

## キンクロラック試験法（畜産物）

### 1. 分析対象化合物

キンクロラック

### 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。

キンクロラック標準品 本品はキンクロラック 98%以上を含む。

### 5. 試験溶液の調製

試料 10.0 g にアセトン及び塩酸（99：1）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ン及び塩酸（99：1）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、アセトンを加えて正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 4 mL を分取し、2 w/v%炭酸水素ナトリウム含有 10 w/v%塩化ナトリウム溶液 40 mL を加える。酢酸エチル 40 mL を加え、振とうし、酢酸エチル層を除去する操作を 2 回繰り返す。水層に塩酸 1 mL を加え、酢酸エチル 40 mL 及び 20 mL で 2 回振とう抽出する。抽出液を合わせ、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°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にメタノールを加えて溶かし、正確に 4 mL としたものを試験溶液とする。

### 6. 検量線の作成

キンクロラック標準品のメタノー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. の検量線でキンクロラックの含量を求める。

### 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：5 mmol/L酢酸アンモニウム溶液及び5 mmol/L酢酸アンモニウム・メタノール溶液の混液（9：1）から（1：19）までの濃度勾配を20分間で行う。

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 242、プロダクトイオン 196、161

注入量 : 2  $\mu\text{L}$

保持時間の目安 : 11分

#### 10. 定量限界

0.01 mg/kg

#### 11. 留意事項

##### 1) 試験法の概要

キンクロラックを試料から塩酸酸性条件下アセトンで抽出し、塩基性条件下酢酸エチルで洗浄する。酸性条件下酢酸エチルに転溶し、LC-MS/MS で定量及び確認する方法である。

##### 2) 注意点

① キンクロラックの 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 242、プロダクトイオン 161

定性イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 242、プロダクトイオン 196

② 水層に塩酸を加えると激しく発泡するので、発泡が収まってから振とうする。

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、鶏卵

#### 12. 参考文献

なし

#### 13. 類型

C