

## ピロキサスルホンの測定方法

### (1) 装置

高速液体クロマトグラフ及び質量分析計(LC/MS)を用いる。

### (2) 試薬

アセトニトリル：残留農薬試験用

酢酸：試薬特級

水：高速液体クロマトグラフ用

濾過フィルター：0.45 µmフィルター

ピロキサスルホン標準品

### (3) 試験溶液の調製

試料をアセトニトリルで2倍希釈し、濾過フィルターで濾過する。

### (4) 高速液体クロマトグラフ及び質量分析計(LC/MS)操作条件

#### 液体クロマトグラフ部

装置：資生堂製NANOSPACE またはこれと同等のもの

カラム：資生堂製CAPCELLPAK C18UG120A 内径3 mm×長さ150 mm、粒径3 µm

またはこれと同等のもの

移動相流速：0.5 mL/分

カラム温度：35°C

移動相：アセトニトリル(0.5%酢酸)／水(0.5%酢酸)を以下の通り配合したもの(容積比)。

30/70(5分) → 20分 → 60/40 → 5分 → 90/10(5分) → 5分 → 30/70(5分)

保持時間：約18分

#### 質量分析部

装置：Thermo製TSQ Quantum またはこれと同等のもの

インターフェース：ESI

イオン極性：Negative

スキャンタイプ：SIM(m/z 450)

0.1 ng(0.0025 mg/L)が定量できるよう感度を調整する。

### (5) 検量線の作成

アセトニトリルで10 mg/Lのピロキサスルホン標準液を調製し、これをアセトニトリル/水=50/50(v/v)混合溶媒で希釈し、0.0025, 0.0125, 0.025, 0.125, 0.25 mg/Lの標準溶液を調製する。これらを40 µLずつ上記の高速液体クロマトグラフ及び質量分析計に注入し、ピロキサスルホンのピーク面積とピロキサスルホン重量(ng)から検量線を作成する。

### (6) 定量試験

(3)で調製した試験溶液40 µLを上記の高速液体クロマトグラフ及び質量分析計に注入し、(5)の検量線によりピロキサスルホンの重量を求め、ピロキサスルホンの濃度を算出する。

### (7) 備考

この分析法では、定量限界を0.1 ng(0.0025 mg/L)まで確保できるが、分析目的に応じて調整を行う。それに伴い検量線濃度範囲も調整する。