

セダキサン分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

セダキサン

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

アセトニトリル、メタノール、水、	: 高速液体クロマトグラフ用
イソヘキサン	: 分析用
アセトニトリル	: LC/MS 用
その他の試薬類	: 特級
セダキサン	: 分析用標準品
ジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン	: Oasis HLB（60 mg/3 mL）Waters 製

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

穀物、果樹、野菜の場合

試料 10.0 g にアセトニトリル及び水（4：1）混液を加え、ホモジナイズした後、遠心分離する。なお、加えるアセトニトリル及び水（4：1）混液は、100 mL からサンプルの水分含量を差し引いた量とする（注）。

この抽出液から正確に 1.0 mL を分取し、水 9 mL を加える。

注：各マトリックスの含水率（サンプル 10 g 中の水の総量）を見積もる。

（例）含水率 90%のサンプル 10 g の場合

$100 \text{ mL} - (10 \times 90/100) \text{ mL} = 91 \text{ mL}$ の抽出溶液を加える。

2) 精製

ジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（60 mg）にメタノール及び水各 2 mL を順次注入し、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 1 mL、イソヘキサン 2 mL を順次注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル 1.25 mL を注入する。溶出液に水 1.25 mL を加えたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

セダキサン標準品をメタノールに溶解し、200 $\mu\text{g/mL}$ の標準溶液を調製する。調製した標準液をメタノー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)

機器 : Agilent 1200 HPLC system
Sciex API 4000 LC-MS/MS system
カラム : Luna C18(2)
(5 μm 、2.0 mm i.d.×150 mm、Phenomenex 製)
カラム温度 : 40 $^{\circ}\text{C}$
移動相 : 移動相 A ; 0.05% 酢酸含有メタノール溶液
移動相 B ; 0.05% 酢酸溶液

グラジエント

(分)	0.0	6.0	9.0	9.1	12.0
移動相 A (%)	40	90	90	40	40
移動相 B (%)	60	10	10	60	60

流量 : 0.4 mL/min
注入量 : 20 μL
保持時間の目安 : セダキサン trans 異性体 ; 6.6 分
セダキサン cis 異性体 ; 6.9 分

イオン化モード : ESI (positive)

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)
セダキサン	332	159

8. 定量限界

セダキサン 0.01 ppm (トランス体 : 0.005ppm、シス体 : 0.005ppm の総和)

9. 添加回収を実施した食品

小麦、にんじん、ほうれんそう、ばれいしょ、トマト、オレンジ、なたね及びレンズ豆

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。