

## メタゾスルフロン試験法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

メタゾスルフロン

### 2. 適用食品

農産物

### 3. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/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。

グラファイトカーボン／エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム（500 mg/500 mg）内径 12～13 mm のポリプロピレン製のカラム管に、上層にグラファイトカーボンを、下層にエチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル各 500 mg 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。

メタゾスルフロン標準品 本品はメタゾスルフロン 98%以上を含む。

### 5. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

果実及び野菜の場合は試料 20.0 g を量り採る。穀類、豆類及び種実類の場合は試料 10.0 g、茶の場合は試料 5.00 g にそれぞれ水 20 mL を加え、30 分間放置する。これにアセトン 100 mL を加え、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ン 50 mL を加えホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトンを加えて正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 10 mL を分取し、2 mol/L 塩酸 0.2 mL 及び飽和塩化ナトリウム溶液 10 mL を加え、*n*-ヘキサン 10 mL で振とう抽出した後、毎分 3,000 回転で 5 分間遠心分離し、有機層を採る。水層に *n*-ヘキサン 10 mL を加えて振とう抽出し、上記と同様に遠心分離し、有機層を採り、得られた有機層を先の有機層に合わせる。

#### 2) 精製

グラファイトカーボン／エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム（500 mg/500 mg）にアセトン及び *n*-ヘキサン各 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、アセトン 10 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、5 vol% ギ酸・アセトン溶液 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。この残留物をアセトニトリル及び水（1：1）混液に溶かし、果実及び野菜の場合は正確に10 mL、穀類、豆類及び種実類の場合は正確に5 mL、茶の場合は正確に2.5 mLとしたものを試験溶液とする。

## 6. 検量線の作成

メタゾスルフロン標準品のアセトニトリル及び水（1：1）混液の溶液を数点調製し、それぞれLC-MS/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0.001 mg/Lである。

## 7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6の検量線でメタゾスルフロンの含量を求める。

## 8. 確認試験

LC-MS/MSにより確認する。

## 9. 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2.1 mm、長さ100 mm、粒子径3 µm

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル、2 vol%酢酸及び水（10：1：9）混液で0.5分間保持した後、

（18：1：1）までの濃度勾配を9.5分間で行い3分間保持する

または、0.1 vol%酢酸及び0.1 vol%酢酸・アセトニトリル溶液（1：1）混液で

0.5分間保持した後、（1：9）までの濃度勾配を9.5分間で行い3分間保持する。

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（*m/z*）

プリカーサーイオン 476、プロダクトイオン 182

プリカーサーイオン 478、プロダクトイオン 182

注入量：5 µL

保持時間の目安：9分

## 10. 定量限界

0.01 mg/kg

## 11. 留意事項

1) 試験法の概要

メタゾスルフロンを試料からアセトンで抽出し、塩酸酸性下 $n$ -ヘキサンに転溶した後、グラファイカーボン/エチレンジアミン- $N$ -プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムで精製し、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。

## 2) 注意点

- ① メタゾスルフロンの LC-MS/MS の測定で、試験法開発に使用したイオンを以下に示す。

定量イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 476、プロダクトイオン 182

定性イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 478、プロダクトイオン 182

- ② 試験法開発時に検討した食品：玄米、大豆、ほうれんそう、キャベツ、ばれいしょ、オレンジ、りんご、茶

## 12. 参考文献

なし

## 13. 類型

C