

オキサゾスルフィル分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

- ・オキサゾスルフィル

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、アセトン	:	残留農薬試験用
アセトニトリル	:	HPLC用
水	:	PURELAB Flex Systemで精製した水
塩酸	:	特級
酢酸	:	高速液体クロマトグラフィー用
HLBミニカラム	:	Oasis HLB, 500 mg/12 ml

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

粉碎した試料について、玄米および粳米は20.0 g、稲わらは5.00 gにアセトン及び0.1 mol/L 塩酸（5：1）混液80 mlを加えて10分間振とうした後、12時間以上放置し、再度10分間振とうした後、抽出物をろ紙を敷いた桐山漏斗で吸引ろ過する（2回繰り返す）。また残渣をアセトン20 mlで洗いろ過する。全てのろ液を合わせ、アセトンで200 mlに定容する。

2) 精製

抽出液について、玄米および粳米は1 ml、稲わらは4 mlを40℃以下の水浴中で水が残る程度に減圧濃縮する。濃縮液に水5 mlを加えて混合し、アセトニトリル5 mlおよび水10 mlを順次流下し前処理したHLBミニカラムに流下する。水5 mlで容器内を洗浄し、カラム内に流下する操作を3回繰り返す、流出液を捨てる。カラムにアセトニトリル20 mlを流下し溶出液を取り、水を加えて25 mlに定容する。

5. 検量線の作成

オキサゾスルフィル標準品をアセトニトリルに溶解し、200 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（8：2）混液で希釈して検量線用の標準液を数点調製する。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	: HPLC ; ACQUITY UPLC I-Class (日本ウォーターズ製) MS ; Xevo TQ-Sタンデム四重極質量分析計 (日本ウォーターズ製)	
カラム	: ACQUITY UPLC HSS C18 (日本ウォーターズ製)	
カラム温度	: 40 °C	
移動相	: 0.1%酢酸/0.1%酢酸含有アセトニトリル (7 : 3)	
流量	: 0.3 mL/min	
注入量	: 2 µL	
保持時間の目安	: 3.2分	
イオン化法	: ESI (+)	
脱溶媒ガス温度	: 500 °C	
脱溶媒ガス流量	: 1000 L/h (N ₂)	
コーンガス流量	: 150 L/h (N ₂)	
ソースブロック温度	: 150 °C	
キャピラリー電圧	: 3.00 kV	
コーン電圧	: 30 V	
コリジョン電圧	: 30 eV	
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)
	オキサズスルフィ ル	420.5	288.1

8. 定量限界
0.01 mg/kg

9. 留意事項
特になし



※ 本分析法は、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。