

メタミトロン試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

メタミトロン

2. 装置

紫外分光光度型検出器付液体クロマトグラフ（HPLC-UV）

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC/MS）

3. 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。

メタミトロン標準品 本品はメタミトロン98%以上を含み、融点は167℃である。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料20.0 gに1 mol/L塩酸1 mL及びアセトン100 mLを添加し、30分間振とう抽出する。ガラス繊維ろ紙を用いて吸引ろ過し、ろ紙上の残留物にアセトン50 mLを加えて、上記と同様に操作する。得られたろ液を合わせ、40℃以下で20 mL以下に濃縮する。

この溶液を多孔性ケイソウ土カラム（20 mL保持用）に注入し、10分間放置する。*n*-ヘキサン50 mLをカラムに注入し、流出液は捨てる。次いで、酢酸エチル120 mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物を酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1:4）混液5 mLに溶かす。

2) 精製

アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム（500 mg）に酢酸エチル5 mL及び*n*-ヘキサン5 mLを順次注入し、流出液は捨てる。このカラムに1)で得られた溶液を注入する。酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1:4）混液5 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（3:2）混液20 mLを注入する。溶出液を40℃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（1:4）混液に溶かし、正確に4 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

メタミトロン標準品の100 mg/Lアセトニトリル溶液を調製し、これをアセトニトリル及び水（1:4）混液で希釈し、0.05~1 mg/L溶液を数点調製する。それぞれ20 µLをHPLC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。

6. 定量

試験溶液20 µLをHPLCに注入し、5の検量線でメタミトロンの含量を求める。

7. 確認試験

LC/MSにより確認する。

8. 測定条件

HPLC

検出器：UV（波長310 nm）

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル、内径2～6 mm、長さ150～300 mm

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル及び水（1：4）混液

保持時間の目安：10～15分

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

試料中のメタミトロンをアセトンで抽出し、多孔性ケイソウ土カラム及びアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラムで精製する。HPLC-UVで測定し、LC/MSで確認する方法である。

2) 注意点

(1) 本法はてんさいを対象とした試験法である。

(2) メタミトロンは塩基性条件下では不安定なので、抽出時に酸を添加する。

11. 参考文献

1) 今月の農業編集室編 改定4版「農薬登録保留基準ハンドブック」p.915、化学工業日報社（2003）

12. 類型

A（環境省告示第83号「メタミトロン試験法」平成14年12月24日）