

## ニフルスチレン酸ナトリウム試験法

### 1. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計を用いる。

### 2. 試薬・試液

次に示すもの以外は、第2 添加物の部C 試薬・試液等の項に示すものを用いる。

アセトニトリル 当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含まないものを用いる。

*n*-ヘキサン 当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含まないものを用いる。

水 蒸留水、精製水、純水等の化学分析に適したものを用いる。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含む場合には、*n*-ヘキサン等の溶媒で洗浄したものを用いる。

無水硫酸ナトリウム 当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含まないものを用いる。

メタノール 当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含まないものを用いる。

四級アンモニウム塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム (500mg) 内径 12~13mm のポリエチレン製のカラム管に、四級アンモニウム塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体 500mg 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。

### 3. 標準品

ニフルスチレン酸ナトリウム標準品 本品はニフルスチレン酸ナトリウム 95%以上を含む。

### 4. 試験溶液の調製

#### a 抽出法

試料 10.0 g に *n*-ヘキサン飽和アセトニトリル 50mL、*n*-ヘキサン 50mL 及びギ酸 1 mL を加え、ホモジナイズした後、無水硫酸ナトリウム 20 g を加えて更にホモジナイズする。毎分 3,000 回転で 5 分間遠心分離した後、*n*-ヘキサン層を捨て、アセトニトリル層を採る。残留物にアセトニトリル 50mL を加えてホモジナイズした後、上記と同様に遠心分離する。アセトニトリル層を採り、先のアセトニトリル層と合わせ、アセトニトリルを加えて正確に 100mL とする。この溶液から正確に 10mL を分取し、40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアンモニア水及び水の混液 (1 : 19) 5 mL を加えて溶かす。

#### b 精製法

四級アンモニウム塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム (500mg) にメタノール 5 mL、アンモニア水及び水の混液 (1 : 19) 5 mL を注入し、各流出液は捨てる。このカラムに、a 抽出法で得られた溶液を注入した後、水 5 mL、ギ酸、水及びメタノールの混液 (1 : 2 : 7) 5 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ギ酸の混液 (9 : 1) 10mL を注入し、溶出液を 40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物を 0.1vol%ギ酸及び 0.1vol%ギ酸・アセトニトリル溶液の混液 (1 : 1) に溶かし、正確に 1 mL としたものを試験溶液とする。

### 5. 操作法

#### a 検量線の作成

ニフルスチレン酸ナトリウムをメタノールに溶かして標準原液を調製する。標準原液を 0.1vol%ギ酸及び 0.1vol%ギ酸・アセトニトリル溶液の混液 (1 : 1) で希釈した溶液を数点調製する。そ

れぞれ液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。なお、4. 試験溶液の調製に従って試験溶液を調製した場合には、試料中 0.001mg/kg に相当する試験溶液中の濃度は 0.001mg/L である。

b 定量試験

試験溶液を液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計に注入し、a 検量線の作成によりニフルスチレン酸ナトリウムの定量を行う。

c 確認試験

液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計により確認する。

d 測定条件

(例)

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径 3mm、長さ 150mm、粒子径 3 μm

カラム温度：40℃に保持する。

移動相：0.1vol%ギ酸及び0.1vol%ギ酸・アセトニトリル溶液の混液（1：1）

イオン化モード：エレクトロスプレーイオン化法 ネガティブイオンモード

主なイオン (m/z)：プリカーサーイオン 258、プロダクトイオン 214、114

注入量：5 μL

保持時間の目安：5分