

MCPB 試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

- ・MCPB エチル及び代謝物 MCPB 酸ならびに代謝物 MCPA

2. 装置

高速液体クロマトグラフ・質量分析計（LC-MS/MS）

3. 試薬、試液

アセトン、エチルエーテル、 メタノール	:	残留農薬試験用
テトラヒドロフラン	:	高速液体クロマトグラフ用
アセトニトリル	:	LC/MS 用
水	:	脱イオン水を Milli-Q System (Millipore 製) で精製したもの
MCPB エチル標準品	:	分析用標準品
MCPB 酸標準品	:	分析用標準品
MCPA 標準品	:	分析用標準品
その他の試薬	:	特級
C ₁₈ ミニカラム	:	Inertsep C ₁₈ -C 1g/6mL (ジーエルサ イエンス製)
HPLC 用前処理フィルター	:	マイレクス-LG, 孔径 0.2 μm (シリ ンジ加圧式フィルターユニット, Millipore 製)

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

①米の場合

超遠心粉砕機により粉砕した試料 10 g に水 20 mL を加えて 2 時間膨潤させる。6 mol/L 塩酸 5 mL 及びアセトン 100 mL を加え、30 分間振とうした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物をアセトン 50 mL で洗い、同様にろ過する。得られたろ液を合わせて、アセトンを加えて、正確に 200 mL とする。その 10 mL を取り、40°C の水浴中で減圧濃縮し、アセトンを留去する。

②果樹の場合

均一化した試料 20 g に 6 mol/L 塩酸 5 mL 及びアセトン 100 mL を加え、30 分間振とうした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を 50 mL のアセトンで洗い、同様にろ過する。得られたろ液をあわせて、アセトンを加えて、正確に 200 mL とする。その 5 mL を取り、40°C 以下の水浴中で減圧濃縮し、アセトンを留去する。

2) C₁₈ ミニカラムによる精製

C₁₈ ミニカラムにメタノール及び水を順次 5 mL ずつ流下し、流出液は捨てる。このカラムに 1) で得られた濃縮物を水 5 mL に加えて流下する。さらに容器内を水 5 mL で洗った洗液を流下し、ここまでの流出液を捨て、ミニカラムを約 1 分間吸引乾燥する。メタノール 10 mL で容器内を洗浄して洗液をミニカラムに流下し、さらにテトラヒドロフラン 10 mL を流下して溶出液を合わせ取り、40 °C 以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去する。

3) 加水分解

残留物をメタノール 5 mL に溶解し、10 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 2 mL を加え、水冷管を取り付けて 80°C の油浴に 30 分間放置する。水 20 mL で水冷管を洗浄して反応液に合わせる。

4) エチルエーテル転溶による精製

反応液に水 80 mL、6 mol/L 塩酸 10 mL 及びエチルエーテル 100 mL を加えて 5 分間振とうする。暫時放置後、エチルエーテル層を分取し、水層にはエチルエーテル 100 mL を加えて同様の操作を繰り返す。全エチルエーテル層を無水硫酸ナトリウムで脱水ろ過する。ろ液を合わせ、40°C 以下の水浴中で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去する。

残留物を適量のメタノール/水 (1 : 1) 混液に溶解し、HPLC 用前処理フィルターでろ過して試料溶液とする。

5. 検量線の作成

代謝物 MCPB 酸及び代謝物 MCPA 標準品を各々アセトンに溶解し、200 mg/mL の標準原液を調製する。各標準原液をメタノール/水 (1 : 1) 混液で希釈して検量線用の混合標準溶液を数点調製し、それぞれ LC-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 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

カラム	: Inertsil ODS-4 (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	: アセトニトリル及び 0.1% ぎ酸 (v/v) 50:50－5 分間－90:10 (3 分間)
流量	: 0.2 mL/min
注入量	: 10 µL
保持時間の目安	: MCPB 酸 ; 7.0 分、MCPA ; 4.4 分
イオン化モード	: ESI (－)
モニタリング	: プレカーサー プロダクト
イオン	イオン (m/z) イオン (m/z)
	MCPB 酸 227 141
	MCPA 199 141

8. 定量限界

MCPB 酸 ; 0.01 ppm (MCPB エチルとして)、MCPA ; 0.01 ppm

9. 留意事項

なし

※ 本分析法は、農作物及び畜産物における残留試験等において用いられた残留農薬等分析法であり、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。