

## ジチアノン試験法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

ジチアノン

### 2. 装置

紫外分光光度型検出付き高速液体クロマトグラフ（HPLC-UV）

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC/MS）

### 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。

凝固液 塩化アンモウム2 gを水400 mLに溶解した後、リン酸4 mLを加えたもの。

ジチアノン標準品 本品はジチアノン99%以上を含み、融点は216°Cである。

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

果実、野菜及びハーブの場合は、検体約1 kgを精密に量り、4 mol/L塩酸100 mLを加えて細切均一化した後、検体20.0 gに相当する量を量り採る。ホップの場合は、試料5.00 gに0.5 mol/L塩酸20 mLを加え、2時間放置する。

これにアセトン100 mLを加え、30分間振とうする。吸引ろ過後、ろ紙上の残留物にアセトン50 mLを加え、上記と同様に操作する。ろ液を合わせ、アセトンを加えて200 mLとする。

上記の溶液50 mLを採り、凝固液50 mL及びケイソウ土2 gを加え、5分間放置した後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物をアセトン及び凝固液（1：1）混液50 mLで洗い、全ろ液を合わせる。これに5%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、*n*-ヘキサン100 mLずつで2回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液に酢酸0.5 mLを加え40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に*n*-ヘキサン5 mLを加えて溶かす。

#### 2) 精製

シリカゲルミニカラム（690 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) で得られた溶液を注入し、流出液は捨てる。*n*-ヘキサン15 mLをカラムに注入し、流出液は捨てる。さらに、アセトン及び*n*-ヘキサン（1：49）混液10 mLをカラムに注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトン及び*n*-ヘキサン（1：9）混液10 mLを注入する。溶出液に酢酸0.5 mLを加え、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物を酢酸及びメタノール（1：19）混液に溶解し、正確に2 mLとしたものを試験溶液とする。

## 5. 検量線の作成

ジチアノン標準品をジクロロメタンに溶解し、200 mg/L溶液を調製する。これを酢酸及びメタノール（1：19）混液で希釈して、0.05～1 mg/Lの溶液を調製する。その20 µLを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20 µLをHPLCに注入し、5の検量線でジチアノンの含量を求める。

## 7. 確認試験

LC/MSにより確認する。

## 8. 測定条件

HPLC

検出器：UV（波長255 nm）

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径5 µm）内径2～6 mm、長さ150～300 mm

カラム温度：40℃

移動相：酢酸、水及びメタノール（1：35：65）混液

保持時間の目安：7～12分

## 9. 定量限界

0.02 mg/kg（ホップの場合は0.08 mg/kg）

## 10. 留意事項

### 1) 試験法の概要

ジチアノン、塩酸を加えて均一化した試料からアセトンで抽出し、凝固液処理した後、*n*-ヘキサンに転溶する。シリカゲルミニカラムで精製した後、HPLC-UVで測定し、LC/MSで確認する方法である。

### 2) 注意点

本法は環境省告示ジチアノン試験法の「大根の葉の場合」の方法を準用した方法である。

## 11. 参考文献

なし

## 12. 類型

A（環境省告示第 60 号 ジチアノン試験法 平成 15 年 4 月 10 日改訂）