

メタゾスルフロン分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

メタゾスルフロン

2. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）

3. 試薬,試液

アセトニトリル、メタノール : 残留農薬・PCB 試験用

酢酸エチル、トルエン : 高速液体クロマトグラフ用
アセトニトリル

リン酸、ギ酸 : 特級

水 : 水道水を蒸留水製造装置で蒸留したもの

メタゾスルフロン : 分析用標準品

グラファイトカーボン : Supelclean ENVI-Carb, 1 g/12 mL (SUPELCO 製)

ミニカラム

アルミナ A ミニカラム : Sep-Pak アルミナ A カートリッジ, プラス (Waters 製)

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料 10.0 g に水 30 mL を加え、2 時間放置する。これにアセトニトリル 70 mL を加え、30 分間振とう抽出した後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトニトリル及び水（7：3）混液 50 mL を加えて同様にろ過する。得られた抽出液を合わせ、アセトニトリル及び水（7：3）混液を加えて正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 10 mL を分取し、水 25 mL 及び 20%リン酸 0.2 mL を加える。

2) 精製

① グラファイトカーボンミニカラムによる精製

グラファイトカーボンミニカラム（1 g）にアセトニトリル及び水各 10 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た後、メタノール及び水（7：3）混液 10 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル、ギ酸及びトルエン（75：1：25）混液 20 mL を注入し、溶出液を 40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に酢酸エチル及びメタノール（1：1）混液 5 mL を加えて溶かす。

② アルミナAミニカラムによる精製

アルミナ A ミニカラムに酢酸エチル及びメタノール (1 : 1) 混液 10 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、さらに酢酸エチル及びメタノール (1 : 1) 混液 20 mL を注入し、溶出液を合わせて 40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル及び水 (1 : 1) 混液に溶かし、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

メタゾスルフロン標準品をアセトニトリルに溶解し、1000 mg/L の標準溶液を調製する。調製した標準液をアセトニトリル及び水 (1 : 1) 混液で希釈して数点の溶液を調製し、それぞれ LC-MS/MS に注入し、ピーク面積法で検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、5. の検量線を用いて含量を定量する。

7. 測定条件

(例)

機器	: Waters HPLC2695 Waters Quattro micro API
カラム	: Inertsil ODS-3 (5 µm、2.1 mm i.d.×150 mm、ジーエルサイエンス製)
カラム温度	: 40 °C
移動相	: アセトニトリル/0.20% ギ酸 (1 : 1)
流量	: 0.2 mL/min
注入量	: 10 µL
保持時間の目安	: 11.1 分
イオン化モード	: ESI (positive)
イオン検出法	: MRM 法

モニタリングイオン	:	<table border="1"><thead><tr><th></th><th>プリカーサーイオン (<i>m/z</i>)</th><th>プロダクトイオン (<i>m/z</i>)</th></tr></thead><tbody><tr><td>メタゾスルフロン</td><td>476.09</td><td>182.09</td></tr></tbody></table>		プリカーサーイオン (<i>m/z</i>)	プロダクトイオン (<i>m/z</i>)	メタゾスルフロン	476.09	182.09
	プリカーサーイオン (<i>m/z</i>)	プロダクトイオン (<i>m/z</i>)						
メタゾスルフロン	476.09	182.09						

8. 定量限界

0.01 ppm

9. 添加回収を実施した食品

玄米

10. 留意事項

特になし

※本分析法は、農産物における作物残留試験等において用いられた残留農薬分析法であり、新たな試験法の開発等に際して参考として下さい。なお、当該分析法をもとに開発した試験法を食品規格への適合判定のために使用する場合には、「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインの一部改正について（平成 22 年 12 月 24 日薬食発 1224 第 1 号）」に従って使用する試験法の妥当性を評価する必要があります。