

アセトアミノフェン分析法（畜産物）

1. 分析対象化合物

アセトアミノフェン

2. 装置

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC-MS）

3. 試薬、試液

メタノール、水	: LC/MS 用
トリフルオロ酢酸	: 高速液体クロマトグラフィー用
アセトニトリル、 <i>n</i> -ヘキサン	: 特級
4'-ヒドロキシアセトアニリド （アセトアミノフェン）	: 分析用標準品
2'-ヒドロキシアセトアニリド （内部標準物質）	: 分析用標準品
その他の試薬	: 特級
メンブランフィルター	: クロマトディスク 13P 0.2 μm （ジーエルサイエンス製）

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料 2.00 g にアセトニトリルを正確に 20 mL を加え、更に、アセトニトリル飽和ヘキサン 10 mL 及び硫酸ナトリウム 5 g を加え、ホモジナイズした後、遠心分離する。アセトニトリル層から 10 mL を正確に分取し、1-プロパノール 2 mL を加えて、40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に 0.05 μg/mL 内部標準溶液 1.0 mL を正確に加えて溶かし、遠心分離した後、抽出液をメンブランフィルター（0.2 μm）でろ過したものを試験溶液とする。

5. 標準溶液、検量線の作成

1) アセトアミノフェン標準溶液

アセトアミノフェン標準品 10.0 mg をメタノール 1 mL に溶解し、水を加えて正確に 100 mL とする（100.0 μg/mL）。この標準溶液をアセトニトリル及び水（2 : 3）混液で希釈して、1.0 及び 10.0 μg/mL のアセトアミノフェン標準溶液を調製する。

2) 内部標準溶液

内部標準物質標準品 10.0 mg をメタノール 1 mL に溶解し、水を加えて正確に 100 mL とする（100.0 μg/mL）。この内部標準溶液から正確に 1 mL を分取し、アセトニトリル及び水（2 : 3）混液を加えて 100 mL とする。この溶液から正確に 5 mL を分取し、アセトニトリル及び水（2 : 3）混液を加えて 100 mL とし、内部標準溶液（0.05 μg/mL）を調製する。

3) 検量線の作成

5. 1) で調製した標準溶液を 5. 2) で調製した内部標準溶液で希釈し、アセトア

ミノフェンとして 0.01~0.20 µg/mLの溶液を数点調製する。それぞれLC-MSに注入し、ピーク面積法で検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液を LC-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

(例)

装置

Shimadzu LC10 Series

JOEL LMS-BU30 型

カラム

: Inertsil Ph-3

5µm、4.6 mm i.d.×150 mm (ジーエルサイエンス製)

カラム温度

: 40°C

移動相

: 移動相 A ; 0.05%トリフルオロ酢酸溶液

移動相 B ; メタノール

グラジエント

:

1) 筋肉、小腸、腎臓及び脂肪の場合

時間 (分)	0.0	25.0	30.0	40.0	STOP
移動相 A (%)	99	0	0	99	99
移動相 B (%)	1	100	100	1	1

2) 肝臓の場合

時間 (分)	0.0	12.0	30.0	40.0	STOP
移動相 A (%)	99	0	0	99	99
移動相 B (%)	1	100	100	1	1

流量

: 1.0 mL/min

注入量

: 10 µL

保持時間の目安

: 1) 筋肉、小腸、腎臓及び脂肪の場合

アセトアミノフェン ; 約 10 分

内部標準物質 ; 約 12 分

2) 肝臓の場合

アセトアミノフェン ; 約 9 分

内部標準物質 ; 約 10 分

イオン化モード

: APCI (positive)

イオン検出法

SIM 法

モニタリング

イオン

	ターゲットイオン (<i>m/z</i>)
アセトアミノフェン	152.1
内部標準物質	152.1

8. 定量限界
0.01 ppm
9. 添加回収を実施した食品
豚（筋肉、小腸、腎臓、脂肪及び肝臓）
10. 留意事項
特になし

※本分析法は、農産物における作物残留試験等において用いられた残留農薬分析法であり、新たな試験法の開発等の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。