

ジクロロメゾチアズ分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

ジクロロメゾチアズ

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

ジクロロメゾチアズ	:	分析用標準品
アセトニトリル、メタノール、ギ酸	:	LC/MS用
1 mol/L ギ酸アンモニウム溶液	:	HPLC用
水	:	脱イオン水を Milli-Q System (Millipore製) で精製したもの
C ₁₈ ミニカラム	:	Bond Elut C ₁₈ 、1 g/6 mL (Agilent製)

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

均一化した試料20 gにアセトニトリル及び水（9：1）混液100 mLを加え、ホモジナイザーで1分間磨砕抽出した後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を容器に戻し同混液50 mLを加え、ホモジナイザーで30秒間磨砕抽出した後、同様にろ過する。ろ紙上の残留物を同混液50 mLで洗浄し、同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、同混液で正確に250 mLとする。

2) 精製

C₁₈ミニカラムにアセトニトリル及び水を順次5 mLずつ注入し、流出液は捨てる。このミニカラムに1) で得られた抽出液1 mLに水4 mLを加えてよく混合した溶液を注入し、流出液を捨てる。次いでアセトニトリル及び水（2：3）混液5 mLを注入し、流出液を捨てた後、アセトニトリル及び水（4：1）混液5 mLを注入し、溶出液を採る。溶出液にアセトニトリルを加えて正確に20 mLとし、試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ジクロロメゾチアズ標準品をアセトニトリルに溶解し、100 µg/mLの標準原液を調製する。調製した標準原液をアセトニトリルで希釈して検量線用の標準溶液を数点調製し、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

装置 : 1290 Infinity LC、6490 Triple Quadrupole LC/MS
(Agilent 製)

カラム : CAPCELL CORE C18、2.7 μm
(2.1 mm i.d. \times 100 mm、大阪ソーダ製)

カラム温度 : 40 $^{\circ}\text{C}$

移動相 : 移動相 A ; 0.1% (v/v) ギ酸含有 5 mmol/L ギ酸アンモニウム溶液
移動相 B ; 0.1% ギ酸 (v/v) アセトニトリル溶液

グラジエントプログラム

時間 (分)	0.0	15.0	19.0	19.01	24.0
移動層 A (%)	80	5	5	80	80
移動層 B (%)	20	95	95	20	20

流量 : 0.2 mL/min

注入量 : 2 μL

保持時間の目安 : ジクロロメゾチアズ ; 10.6 分

イオン化モード : ESI (+)

イオン検出法 : MRM 法

モニタリングイオン

	プレカーサーイオン (m/z)	プロダクトイオン (m/z)
ジクロロメゾチアズ	452.0	131.9

8. 定量限界

0.01 ppm

9. 添加回収試験を実施した作物

だいこん (根部、葉部)、かぶ (根部、葉部)、はくさい、キャベツ、こまつな、みずな、チンゲンサイ、ブロッコリー、結球レタス。

10. 留意事項

特になし

※ 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。