

クロルプロマジン試験法

1. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計を用いる。

2. 試薬・試液

次に示すもの以外は、第2 添加物の部C 試薬・試液等の項に示すものを用いる。

アセトン 当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含まないものを用いる。

スルホン酸塩修飾メタクリレート共重合体ミニカラム (1,000mg) 内径20~21mmのポリエチレン製の
カラム管に、スルホン酸塩修飾メタクリレート共重合体1,000mgを充填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。

メタノール 当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含まないものを用いる。

水 蒸留水、精製水、純水等の化学分析に適したものを用いる。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含む場合には、n-ヘキサン等の溶媒で洗浄したものを用いる。

3. 標準品

クロルプロマジン塩酸塩標準品 本品はクロルプロマジン塩酸塩98%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

a 抽出法

筋肉、脂肪、肝臓、腎臓、乳及び卵並びに魚介類の場合には、試料10.0 gを量り採る。

はちみつの場合には、試料10.0 gを量り採り、水10 gを加えて溶かす。

これにアセトン50mLを加えて細砕した後、毎分3,000回転で5分間遠心分離し、上澄液を分取する。
残留物にアセトン30mLを加えて細砕した後、毎分3,000回転で5分間遠心分離し、上澄液を分取する。
得られた上澄液を合わせ、アセトンで正確に100mLとする。この溶液から正確に10mLを分取し、脂肪
以外の場合には、水3 mL及びギ酸130 μ Lを、脂肪の場合には、水1 mL及びギ酸110 μ Lを添加する。

b 精製法

スルホン酸塩修飾メタクリレート共重合体ミニカラム (1,000mg) に、脂肪以外の場合には、メタ
ノール10mL並びにアセトン、ギ酸及び水の混液 (10 : 0.13 : 3) 10mLを、脂肪の場合には、メタノ
ール10mL並びにアセトン、ギ酸及び水の混液 (10 : 0.11 : 1) 10mLを順次注入し、各流出液は捨てる。
このカラムに a 抽出法で得られた溶液を注入し、流出液は捨てる。更に、ギ酸及びメタノールの混
液 (1 : 99)、メタノール、アセトン各20mLを順次注入し、各流出液は捨てる。次いで、アセトン及
びアンモニア水の混液 (19 : 1) 15mLを注入し、溶出液を40°C以下で約1 mLまで濃縮し、0.1vol%ギ
酸及び0.1vol%ギ酸・アセトニトリル溶液の混液 (3 : 2) で正確に5 mLとしたものを試験溶液とす
る。

5. 操作法

a 検量線の作成

クロルプロマジン塩酸塩標準品の0.1vol%ギ酸及び0.1vol%ギ酸・アセトニトリル溶液の混液（3：2）の溶液を数点調製し、それぞれ液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。なお、4. 試験溶液の調製に従って試験溶液を調製した場合には、試料中0.0001mg/kgに相当する試験溶液の濃度は、0.00002mg/Lである。

b 定量試験

試験溶液を液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計に注入し、a 検量線の作成によりクロルプロマジンの定量を行う。

c 確認試験

液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計により確認する。

d 測定条件

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径2.1mm、長さ150mm、粒子径3 μ m

カラム温度：40℃に保持する。

移動相：0.1vol%ギ酸及び0.1vol%ギ酸・アセトニトリル溶液の混液（3：2）

イオン化モード：エレクトロスプレーイオン化法 ポジティブイオンモード

主なイオン（m/z）：プリカーサーイオン319、プロダクトイオン86、58

注入量：5 μ L

保持時間の目安：4分