

メタミホップ分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

メタミホップ

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 : 残留農薬試験用、LC/MS用
水 : 脱イオン水をMilli-Q System（Millipore 製）で精製したもの
その他の試薬 : 特級
メタミホップ : 分析用標準品
C₁₈ミニカラム : Bond Elut C₁₈、1 g/6 mL（Varian 製）

4. 試験溶液の調整

1) 抽出

粉砕した試料10 gに水20 mLを加え、2時間放置する。これにアセトニトリル100 mLを加え、30分間振とう抽出した後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトニトリル50 mLを加えて、同様にろ過する。得られたろ液を合わせてアセトニトリルで正確に200 mLとする。この溶液から正確に20 mL（試料1 g相当量）を分取し、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に水10 mLを加えて溶かす。

2) 精製

C₁₈ミニカラムにアセトニトリル及び水を順次5 mLずつ流下し、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、アセトニトリル及び水（3：2）混液5 mLで容器内を洗浄し、この溶液を注入し、流出液は捨てる。次いで、C₁₈ミニカラムを1分間吸引乾燥した後、アセトニトリル及び水（7：3）混液10 mLを注入し、溶出液にアセトニトリル及び水（7：3）混液を加えて10～25 mLとする。

5. 検量線の作成

メタミホップの標準品をアセトニトリルに溶解し、200 mg/L溶液を調製する。調製した標準液をアセトニトリル及び水（7：3）混液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)

カラム : HyperCarb (2.1 mm i.d.×150 mm、サーモフィッシャー製)
CAPSELL PAK C18 MG II (2.0 mm i.d.×150 mm、資生堂製)

カラム温度 : 40 °C

移動相 : 0.1% ギ酸含有アセトニトリル/0.1% ギ酸 (7:3)

流量 : 0.2 mL/min

注入量 : 5 µL

保持時間の目安 : 7.7min

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>)
	メタミホップ	441.1	287.6

8. 定量限界

0.002~0.005 mg/kg

9. 添加回収を実施した食品

玄米

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。