

イオドスルフロンメチル、エタメツルフロンメチル、エトキシスルフロン、シノスルフロ
ン、スルホスルフロン、トリアスルフロン、ニコスルフロン、ピラゾスルフロンエチル、
プリミスルフロンメチル、プロスルフロン及びリムスルフロン試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

農薬等の成分である物質	分析対象化合物
イオドスルフロンメチル	イオドスルフロンメチル及びイオドスルフロ ンメチルナトリウム塩
エタメツルフロンメチル	エタメツルフロンメチル
エトキシスルフロン	エトキシスルフロン
シノスルフロン	シノスルフロン
スルホスルフロン	スルホスルフロン
トリアスルフロン	トリアスルフロン
ニコスルフロン	ニコスルフロン
ピラゾスルフロンエチル	ピラゾスルフロンエチル
プリミスルフロンメチル	プリミスルフロンメチル
プロスルフロン	プロスルフロン
リムスルフロン	リムスルフロン

2. 装置

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC/MS）

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

酸性アルミナミニカラム（1,710 mg） 内径9～10 mmのポリエチレン製のカラム管に、酸
性アルミナ1,710 mgを充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

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（500 mg） 内径12～13 mm
のポリエチレン製のカラム管に、ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体500 mgを
充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

イオドスルフロンメチル標準品 本品はイオドスルフロンメチルナトリウム塩92%以上
を含み、融点は152℃である。

エタメツルフロンメチル標準品 本品はエタメツルフロンメチル98%以上を含み、融点
は194℃である。

エトキシスルフロンの標準品 本品はエトキシスルフロンの97%以上を含み、融点は144～147℃である。

シノスルフロンの標準品 本品はシノスルフロンの97%以上を含み、融点は127～135℃である。

スルホスルフロンの標準品 本品はスルホスルフロンの98%以上を含み、融点は201～202℃である。

トリアスルフロンの標準品 本品はトリアスルフロンの97%以上を含み、融点は178℃である。

ニコスルフロンの標準品 本品はニコスルフロンの98%以上を含み、融点は169～172℃である。

ピラズスルフロンのエチル標準品 本品はピラズスルフロンのエチル98%以上を含み、融点は178～180℃である。

プリミスルフロンのメチル標準品 本品はプリミスルフロンのメチル99%以上を含み、融点は195～197℃である。

プロスルフロンの標準品 本品はプロスルフロンの98%以上を含み、融点は155℃である。

リムスルフロンの標準品 本品はリムスルフロンの99%以上を含み、融点は172～173℃である。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

穀類、豆類及び種実類の場合は試料10.0 gを量り採り、水30 mLを加え、2時間放置する。果実、野菜及びハーブの場合は試料20.0 gを量り採る。

これにアセトン100 mLを加え、60分間（果実、野菜及びハーブの場合は30分間）振とうした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、アセトン50 mLを加え、洗いこみ、上記と同様にろ過する。ろ液を合わせ、40℃以下で約30 mLに濃縮する。

これに10%塩化ナトリウム溶液100 mL及び1 mol/L塩酸10 mLを加え、酢酸エチル50 mLずつで2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、*n*-ヘキサン100 mLを加え、2%リン酸水素二カリウム溶液50 mLずつで2回振とう抽出する。この抽出液に塩化ナトリウム10 g及び6 mol/L塩酸3 mLを加え、酢酸エチル50 mLずつで2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトンを加えて溶かし、正確に10 mL（果実、野菜及びハーブの場合は20 mL）とする。

2) 精製

(1) 酸性アルミナカラムクロマトグラフィー

酸性アルミナミニカラム (1,710 mg) にアセトニトリル10 mL及びアセトン10 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに1) で得られた溶液の2 mLを注入した後、流出

液は捨てる。さらに、アセトン8 mL及びアセトニトリル20 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル及び水（9：1）混液10 mLを注入する。溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に水10 mLを加えて溶かす。

(2) ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体カラムクロマトグラフィー

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（500 mg）にメタノール10 mL及び水10 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、流出液は捨てる。さらに、水及びメタノール（4：1）混液10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、メタノール15 mLを注入し、溶出液を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）混液に溶解し、正確に1 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

イオドスルフロンのメチル、エタメツルフロンのメチル、エトキシスルフロンの、シノスルフロンの、スルホスルフロンの、トリアスルフロンの、ニコスルフロンの、ピラゾスルフロンのエチル、プリミスルフロンのメチル、プロスルフロンの及びリムスルフロンの各標準品の0.02～0.4 mg/Lアセトニトリル及び水（1：1）混液混合溶液を数点調製し、それぞれ4 µLをLC/MSに注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液4 µLをLC/MSに注入し、5の検量線でイオドスルフロンのメチル、エタメツルフロンのメチル、エトキシスルフロンの、シノスルフロンの、スルホスルフロンの、トリアスルフロンの、ニコスルフロンの、ピラゾスルフロンのエチル、プリミスルフロンのメチル、プロスルフロンの及びリムスルフロンの含量を求める。

イオドスルフロンのメチルにあつては、係数0.96を乗じてナトリウム塩からイオドスルフロンのメチルへの換算を行う。

7. 確認試験

LC/MSにより確認する。

8. 測定条件

LC/MS

1) エタメツルフロンのメチル、エトキシスルフロンの、シノスルフロンの、スルホスルフロンの、トリアスルフロンの、ニコスルフロンの、ピラゾスルフロンのエチル、プリミスルフロンのメチル及びリムスルフロンの場合

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径5 µm） 内径 2～3mm、長さ150 mm

カラム温度：40℃

移動相：1%ギ酸からアセトニトリル及び1%ギ酸（19：1）混液までの濃度勾配を20分間で行う。

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（ m/z ）：エタメツルフロンメチル及びニコスルフロン；411、エトキシスルフロン；399、シノスルフロン；414、スルホスルフロン；471、トリアスルフロン；402、ピラゾスルフロンエチル；415、プリミスルフロンメチル；469、リムスルフロン；432
保持時間の目安：プリミスルフロンメチル20分

2) イオドスルフロンメチル及びプロスルフロンの場合

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径5 μm ）内径2～3 mm、長さ150 mm

カラム温度：40℃

移動相：1%ギ酸からアセトニトリル及び1%ギ酸（19：1）混液までの濃度勾配を20分間で行う。

イオン化モード：ESI（-）

主なイオン（ m/z ）：イオドスルフロンメチル；506、プロスルフロン；418

保持時間の目安：プロスルフロン 19.5分

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

イオドスルフロンメチル、エタメツルフロンメチル、エトキシスルフロン、シノスルフロン、スルホスルフロン、トリアスルフロン、ニコスルフロン、ピラゾスルフロンエチル、プリミスルフロンメチル、プロスルフロン及びリムスルフロンを試料からアセトンで抽出し、酸性下で酢酸エチルに転溶し、リン酸水素二カリウム溶液で逆抽出する。これを再び酸性下で酢酸エチルに転溶し、酸性アルミナミニカラム及びジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラムで精製した後、LC/MSで測定し、確認する方法である。

2) 注意点

- (1) プリミスルフロンメチルについては、リン酸水素二カリウム溶液での逆抽出において、抽出率がやや低いので、注意が必要である。
- (2) 本測定条件における各農薬の保持時間は16～21分である。
- (3) 試料によっては妨害ピークが重なる場合がある。その場合は、長さ250 mmのカラムを使用するとよい。

11. 参考文献

- 1) 厚生労働省告示第94号「アジムスルフロン、ハロスルフロンメチル及びフラザスルフロン試験法」(平成14年3月13日)
- 2) 環境省告示第13号「エトキシスルフロン試験法」(平成10年4月24日)
- 3) 環境省告示第35号「シノスルフロン試験法」(平成2年4月10日)
- 4) 環境省告示第88号「ピラゾスルフロンエチル試験法」(平成元年11月16日)

12. 類型

C