

## メトブロムロン分析法（農産物）

1. 分析対象化合物  
メトブロムロン

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（移動相）、 酢酸、超純水	: LC/MS用
アセトニトリル	: HPLC用
炭酸カリウム、その他の試 薬	: 試薬特級
水	: 脱イオン水をMilli-Q Advantage A10（日本 ミリポア製）で精製したもの
ろ過剤	: セライト545RVS
メトブロムロン	: 分析用標準品
陰イオン交換ミニカラム	: InertSep SAX/PSA 250 mg/250 mg（GL サイエンス）

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

粉碎均一化した試料10 gを200 mL容共栓付三角フラスコにはかりとり、0.1 mol/L炭酸カリウム20 mLを加え2時間の浸漬を行った後、アセトニトリル及び水（4：1）混液100 mLを加えて30分間振とうする。抽出液は、綿を詰め、ろ過剤を敷き詰めた漏斗で吸引ろ過する。ろ紙上の残留物をアセトニトリル及び水（4：1）混液70 mLで洗い、同様にろ過する。ろ液はアセトニトリル及び水（4：1）混液で正確に200 mLとしたものを試験溶液とする。

2) 精製

陰イオン交換ミニカラムによる精製

陰イオン交換ミニカラムに、アセトニトリル及び水（4：1）混液3 mLを流下してコンディショニングを行う。抽出液の2 mL（試料0.1 g相当）をミニカラムに通し、次いで、アセトニトリル及び水（4：1）混液0.5 mLを通す。抽出液と溶出液のミニカラム通過液を水で正確に10 mLとしたものをLC-MS/MS測定に供する。

5. 検量線の作成

メトブロムロン標準品をアセトニトリルに溶解し、100 mg/Lの標準溶液を調製し、アセトニトリル及び水（4：1）混液で希釈して、0.05, 0.1, 0.2, 1, 2及び10 µg/Lの検量線用標準液を調製する。検量線は分析対象物質のピーク面積を

縦軸 (y) に、重量を横軸 (x) にとり、1/xで重み付けした最小二乗法により回帰直線を求め、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

カラム : YMC-triart C18 100 mm×2.0 mm φ 粒径1.9 μm (YMC)  
カラム温度 : 40°C  
移動相 : A: 0.1 vol%酢酸アセトニトリル溶液  
B: 0.1 vol%酢酸  
注入量 : 8 μL  
保持時間の目安 : メトブロムロン ; 4.5分  
流量 : 時間 (分)    %A    %B    流量 (mL/min)  
0.0            20      80      0.4  
1.00           20      80      0.4  
4.00           60      40      0.4  
4.50           95      5       0.4  
7.00           95      5       0.4  
7.01           20      80      0.4  
8.00           20      80      0.4

イオン化モード : ESI (+)

モニタリング  
イオン

	プレカーサー イオン (m/z)	プロダクト イオン (m/z)
メトブロムロン	259.0	170.0

## 8. 定量限界

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。