

スルファキノキサリン、スルファジアジン、スルファジミジン、スルファジメトキシシ、スルファメトキサゾール、スルファメトキシピリダジン、スルファメラジン、スルファモノメトキシシ及びスルフィソゾール試験法（畜水産物）

### 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
スルファキノキサリン	スルファキノキサリン
スルファジアジン	スルファジアジン
スルファジミジン	スルファジミジン
スルファジメトキシシ	スルファジメトキシシ
スルファメトキサゾール	スルファメトキサゾール
スルファメトキシピリダジン	スルファメトキシピリダジン
スルファメラジン	スルファメラジン
スルファモノメトキシシ	スルファモノメトキシシ
スルフィソゾール	スルフィソゾール

### 2. 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ（HPLC-UV）又は多波長検出器付き高速液体クロマトグラフ（HPLC-DAD）

### 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。

アセトニトリル 液体クロマトグラフ用に製造したものを用いる。

水 液体クロマトグラフ用に製造したものを用いる。

メタノール 液体クロマトグラフ用に製造したものを用いる。

エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラム（500 mg） 内径 12～13 mmのポリエチレン製のカラム管にエチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル500 mgを充填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。

スルファキノキサリンナトリウム標準品 本品はスルファキノキサリン99.0%以上を含み、融点は247～248℃である。

スルファジアジン標準品 本品はスルファジアジン99.0%以上を含み、融点は252～256℃である。

スルファジミジン標準品 本品はスルファジミジン99.0%以上を含み、融点は197～200℃である。

スルファジメトキシシン標準品 本品はスルファジメトキシシン99.0%以上を含み、融点は193～203℃である。

スルファメトキサゾール標準品 本品はスルファメトキサゾール99.0%以上を含み、融点は166～172℃である。

スルファメトキシピリダジン標準品 本品はスルファメトキシピリダジン99.0%以上を含み、180～183℃である。

スルファメラジン標準品 本品はスルファメラジン99.0%以上を含み、融点は234～238℃である。

スルファモノメトキシシン標準品 本品はスルファモノメトキシシン99.0%以上を含み、融点は204～206℃である。

スルフィソゾール標準品 本品はスルフィソゾール98.0%以上を含み、融点は141～142℃である。

#### 4. 試験溶液調製法

##### 1) 抽出

試料5.00 gを量り採り、無水硫酸ナトリウム10 g及び酢酸エチル20 mLを加えて1分間ホモジナイズした後、毎分3,000回転で10分間遠心分離し、酢酸エチル層を採る。残留物を酢酸エチル20 mLずつで2回上記と同様に操作し、得られた酢酸エチル層を合わせる。適量の無水硫酸ナトリウムを加え、時々振り混ぜながら15分間放置した後、綿栓ろ過する。これを40℃以下で約5 mLに濃縮し、*n*-ヘキサン7 mLを加える。

##### 2) 精製

エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラム (500 mg) に、*n*-ヘキサン5 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに1) で得られた溶液を毎分5 mLで注入した後、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 1) 混液3 mL、*n*-ヘキサン3 mLを注入し、流出液は捨てる。カラム内の*n*-ヘキサンを加圧又は減圧により除去した後、カラムに20%アセトニトリル-0.05 mol/Lギ酸アンモニウムを5 mL注入し、溶出液を試験溶液とする。

#### 5. 検量線の作成

スルファキノキサリン、スルファジアジン、スルファジミジン、スルファジメトキシシン、スルファメトキサゾール、スルファメトキシピリダジン、スルファメラジン、スルファモノメトキシシン及びスルフィソゾール標準品について、0.005～1.0 mg/Lの20%アセトニトリル-0.05 mol/Lギ酸アンモニウム溶液を数点調製する。それぞれHPLC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

試験溶液をHPLCに注入し、5の検量線でスルファキノキサリン、スルファジアジン、スルファジミジン、スルファジメトキシシ、スルファメトキサゾール、スルファメトキシピリダジン、スルファメラジン、スルファモノメトキシシ及びスルフィソゾールの含量を求める。

## 7. 確認試験

LC/MS又はLC/MS/MSにより確認する。

## 8. 測定条件

HPLC

検出器：UV又はDAD（波長 272 nm）

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径 2.0～6.0 mm、長さ 100～250 mm、粒子径2～5 µm

カラム温度：30℃

移動相：メタノール、アセトニトリル及び0.05 mol/Lギ酸（2：3；15）混液

保持時間の目安：30～40分（スルファキノキサリン）

## 9. 定量限界

0.01 mg/kg

## 10. 留意事項

### 1) 試験法の概要

スルファキノキサリン、スルファジアジン、スルファジミジン、スルファジメトキシシ、スルファメトキサゾール、スルファメトキシピリダジン、スルファメラジン、スルファモノメトキシシ及びスルフィソゾールを試料から酢酸エチルで抽出し、エチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィーにより精製した後、HPLC-UV又はHPLC-DADにより測定する方法である。

### 2) 注意点

(1) 抽出液を濃縮乾固後、酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの混液を加えると、サルファ剤の再溶解が不十分な場合があるので、抽出液の濃縮時には乾固させないようにすること。

(2) *n*-ヘキサンでミニカラムを洗浄した後に、ミニカラム中に残存している*n*-ヘキサンを完全に留去しないと、試験溶液中に*n*-ヘキサンが混入して、測定結果に影響を及ぼすことがある。

11. 参考文献

Y. Ito *et al.*, *J. Chromatogr. A*, **898**, 95-102 (2000)

12. 類型

D