

ジクロベニル試験法（水産物）

1. 分析対象化合物

ジクロベニル

2. 適用食品

水産物

3. 装置

ガスクロマトグラフ・質量分析計（GC-MS）又はガスクロマトグラフ・タンデム質量分析計（GC-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。

ジクロベニル標準品 本品はジクロベニル98%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料10.0 gを量り採り、*n*-ヘキサン25 mL及び*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル50 mLを加え、ホモジナイズした後、毎分3,000回転で5分間遠心分離し、アセトニトリル層を採る。残留物と*n*-ヘキサン層に*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル25 mLを加え、ホモジナイズした後、毎分3,000回転で5分間遠心分離する。アセトニトリル層を先のアセトニトリル層に合わせ、正確に100 mLとする。

2) 精製

① オクタデシルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（1,000 mg）にアセトニトリル10 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに1) 抽出で得られた溶液から正確に25 mLを分取して注入し、さらにアセトニトリル5 mLを注入して全溶出液を採り、40°C以下で4 mL以下に濃縮する。これに10 w/v%塩化ナトリウム溶液40 mLを加え、*n*-ヘキサン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、40°C以下で約2 mLに濃縮する。

② エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラム（500 mg）に*n*-ヘキサン10 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに①で得られた溶液を注入し、さらに*n*-ヘキサン8 mLを注入して全溶出液を採り、40°C以下で約2 mLに濃縮した後、*n*-ヘキサンで正確に5 mLとしたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

ジクロベニル標準品の*n*-ヘキサン溶液を数点調製し、それぞれGC-MS又はGC-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0.005 mg/kgに相当する試験溶液中濃度は0.0025 mg/Lである。

7. 定量

試験溶液をGC-MS又はGC-MS/MSに注入し、6の検量線でジクロベニルの含量を求める。

8. 確認試験

GC-MS又はGC-MS/MSにより確認する。

9. 測定条件

(例)

カラム：5%フェニル-メチルシリコン 内径0.25 mm、長さ30 m、膜厚0.25 μm

カラム温度：50°C (1分) -25°C/分-125°C (0分) -10°C/分-300°C (10分)

注入口温度：250°C

キャリアーガス：ヘリウム

イオン化モード (イオン化エネルギー) : EI (70 eV)

主なイオン (m/z)

GC-MS : 173、171

GC-MS/MS : プリカーサーイオン 171、プロダクトイオン 136、100

注入量 : 1 μL

保持時間の目安 : 8分

10. 定量限界

0.005 mg/kg

11. 概要

ジクロベニルを試料から*n*-ヘキサン存在下アセトニトリルで抽出し、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムで精製した後、*n*-ヘキサンに転溶する。エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラムで精製した後、GC-MS又はGC-MS/MSで定量及び確認する方法である。

12. 参考

1) ジクロベニルの GC-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) : 171

定性イオン (m/z) : 173

2) ジクロベニルの GC-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 171、プロダクトイオン 100

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 171、プロダクトイオン 136

3) 遠心分離後、アセトニトリル抽出液を採る際に試料残留物の混入が認められる場合には、アセトニトリル抽出液をろ紙でろ過すると良い。

4) 食品によっては、*n*-ヘキサンへの転溶操作の際にエマルジョンが形成されることがある。その場合には、遠心分離 (3,000 回転、5 分間) を行い、*n*-ヘキサン層を採ると良い。

5) ジクロベニルは蒸気圧が高く揮散しやすいため、穏かに濃縮し、乾固させないように十分注意する。

6) 試験法開発時に検討した食品：うなぎ、しじみ

13. 参考文献

なし

14. 類型

C