

## トリブロムサラン及びビチオノール試験法（畜水産物）

### 1. 分析対象化合物

農薬等の成分である物質	分析対象化合物
トリブロムサラン	トリブロムサラン
ビチオノール	ビチオノール

### 2. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計（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。

アセトニトリル 液体クロマトグラフ用に製造したのものを用いる。

水 液体クロマトグラフ用に製造したのものを用いる。

トリブロムサラン標準品 本品はトリブロムサラン98.0%以上を含み、融点は227～228℃である。

ビチオノール標準品 本品はビチオノール98.0%以上を含み、融点は184～187℃である。

### 4. 試験溶液調製法

#### 1) 乳の場合

試料5.0 gを量り採り、アセトニトリル20 mL及びアセトニトリル飽和*n*-ヘキサン20 mLを加えて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。アセトニトリル層及び*n*-ヘキサン層を綿栓ろ過して分液ロートに移し、アセトニトリル層を採る。これに*n*-プロパノール10 mLを加え40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル1 mLを加えて溶解した後、孔径0.2 μmのメンブランフィルターでろ過して、これを試験溶液とする。

#### 2) 筋肉、脂肪、肝臓、腎臓及びその他の食用部分の場合

試料5.0 gを量り採り、1 mol/L塩酸10 mL及び酢酸エチル50 mLを加えてホモジナイズした後、毎分3,000回転で5分間遠心分離し、酢酸エチル層をすり合わせ減圧濃縮器中に採る。残留物に酢酸エチル20 mLを加えて5分間激しく振り混ぜた後、上記と同様に遠心分離し、得られた酢酸エチル層をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル20 mL及びアセトニトリル飽和*n*-ヘキサン20 mLを加え5分間激しく振り混ぜた後、アセトニトリル層を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル1.0 mLを加えて溶解した後、孔径0.2 μmのメンブランフィルターでろ過して、これを試験溶液とする。

## 5. 検量線の作成

トリブロムサラン標準品について、0.006～0.1 mg/Lのアセトニトリル溶液を数点調製する。

ビチオノール標準品について、0.002～0.1 mg/Lのアセトニトリル溶液を数点調製する。  
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。

## 6. 定量

試験溶液をLC/MS/MSに注入し、5の検量線でトリブロムサラン及びビチオノ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

LC/MS/MS

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径2.0～6.0 mm、長さ50～250 mm、粒子径2～5 μm

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル、水及びギ酸（500：500：1）混液

主なイオン ( $m/z$ )：ESI（-） トリブロムサラン251/448、ビチオノール161/355

保持時間の目安：7～10分

## 9. 定量限界

トリブロムサラン 0.005 mg/kg

ビチオノール 0.002 mg/kg

## 10. 留意事項

### 1) 試験法の概要

トリブロムサラン及びビチオノールを乳の場合はアセトニトリルで、その他の場合は酢酸エチルで抽出し、アセトニトリル/ヘキサン分配により脱脂した後、それぞれLC/MS/MSで測定する方法である。

### 2) 注意点

試験溶液をLC/MS/MSに注入した際に、ピーク高さ又はピーク面積の増強又は抑制が認められる場合には、以下の操作に準じて定量を行うこと。

試験溶液Ⅰ：4で得られた試験溶液0.1 mLに、基準値相当濃度の標準品のアセトニトリル溶液0.1 mLを加える。

試験溶液Ⅱ：4で得られた試験溶液0.1 mLに、基準値の2倍相当濃度の標準品のアセトニトリル溶液0.1 mLを加える。

本試験法において検体5.0 gから試験溶液1.0 mLが得られるので、基準値相当濃度の標準品のアセトニトリル溶液は、次の通り計算する。

$$\text{基準値相当濃度 (mg/L)} = \text{基準値 (ppm)} \times 5.0 \text{ (g)} \div 1.0 \text{ (mL)}$$

試験溶液Ⅰ及びⅡをそれぞれHPLCに注入し、ピーク高さ又はピーク面積を求め、次式により含量を計算する。

$$\text{含量 (ppm)} = \text{基準値 (ppm)} \times (2a - b) \div (b - a)$$

a：試験溶液Ⅰのピーク高さ又はピーク面積

b：試験溶液Ⅱのピーク高さ又はピーク面積

含量が基準値の2倍を超える場合は、試験溶液をアセトニトリルで希釈して、基準値相当濃度以上、基準値の2倍相当濃度以下となるように調製した後、試験溶液Ⅰ及びⅡを調製し、上記と同様に操作して求めた含量に希釈倍率を乗じて、希釈前の含量を求める。

## 11. 参考文献

なし

## 12. 類型

C