

## ジニコナゾール試験法（畜水産物）

### 1. 分析対象化合物

ジニコナゾール

### 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

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

合成ケイ酸マグネシウムミニカラム（1,000 mg） 内径 12～13 mm のポリエチレン製のカラム管に、合成ケイ酸マグネシウム 1,000 mg を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。

ジニコナゾール標準品 本品はジニコナゾール 98%以上を含む。

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

##### ① 筋肉、脂肪、肝臓、腎臓、魚介類、乳及び卵の場合

筋肉、肝臓、腎臓及び魚介類の場合は試料 20.0 g（脂肪の場合は試料 5.00 g）を量り採り、水 20 mL を加え、ホモジナイズする。乳及び卵の場合は試料 20.0 g を量り採る。これにアセトン及び *n*-ヘキサン（1：2）混液 100 mL を加え、ホモジナイズした後、毎分 2,500 回転で 5 分間遠心分離し、有機層を採る。残留物に *n*-ヘキサン 50 mL を加えてホモジナイズした後、上記と同様に遠心分離する。得られた有機層を合わせ、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に *n*-ヘキサン 30 mL を加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル 30 mL ずつで 3 回振とう抽出する。抽出液を合わせ、40℃以下で濃縮し溶媒を除去する。この残留物に *n*-ヘキサンを加えて溶解し、正確に 10 mL とする。

##### ② はちみつの場合

試料 20.0 g に水 20 mL を加えて溶かした後、アセトン及び *n*-ヘキサン（1：2）混液 100 mL を加え、ホモジナイズした後、毎分 2,500 回転で 5 分間遠心分離し、有機層を採る。残留物に *n*-ヘキサン 50 mL を加えてホモジナイズした後、毎分 2,500 回転で 5 分間遠心分離し、得られた有機層を合わせ、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に *n*-ヘキサンを加えて溶解し、正確に 10 mL とする。

#### 2) 精製

合成ケイ酸マグネシウムミニカラム（1,000 mg）に *n*-ヘキサン 20 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに、1) で得られた溶液を 1 mL 注入した後、*n*-ヘキサン 20 mL を注入し、流出液を捨てる。次いで、アセトン及び *n*-ヘキサン（2：3）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。この残留物をアセトニトリル及び水（1：1）混液に溶解し、正確に 4 mL（脂肪の場合は 1 mL）としたものを試験溶液とする。

## 5. 検量線の作成

ジニコナゾール標準品のアセトニトリル及び水（1：1）混液の溶液を数点調製し、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の濃度は 0.005 mg/L である。

## 6. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、5 の検量線でジニコナゾールの含量を求める。

## 7. 確認試験

LC-MS/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 2.1 mm、長さ 150 mm、粒子径 3 µm

カラム温度：40°C

移動相：アセトニトリル及び 0.1 vol% ギ酸混液（1：9）から（9：1）までの濃度勾配を 10 分間で行い、10 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 326、プロダクトイオン 159、70

注入量：10 µL

保持時間の目安：12 分

## 9. 定量限界

0.01 mg/kg

## 10. 留意事項

### 1) 試験法の概要

ジニコナゾールを試料からアセトン及び *n*-ヘキサン（1：2）混液で抽出し、アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂（はちみつの場合は省略）する。合成ケイ酸マグネシウム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。

### 2) 注意点

なし

## 11. 参考文献

なし

1 2 . 類型  
C