

## アルベンダゾール及びチアベンダゾール試験法（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
アルベンダゾール	5-プロピルスルホニル-1 <i>H</i> -ベンズイミダゾール-2-アミン
チアベンダゾール	チアベンダゾール、5-ヒドロキシチアベンダゾール

### 2. 適用食品

畜水産物

### 3. 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）

蛍光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ（HPLC-FL）

### 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。

5-プロピルスルホニル-1*H*-ベンズイミダゾール-2-アミン標準品 本品は 5-プロピルスルホニル-1*H*-ベンズイミダゾール-2-アミン 98%以上を含む。

チアベンダゾール標準品 本品はチアベンダゾール 98%以上を含む。

5-ヒドロキシチアベンダゾール標準品 本品は 5-ヒドロキシチアベンダゾール 98%以上を含む。

### 5. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

##### ① 筋肉、脂肪、肝臓、腎臓及び乳の場合

試料 5.00 g に酢酸エチル 50 mL 及び 4 mol/L 炭酸カリウム溶液 1 mL を加え、ホモジナイズした後、毎分 2,600 回転で 5 分間遠心分離し、上澄液を採る。残留物に沈殿に酢酸エチル 50 mL を加えてホモジナイズした後、遠心分離し、上澄液を採る。得られた上澄液を合わせ、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、溶媒を酢酸エチルを除去する。この残留物にアセトニトリル 50 mL を加えて溶かし、200 mL の分液漏斗（Ⅰ）中に移す。これにアセトニトリル飽和 *n*-ヘキサン 50 mL を加えて振とう抽出し、アセトニトリル層を採り、200 mL の分液漏斗（Ⅱ）中に移す。これにアセトニトリル飽和 *n*-ヘキサン 50 mL を加えて振とう抽出し、アセトニトリル層を採り、*n*-ヘキサン層を分液漏斗（Ⅰ）中に合わせる。これにアセトニトリル 10 mL を加えて振とう抽出し、アセトニトリル層を先のアセトニトリル層に合わせ、40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に酢酸エチル 1

mL を加えて溶かす。

② ①に掲げる食品以外の食品の場合

①の場合に準じて抽出を行う。

## 2) 精製

アルミナ (中性) ミニカラム (1,850 mg) に、酢酸エチル 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を注入し、流出液は捨てる。次いで、酢酸エチル及びメタノール (3 : 7) 混液 15 mL を注入し、溶出液を 40°C 以下で濃縮し溶媒を除去する。この残留物をアセトニトリル及び 0.025 mol/L リン酸一ナトリウム溶液 (1 : 4) 混液に溶かし、正確に 1 mL としたものを試験溶液とする。

## 6. 検量線の作成

5-プロピルスルホニル-1*H*-ベンズイミダゾール-2-アミン標準品、チアベンダゾール標準品及び 5-ヒドロキシチアベンダゾール標準品をそれぞれメタノールに溶解して標準原液とする。各標準原液を適宜混合してアセトニトリル及び 0.025 mol/L リン酸一ナトリウム溶液 (1 : 4) 混液で希釈した溶液を数点調製し、それぞれを HPLC 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、試料中における 5-プロピルスルホニル-1*H*-ベンズイミダゾール-2-アミン 0.01 mg/kg、チアベンダゾール 0.002 mg/kg 及び 5-ヒドロキシチアベンダゾール 0.02 mg/kg に相当する試験溶液中濃度は、それぞれ 0.05 mg/mL、0.01 mg/mL 及び 0.1 mg/mL である。

## 7. 定量

試験溶液を HPLC に注入し、6. の検量線で各化合物の含量を求める。

## 8. 確認試験

HPLC-UV 及び HPLC-FL 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 4.0~6.0 mm、長さ 150 mm、粒子径 5 µm

カラム温度 : 40°C

検出器

FL (励起波長 300 nm、蛍光波長 370nm) : チアベンダゾール及び 5-プロピルスルホニル-1*H*-ベンズイミダゾール-2-アミン

UV (吸収波長 298 nm) : 5-ヒドロキシチアベンダゾール  
移動相 : アセトニトリル及び 0.025 mol/L リン酸一ナトリウム溶液 (1 : 4) 混液  
注入量 : 20 µL  
保持時間の目安 : チアベンダゾール 10 分

## 10. 定量限界

5-プロピルスルホニル-1*H*-ベンズイミダゾール-2-アミン 0.01 mg/kg  
チアベンダゾール 0.002 mg/kg  
5-ヒドロキシチアベンダゾール 0.02 mg/kg

## 11. 留意事項

### 1) 試験法の概要

5-プロピルスルホニル-1*H*-ベンズイミダゾール-2-アミン、チアベンダゾール及び 5-ヒドロキシチアベンダゾールを試料から塩基性酢酸エチルで抽出し、アセトニトリル/ヘキササン分配アルミナ (中性) ミニカラムで精製した後、HPLC-FL 又は HPLC-UV で定量及び確認する方法である。

### 2) 留意点

以下の試験法については、本通知の試験法と同等以上の性能を有すると認められる試験法であるので、留意されたい。

本通知の試験法の 5. 試験溶液の調製の 1) 抽出を次の方法によるもの。

#### 1) 抽出

試料 5.00 g に飽和炭酸水素ナトリウム溶液及び飽和炭酸ナトリウム溶液 (1 : 9) 混液 1 mL 及び酢酸エチル 50 mL を加え、ホモジナイズした後、毎分 2,600 回転で 5 分間遠心分離し、上澄液を採る。以下 5. 試験溶液の調製の 1) 抽出と同様に操作する。

## 12. 参考文献

なし

## 13. 類型

A