

クロルメコート試験法（畜産物）

1. 分析対象化合物

クロルメコートクロリド

2. 適用食品

畜産物

3. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）

4. 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。

グラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム（500 mg/500 mg） 内径 12~13 mm のポリエチレン製のカラム管に、上層にグラファイトカーบอนを、下層にエチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルを各 500 mg 充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

クロルメコートクロリド標準品 本品はクロルメコートクロリド 98%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料 10.0 g に塩化ナトリウム 1 g 及び 1 vol%ギ酸 10 mL を加え、ホモジナイズした後、メタノール 50 mL を加え、さらにホモジナイズする。毎分 3,000 回転で 5 分間遠心分離し、上澄液を採る。残留物にメタノール 25 mL を加えてホモジナイズし、上記と同様に遠心分離し、上澄液を採る。得られた上澄液を合わせ、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この溶液から正確に 5 mL 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 *n*-ヘキサン 5 mL を加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル 5 mL ずつで 2 回振とう抽出する。抽出液を合わせ、40°C以下で約 1 mL に濃縮する。

2) 精製

グラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム（500 mg/500 mg）に 0.1 mol/L 塩酸 10 mL 及びアセトニトリル 20 mL を順次注入し、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、さらにアセトニトリル 8 mL を注入し、負荷液を含む全溶出液を採り、溶出液をアセトニトリルで正確に 10 mL にしたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

クロルメコートクロリド標準品のアセトニトリル溶液を数点調製し、それぞれ LC-MS/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、試料中 0.01 mg/kg に相当する試験溶液中濃度は 0.0005 mg/L である。

7. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、6. の検量線でクロルメコートクロリドの含量を求める。

8. 確認試験

LC-MS/MSにより確認する。

9. 測定条件

(例)

カラム：オクタデシルシリル基、陽イオン交換基及び陰イオン交換基を修飾したシリカゲル 内径 2.0 mm、長さ 100 mm、粒子径 3 µm

カラム温度：40°C

移動相：2 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液及びメタノール（4：1）混液で1分間保持した後、（1：1）までの濃度勾配を2分間で行い、さらに（1：49）までの濃度勾配を2分間で行い、（1：49）で3分間保持する。

イオン化モード：ESI (+)

主なイオン (m/z)：プリカーサーイオン 122、プロダクトイオン 58、59

注入量：5 µL

保持時間の目安：3分

10. 定量限界

0.01 mg/kg

11. 留意事項

1) 試験法の概要

クロルメコートクロリドを試料から塩化ナトリウム及びギ酸存在下メタノールで抽出し、アセトニリル/ヘキサン分配で脱脂する。グラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムで精製した後、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。なお、有効成分の一般名はクロルメコートクロリドであるが、農薬の品目名としてはクロルメコートが使用されている。

2) 注意点

- ① クロルメコートクロリドはガラス壁に吸着しやすいため、使用する器具類はポリプロピレン製を用いると良い。
- ② クロルメコートクロリドの LC-MS/MS 測定で、試験法開発時に使用したイオンを以下に示す。
定量イオン (m/z)：プリカーサーイオン 122、プロダクトイオン 58
定性イオン (m/z)：プリカーサーイオン 122、プロダクトイオン 59
- ③ 試験法開発時に検討した食品：牛の筋肉、牛の脂肪、牛の肝臓、牛乳、鶏の卵

12. 参考文献

なし

13. 類型

C