

テフリトリオン及びメソトリオン試験法（農産物）

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
テフリトリオン	テフリトリオン
メソトリオン	メソトリオン

2. 適用食品

農産物

3. 装置

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC-MS）

4. 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。

強塩基性陰イオン交換樹脂ミニカラム（500 mg） 内径12～13 mmのポリエチレン製の
カラム管に、強塩基性陰イオン交換樹脂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。

テフリトリオン標準品 本品はテフリトリオン98%以上を含む。

メソトリオン標準品 本品はメソトリオン98%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 穀類、豆類及び種実類の場合

試料10.0 gに水20 mLを加え、30分間放置する。これにアセトニトリル100 mLを加えて
ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、アセトニトリル50 mLを加え
てホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液にアセトニトリルを加えて正
確に200 mLとする。この溶液から正確に10 mLを分取し、水10 mLを加えた後、40℃以
下で約10 mLまで濃縮する。

② 果実及び野菜の場合

試料20.0 gにアセトニトリル100 mLを加えてホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ
紙上の残留物に、アセトニトリル50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過す
る。得られたろ液にアセトニトリルを加えて正確に200 mLとする。この溶液から正確に
5 mLを分取し、水10 mLを加えた後、40℃以下で約10 mLまで濃縮する。

③ 茶の場合

試料5.00 gに水20 mLを加え、30分間放置する。これにアセトニトリル100 mLを加えて
ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、アセトニトリル50 mLを加え
てホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液にアセトニトリルを加えて正
確に200 mLとする。この溶液から正確に20 mLを分取し、水10 mLを加えた後、40℃以
下で約10 mLまで濃縮する。

2) 精製

① 茶以外の場合

a スチレンジビニルベンゼン共重合体カラムクロマトグラフィー

スチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラム（500 mg）にアセトニトリル及び水
各5 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに1)で得られた溶液を注入し、

さらに、水5 mLを注入し、各流出液は捨てる。次いで、水及びアセトニトリル (1 : 1) 混液10 mLを注入し、溶出液を採る。

b 強塩基性陰イオン交換樹脂カラムクロマトグラフィー

強塩基性陰イオン交換樹脂ミニカラム (500 mg) にアセトニトリル及び水各5 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムにaで得られた溶液を注入し、さらに、アセトニトリル5 mLを注入し、各流出液は捨てる。次いで、酢酸及びアセトニトリル (1 : 50) 混液10 mL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0.1 vol%酢酸及びメタノール (1 : 1) 混液に溶かし、正確に2.5 mLとしたものを試験溶液とする。

② 茶の場合

a スチレンジビニルベンゼン共重合体カラムクロマトグラフィー

スチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラム (500 mg) にアセトニトリル及び水各5 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに1)で得られた溶液を注入し、さらに、水5 mLを注入し、各流出液は捨てる。次いで、水及びアセトニトリル (1 : 1) 混液10 mLを注入し、溶出液を採る。

b 強塩基性陰イオン交換樹脂カラムクロマトグラフィー

強塩基性陰イオン交換樹脂ミニカラム (500 mg) にアセトニトリル及び水各5 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムにaで得られた溶液を注入し、さらに、アセトニトリル5 mLを注入し、各流出液は捨てる。次いで、酢酸及びアセトニトリル (1 : 50) 混液10 mLを注入し、溶出液を採る。

c ベンゼンスルホン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

ベンゼンスルホンプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000 mg) に酢酸及びアセトニトリル (1 : 50) 混液5 mLを注入し、流出液を捨てる。このカラムにbで得られた溶液を注入し、さらに酢酸及びアセトニトリル (1 : 50) 混液5 mLを注入し、全溶出液を40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物を0.1 vol%酢酸及びメタノール (1 : 1) 混液に溶解し、正確に2.5 mLとしたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

1) テフリトリオン

テフリトリオン標準品の0.1 vol%酢酸及びメタノール (1 : 1) 混液の溶液を数点調製し、それぞれをLC-MS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、本法に従って試験溶液を調製した場合、試料中0.01 mg/kgに相当する試験溶液中濃度は0.002 mg/Lである。

2) メソトリオン

メソトリオン標準品の0.1 vol%酢酸及びメタノール (1 : 1) 混液の溶液を数点調製し、それぞれをLC-MS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、本法に従って試験溶液を調製した場合、試料中0.01 mg/kgに相当する試験溶液中濃度は0.002 mg/Lである。

7. 定量

1) テフリトリオン

試験溶液をLC-MSに注入し、6. の1) の検量線でテフリトリオンの含量を求める。

2) メソトリオン

試験溶液をLC-MSに注入し、6. の2) の検量線でメソトリオンの含量を求める。

8. 確認試験

LC-MS又はLC-MS/MSにより確認する。

9. 測定条件

(例)

1) テフリトリオン

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径2.1 mm、長さ150 mm、粒子径3 μm

カラム温度：40°C

移動相：0.1 vol%酢酸・メタノール溶液及び0.1 vol%酢酸 (9 : 11) 混液

イオン化モード：ESI (+)

主なイオン (m/z) : 445、443

注入量：10 μL

保持時間の目安：25分

2) メソトリオン

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径2.1 mm、長さ150 mm、粒子径3 μm

カラム温度：40°C

移動相：0.1 vol%酢酸・メタノール溶液及び0.1 vol%酢酸 (1 : 3) 混液

イオン化モード：ESI (+)

主なイオン (m/z) : 340

注入量：5 μL

保持時間の目安：26分

10. 定量限界

テフリトリオン：0.01 mg/kg

メソトリオン：0.01 mg/kg

11. 留意事項

1) 試験法の概要

テフリトリオン及びメソトリオンを試料からアセトニトリルで抽出し、スチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラム及び強塩基性陰イオン交換樹脂ミニカラムで精製する。茶以外はそのまま、茶はさらにベンゼンスルホニルプロピルシリル化シリカゲルミニカラムで精製し、LC-MSで定量及び確認する方法である。

2) 注意点

- ① 茶以外の試料について精製が不足する場合は、5. の2) の② のcを参照し、ベンゼンスルホニルプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000 mg) による精製を追加するとよい。
- ② テフリトリオンのLC-MS測定で、試験法開発時に使用したイオンを以下に示す。
定量イオン (m/z) : 443
定性イオン (m/z) : 445
- ③ LC-MS/MS測定を行う場合の主なイオンの例を以下に示す。
 - a テフリトリオン
イオン化モード：ESI (+)
主なイオン (m/z) : プリカーサーイオン 443、プロダクトイオン 341
 - b メソトリオン
イオン化モード：ESI (-)
主なイオン (m/z) : プリカーサーイオン 338、プロダクトイオン 291
- ④ 試験法開発時に検討した食品：玄米、大豆、ごま、ばれいしょ、ほうれんそう、キャベツ、りんご、オレンジ、トマト及び茶

12. 参考文献
なし

13. 類型
C