩酸 | | |
| 2 mol/L 水酸化ナトリウム | : | |
| 30%過酸化水素 | : | Merck Darmstadt |
| シリカゲルカラム | : | MN-60, 0.1-0.1 mm/70-130 mesh ASTM、Macherey u. Nagel |
| 水酸化バリウム | : | Merck Darmstadt |

| | | |
|------------|---|-----------------|
| メタ重亜硫酸カリウム | : | Merck Darmstadt |
| 炭酸水素ナトリウム | : | Merck Darmstadt |
| 水酸化カルシウム | : | Merck Darmstadt |
| 塩化ナトリウム | : | Merck Darmstadt |
| 100%酢酸 | : | Merck Darmstadt |

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

各試料50 g (又は採取可能な限り) にメタノール300 mL (乳と卵の場合はメタノール500 mL) を加え、吸引ろ過する。ろ過残留物をメタノール50 mL (鶏の組織: 25 mL) で洗浄し、メタノールを除去し、水を加えて正確に200 mLとする。

2) 誘導体化、加水分解など

1) で得られた試料にメタノール100 mLを加え、水酸化カルシウム10 gを加えて正確に300 mLとし、振とうした後、30分静置し、吸引ろ過する。各ろ過残留物を水/メタノール (2:1) 混液25 mLで洗浄する。ろ液を5 mL濃縮塩酸で酸性にし、塩化ナトリウム50 gを加えて振とうした後、ジクロロメタン100 mLで3回抽出して、蒸発乾固する。1%水酸化バリウム100 mLを加えてから30%過酸化水素水10 mLを加えて還流する。10分後に過酸化水素水10 mLを加えてさらに15分還流を行う。1 mol/L塩酸を用いて、中性に調節し、メタ重亜硫酸カリウムを加え、酸化体が存在しないことを確認する。その後、酢酸5 mLを加え、蒸発乾固する。残留物を2 mol/L塩酸・メタノール溶液 (無水) 100 mLに溶解し、30分還流する。水100 mLを加え、ジクロロメタン100 mLで2回抽出する。ジクロロメタン層を飽和炭酸水素ナトリウム溶液50 mLで洗い、ろ過し、シリカゲル2 gを加えて蒸発乾固する。

3) 精製

2) で得られたシリカゲル粉末を*n*-ヘキサン: アセトン (17:3) 混液150 mLで前処理し、溶出する。約5 mLに濃縮し、蒸発乾固した後、アセトン1 mLを加え、5 μ LをGC分析に用いる。

5. 検量線の作成

結果は、ピーク面積法及び検量線から得る。未処理対照の背景値を差し引いた後、結果の値は変換係数を用いて修正する。

6. 定量

試料をHPLCで分画した後、GCで定量する。

7. 測定条件

| | |
|-------------|------------------------------|
| ガラスカラム | : 2.5 mm i.d.、900 mm長 |
| 充填剤 | : 3% OV-17、100-120 mesh |
| 注入温度 | : 250 °C |
| オープン温度 | : 200 °C |
| 検出温度 | : 170 °C |
| キャリアガス | : 窒素50 mL/分 |
| 検出ガス | : 水素150 mL、大気150 mL、酸素15 mL |
| チャート速度 | : 0.5 cm/min |
| Attenuation | : 8×10^4 |
| 保持時間 | : 代謝物DME 2.8分、代謝物OH-DME 3.4分 |

8. 定量限界

乳0.01 mg/kg、その他組織0.05 mg/kg

9. 留意事項

なし

10. 備考

親、MSO、MSO₂、M2S、M2SO、M2SO₂がDMEに変換され、2-[1-(エトキシイミノ)ブチル]-5-[2-(エチルスルフィニル)プロピル]-3,5-ジヒドロキシシクロヘキサ-2-エン-1-オン、2-[1-(エトキシイミノ)ブチル]-5-[2-(エチルスルフォニル)プロピル]-3,5-ジヒドロキシシクロヘキサ-2-エン-1-オン、6-[2-(エチルスルフィニル)プロピル]-4-オキソ-6-ヒドロキシ-2-プロピル-4,5,6,7-テトラヒドロベンゾオキサゾールがOH-DMEに変換、2-[1-(エトキシイミノ)ブチル]-5-[2-(メチルスルフィニル)プロピル]-3-ヒドロキシシクロヘキサ-2-エン-1-オン、2-[1-(エトキシイミノ)ブチル]-5-[2-(メチルスルフォニル)-プロピル]-3-ヒドロキシシクロヘキサ-2-エン-1-オンがNOR-DMEに変換される物質

※ 本分析法は、農作物及び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。