

## キンクロラック試験法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

キンクロラック

メチル3,7-ジクロロ-8-キノリンカルボキシレート（以下「代謝物C」という。）

### 2. 適用食品

穀類、種実類、果実及びその他のハーブ

### 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。

代謝物C標準品 本品は代謝物C98%以上を含む。

### 5. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

##### ① 穀類及び種実類の場合

試料10.0gに水20mLを加え、30分間放置する。これに1 vol%塩酸・アセトン溶液100mL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1 vol%塩酸・アセトン溶液50mL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、1 vol%塩酸・アセトン溶液で正確に200mLとする。この溶液から正確に2 mLを分取し、0.1 vol%塩酸20mLを加える。

##### ② 果実及び野菜の場合

試料20.0gに1 vol%塩酸・アセトン溶液100mL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1 vol%塩酸・アセトン溶液50mL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、1 vol%塩酸・アセトン溶液で正確に200mLとする。この溶液から正確に1 mLを分取し、0.1 vol%塩酸20mLを加える。

#### 2) 精製

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（1,000mg）に、メタノール及び0.1 vol%塩酸各5 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに1)で得られた溶液を注入した後、0.1 vol%塩酸及びメタノール（4：1）混液10mLを注入し、流出液は捨てる。次い

で、0.1vol%塩酸及びメタノール（1：4）混液10mLを注入し、溶出液を採り、0.1vol%塩酸及びメタノール（1：4）混液を加えて正確に10mL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及び代謝物C標準品の標準原液を調製する。各標準原液を適宜混合して0.1vol%塩酸及びメタノール（1：4）混液で希釈した溶液を数点調製し、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0.01mg/kg（代謝物Cはキンクロラック換算）に相当する試験溶液中濃度は0.0001mg/L（代謝物Cはキンクロラック換算）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及び代謝物Cの含量を求め、次式により、代謝物Cを含むキンクロラックの含量を求める。

キンクロラック（代謝物Cを含む。）の含量（ppm） =  $A + B \times 0.9452$

A：キンクロラックの含量（ppm）

B：代謝物Cの含量（ppm）

## 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2.1mm、長さ150mm、粒子径5  $\mu$ m

カラム温度：40°C

移動相：アセトニトリル及び0.1 vol%ギ酸（2：3）混液で6分間保持し、（4：1）までの濃度勾配を4分間で行った後、（4：1）で5分間保持する。

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（ $m/z$ ）

キンクロラック：プリカーサーイオン242、プロダクトイオン224、161

代謝物C：プリカーサーイオン256、プロダクトイオン196、161

注入量：10  $\mu$ L

保持時間の目安：キンクロラック：5分

代謝物C：11分

## 10. 定量限界

各化合物0.01mg/kg（代謝物Cはキンクロラック換算）

## 11. 留意事項

### 1) 試験法の概要

キンクロラック及び代謝物Cを試料から塩酸酸性下、アセトンで抽出し、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、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。なお、キンクロラックと代謝物Cのそれぞれについて定量を行い、代謝物Cを含むキンクロラックの含量を求める場合には、代謝物Cの含量に換算係数を乗じてキンクロラックの含量に換算し、これらの和を分析値とする。

### 2) 注意点

① キンクロラック及び代謝物C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。

#### ・キンクロラック

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224

#### ・代謝物C

定量イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン256、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256、プロダクトイオン196

② 試験法開発に検討した食品：玄米、ブルーベリー、バジル及びなたね

## 12. 参考文献

なし

## 13. 類型

C