

## プラジクアンテル試験法（畜水産物）

## 1. 分析対象化合物

プラジクアンテル

## 2. 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ（HPLC-UV）又は多波長検出器付き高速液体クロマトグラフ（HPLC-DAD）及び液体クロマトグラフ・質量分析計（LC/MS）

## 3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の2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ものを用いる。

水 液体クロマトグラフ用に製造したものを用いる。

メタノール 液体クロマトグラフ用に製造したものを用いる。

プラジクアンテル標準品 本品はプラジクアンテル 98%以上を含み、融点は 136～140℃である。

## 4. 試験溶液調製

## 1) 抽出

試料 5.00 g を量り採り、アセトニトリル 30 mL を加えて細砕した後、毎分 2,800 回転で5分間遠心分離し、アセトニトリル層を採る。残留物にアセトニトリル 30 mL を加えて、振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、毎分 2,800 回転で5分間遠心分離し、アセトニトリル層を先のアセトニトリル層に合わせる。これにアセトニトリル飽和 *n*-ヘキサン 30 mL を加えて、振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、アセトニトリル層をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、45℃以下でアセトニトリルを除去する。この残留物に水及びメタノール（3：2）混液 10 mL を加えて溶かす。

## 2) 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、メタノール 10 mL 及び水 15 mL を順次注入し、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た後、水及びメタノール（3：2）混液 25 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムにメタノール 10 mL を注入し、溶出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、45℃以下でメタノールを除去する。この残留物に酢酸エチル及び *n*-ヘキサン（1：4）混液 2 mL を加えて溶かす。

## 3) シリカゲルカラムクロマトグラフィー

シリカゲルミニカラム（690 mg）に、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン（1：4）混液 5 mL 注入し、流出液は捨てる。このカラムに2)で得られた溶液を注入した後、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン（1：4）混液 8 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに酢酸エチル及び *n*-ヘキサン（3：2）混液 10 mL を注入し、溶出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、45℃以下で酢酸エチル及び *n*-ヘキサンを除去する。この残留物にアセトニトリル及び水（1：2）混液 1.0 mL を加えて溶かし、これを試験溶液とする。

## 5. 検量線の作成

プラジクアンテル標準品の 10 mg/100 mL アセトニトリル溶液を調製し、アセトニトリル及び水（1：2）混液で希釈して 0.05～2.0 mg/L の標準溶液を数点調製する。それぞれ HPLC-UV 又は HPLC-DAD 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 HPLC-UV 又は HPLC-DAD に注入し、5 の検量線でプラジクアンテルの含量を求める。

## 7. 確認試験

LC/MS 又は LC/MS/MS により確認する。

## 8. 測定条件

### HPLC

検出器：UV 又は DAD（210 nm 付近の極大波長）

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 100～250 mm

粒子径 2～5  $\mu\text{m}$

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル及び水（1：2）混液

保持時間の目安：18 分

## 9. 定量限界

0.01 mg/kg

## 10. 留意事項

### 1) 試験法の概要

プラジクアンテルを試料からアセトニトリルで抽出し、アセトニトリル飽和 n-ヘキサンで洗浄する。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム次いでシリカゲルミニカラムで精製した後、HPLC-UV 又は HPLC-DAD で測定し、LC/MS 又は LC/MS/MS で確認する方法である。

### 2) 注意点

① HPLC-UV、HPLC-DAD、LC/MS 及び LC/MS/MS における標準溶液及び試験溶液の標準的な注入量は、内径 3.0 mm のカラムにおいて 10  $\mu\text{L}$  であるが、カラム及び装置により最適な注入量が異なる場合があるので、必要に応じて最適注入量を検討すること。

② LC/MS における測定条件は用いる装置により、最適なイオン化方法、生成するイオ

ンが異なる場合があるので、装置ごとに最適条件を検討すること。  
③ HPLC-UV 又は HPLC-DAD による定量が困難な場合は、LC/MS 又は LC/MS/MS により  
定量すること。

11. 参考文献  
なし

12. 類型  
C