

## アメトクトラジン分析法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

- ・アメトクトラジン

### 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

アメトクトラジン	:	分析用標準品
メタノール、アセトニトリル	:	残留農薬試験用、HPLC 用
水	:	水道水を Milli-Q System (Millipore 製) で精製したもの
その他の試薬	:	特級
ポリマー系ミニカラム	:	Strata DBS-L 500 mg/6 mL (phenomenex 製)
陰イオン交換ミニカラム	:	Strata X-AW 500 mg/6 mL (phenomenex 製)

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

摩砕均一化した試料 20 g にメタノール 80 mL を加え、振とう機を用いて 20 分間振とうする。遠心分離（11,000 rpm、5 分間）後、上澄み液をろ紙を通じて分取する。残渣に水 80 mL を加え、振とう機を用いて 20 分間振とうする。同様に遠心分離後、上澄み液を分取し、先の上澄み液と合わせる。この溶液をメタノール/水（1 : 1, V/V）混液で正確に 200 mL とする。

#### 2) 精製

C<sub>18</sub> ミニカラムをメタノール及び水を順次 5 mL ずつ注入し、流出液は捨てる。このカラムに 1) ①で得られた抽出液 5 mL（試料 0.5 g 相当量）及び水 5 mL の混液、または、1) ②で得られた抽出液 4 mL（試料 0.2 g 相当量）及び水 4 mL の混液を注入する。メタノール/水（6 : 4, V/V）混液 5 mL を用いて 2 回洗浄する。その後、アセトニトリル 5 mL を 2 回注入して、アメトクトラジンを溶出する。この溶出液を 40°C 以下で濃縮し、最後は窒素気流化で溶媒を留去した後、メタノール/水/ギ酸（50 : 50 : 0.1,

V/V/V) 混液に溶解し、試験溶液とする。

## 5. 検量線の作成

アメトクトラジン標準品をメタノールに溶解し、100 µg/mL の標準原液を調製する。調製した標準原液をメタノール/水/ギ酸 (50 : 50 : 0.1, V/V/V) 混液で希釈して、検量線用の標準液を数点調製し、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)

装置 : HPLC ; Agilent 1200 infinity (Agilent 製)  
MS ; Agilent 6410 Triple Quad (Agilent 製)

カラム : Ascentis Express C18、2.7 µm 2.1 mm i.d.×100 mm  
(SUPELCO 製)

カラム温度 : 40 °C

移動相 : 移動相 A 5  
mmol/L ギ酸アンモニウム  
移動相 B メタノール

グラジエント :

時間 (分)	2.0	2.0	6.0
移動相 A(%)	95	50	5
移動相 B(%)	5	50	95

流量 : 0.30 mL/min

注入量 : 10 µL

保持時間の目安 : 約 8.8 分

イオン化モード : ESI (+)

イオン検出法 : MRM 法

モニタリング  
イオン :

	フリカサーイオン ( <i>m/z</i> )	プロダクトイオン ( <i>m/z</i> )
アメトクトラジン	276	176

## 8. 定量限界

0.005 ppm

9. 添加回収試験を実施した食品

ばれいしょ、ぶどう、トマト、きゅうり、たまねぎ、ねぎ、レタス、はくさい

10. 留意事項

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の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。