

ジメスルファゼット分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

ジメスルファゼット

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）

: Xevo TQ-XS（Waters 製）

3. 試薬、試液

アセトニトリル	:	残留農薬試験用
アセトニトリル、メタノール	:	高速液体クロマト用
アセトニトリル、塩酸、ギ酸	:	試薬特級
水	:	水道水を超純水製造装置（Milli-Q Integral 5：日本ミリポア製）で精製したもの
ジメスルファゼット標準品	:	純度 100.0%
グラファイトカーボン/ NH_2 積層ミニカラム	:	Supelclean ENVI-Carb/ NH_2 SPE Tube 500 mg/500 mg/6 mL（SUPELCO 製）
C_{18} ミニカラム	:	Mega Bond Elute C_{18} 1 g/6 mL（アジレント・テクノロジー製）
ポリエチレンフリット	:	20 μm 20 mL 用（アジレント・テクノロジー製）

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

粉碎した試料1 gに超純水30 mLを加えて1時間膨潤させた後、アセトニトリル70 mLを加え、85°Cで1時間還流抽出する。抽出物をアセトニトリル及び水（7：3）混液30 mLで遠沈管に移し、4000 rpmで5分間遠心分離し、上清を300 mL容メスシリンダーに採取する。残渣にアセトニトリル及び水（7：3）混液80 mLを加えて30分間振とうした後、4000 rpmで5分間遠心分離する。上清を採取し、300 mLメスシリンダーに合わせる。残渣にアセトニトリル及び純水（7：3）混液80 mL及び塩酸2 mLを加えて30分間振とうした後、4000 rpmで5分間遠心分離する。上清を採取し、300 mL容メスシリンダーに合わせる。抽出液を超純水で300 mLに定容する。

2) 精製

抽出液15 mLをナスフラスコに採取し、エバポレーターを用いて水浴40°C以下で減圧し、アセトニトリルを留去する。残留物を水及びギ酸（500：1）混液3 mLを用いて、あらかじめアセトニトリル及び、水及びギ

酸（1000：2）混液各5 mLを流下させコンディショニングし、フリットを敷いたリザーバーを装着したC₁₈ミニカラムに移す。試料溶液をC₁₈ミニカラムに流下させ、流出液を捨てる。アセトニトリル及び水（1：9）混液5 mLでナスフラスコを洗浄し、洗液をC₁₈ミニカラムに流下し、流出液を捨てる。アセトニトリル及び水（1：9）混液5 mLをC₁₈ミニカラムに流下し、流出液を捨てる。次いで、あらかじめアセトニトリル及び水（1：1）混液5 mLでコンディショニングしたグラファイトカーボン/NH₂積層ミニカラムをC₁₈ミニカラムの下部に連結させる。連結カラムにアセトニトリル及び水（1：1）混液15 mLを流下させ、流出液を捨てる。C₁₈ミニカラムを取り除く。グラファイトカーボン/NH₂積層ミニカラムにアセトニトリル5 mLを流下させ、流出液を捨てる。さらにアセトニトリル及びギ酸（100：1）混液25 mLを流下させて、溶出液を50 mL容ナスフラスコに分取する。これを、ロータリーエバポレーターを用いて水浴40℃以下で減圧濃縮した後、窒素气流で乾固させる。濃縮残渣をアセトニトリル、水及びギ酸（250：520：1）混液2 mLに溶解させて試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ジメスルファゼット標準品をアセトニトリル及び水（1：1）混液に溶解し、1000 µg/mL 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）混液で希釈して検量線用の標準液を数点調製し、それぞれ2 µL を 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

カラム	: Shim-pack GIST C18-AQ HP, 1.9 µm (2.1 mm i.d.×100 mm, 島津製作所製)
ガードカラム	: Shim-pack GIST-HP (G) C18-AQ, 1.9 µm (2.1 mm i.d.×10 mm, 島津製作所製)
カラム温度	: 40 °C
移動相	: A 液：メタノール B 液：水及びギ酸（2000：1）混液 A 液/B 液（1：1, v/v）
流量	: 0.4 mL/min
注入量	: 2 µL
保持時間の目安	: 9.3 分
イオン化モード	: ESI (+)

モニタリング
イオン

:

プレカーサーイオン (<i>m/z</i>)	プロダクトイオン (<i>m/z</i>)
336.76	267.06

8. 定量限界

0.01 mg/kg

9. 留意事項

ジメスルファゼットの標準溶液はアセトニトリル及び水（1：1）混液中、
暗所 10℃以下で 163 日間安定であった。

※ 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。