

アミスルブロム試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

アミスルブロム

2. 装置

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。

アミスルブロム標準品 本品はアミスルブロム95%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

果実及び野菜の場合は試料20.0 gを量り採る。穀類、豆類及び種実類の場合は試料10.0 g、茶の場合は試料5.00 gにそれぞれ水20 mLを加え、30分間放置する。

これにアセトニトリル及び水（4：1）混液100 mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、アセトニトリル及び水（4：1）混液50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせアセトニトリルを加えて正確に200 mLとし、果実及び野菜の場合はこの10 mL、穀類、豆類及び種実類の場合はこの20 mL、茶の場合はこの40 mLを採り、これに水10 mLを加えて、40℃以下で約10 mL（茶の場合は約15 mL）まで濃縮する。

2) 精製

① オクタデシルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（1,000 mg）にアセトニトリル及び水各5 mLを順次注入し、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、さらに、アセトニトリル及び水（1：1）混液10 mLを注入し、各流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル及び水（7：3）混液10 mLを注入し、溶出液を採る。

② グラファイトカーボンカラムクロマトグラフィー

グラファイトカーボンミニカラム（500 mg）にアセトニトリル及び水各5 mLを順次注入し、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、さらに、アセトニトリル10 mLを注入し、各流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル及びトルエン（3：1）混液30 mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：19）混液5 mLを加えて溶かす。

③ 合成ケイ酸マグネシウムカラムクロマトグラフィー

合成ケイ酸マグネシウムミニカラム（900 mg）に酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：19）混液5 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに②で得られた溶液を注入し、さらに、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：19）混液5 mLを注入し、各流出液は捨てる。次いで、酢酸エチ

ル及び*n*-ヘキサン（1：4）混液10 mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物を水及びメタノール（1：3）混液に溶解し、正確に2 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

アミスルブロム標準品の水及びメタノール（1：3）混液の溶液を数点調製し、それぞれ10 µLをLC-MS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。なお、本法に従って試験溶液を調製した場合、定量限界に相当する試験溶液中濃度は0.005 mg/Lである。

6. 定量

試験溶液10 µLをLC-MSに注入し、5の検量線でアミスルブロムの含量を求める。

7. 確認試験

LC-MSにより確認する。

8. 測定条件

(例)

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径2.0 mm、長さ150 mm、粒子径5 µm

カラム温度：40℃

移動相：0.1 vol%酢酸及び0.1 vol%酢酸・メタノール溶液（1：3）混液で15分間保持した後、（1：19）までの濃度勾配を0.5分間で行い、（1：19）で8分間保持する。

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン (*m/z*)：468

保持時間の目安：11分

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

アミスルブロムを試料からアセトニトリル及び水（4：1）混液で抽出し、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム、グラファイトカーボンミニカラム及び合成ケイ酸マグネシウムミニカラムで精製した後、LC-MSで定量及び確認する方法である。

2) 注意点

① 大豆については、「LC-MSによる農薬等の一斉試験法 I（農産物）」が適用できないことが報告されている。

② 大豆などの夾雑物の多い試料では、移動相の洗浄条件が8分間ではイオン化阻害が認められる場合があるので、洗浄時間を15分間に延長するとよい。

1 1. 参考文献

なし

1 2. 類型

C