

メトラフェノン分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

メトラフェノン

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	:	特級、HPLC 用
ギ酸	:	特級
アセトニトリル	:	HPLC 用
水	:	水道水を Milli-Q 水・純水製造システムで精製したもの
メトラフェノン	:	分析用標準品 純度 99.7%
オクタデシルシリル化シリカゲル (C ₁₈) ミニカラム	:	InertSep C18、500 mg/6 mL (ジーエルサイエンス製)

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

均一化した試料 20 g にアセトニトリル 100 mL を加え、3 分間ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物と容器をアセトニトリル 50 mL で洗浄し吸引ろ過する。得られたろ液を合わせ、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 20 mL を加える。

2) 精製

C₁₈ ミニカラムにアセトニトリル、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、流出液は捨てる。さらに、アセトニトリル及び水（1：2）混液 5 mL で 1) で得られた溶液が入っていた容器を洗い、洗液を C₁₈ ミニカラムに注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル及び水（4：1）混液 10 mL を注入し、溶出液をアセトニトリルで正確に 25 mL としたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

メトラフェノン標準品をアセトニトリルに溶解し標準溶液を調製する。調製した標準溶液をメタノール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 5 μ L 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 Acquity UPLC System
Waters Quattro Premier Tandem Quadrupole Mass Spectrometer
カラム : Ascentos Express C18、2.7 μm、2.1 mm i.d. × 100 mm
(SUPELCO Sigma-Aldrich Japan 製)
カラム温度 : 40°C
移動相 : 移動相 A : 0.1%ギ酸水溶液
移動相 B : 0.1%ギ酸アセトニトリル溶液

グラジエント :

時間 (分)	0.0	0.5	5.0	6.0	6.1	7.0
移動相 A	70	70	10	10	70	70
移動相 B	30	30	90	90	30	30

流速 : 0.3 mL/min
注入量 : 5.0 μL
保持時間の目安 : メトラフェノン 5.1 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 :

	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>)
メトラフェノン	409.1	209.0

8. 定量限界 0.005 ppm

9. 添加回収を実施した食品 きゅうり

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。