

## モネパンテル分析法（畜産物）

### 1. 分析対象化合物

モネパンテルスルホン

### 2. 装置

高速液体クロマトグラフ（HPLC）

### 3. 試薬、試液

アセトニトリル	:	super gradient grade
メタノール	:	HPLC 用
モネパンテルスルホン標準品	:	分析用標準品
メンブランフィルター	:	Advantec HP045 (0.45 $\mu$ m)
ポリマーSPE カラム	:	Phenomenex Strata-X、33 $\mu$ m Polymeric Sorbent 60 mg, 3 mL (腎臓、筋肉及び脂肪)
C18 SPE カラム	:	Varian Bond Elut C18, 200 mg (肝臓)

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

##### ① 肝臓、腎臓、筋肉

試料 1.0 g にアセトニトリル 9.0 mL を加え、2 分間（回転数 8500～13500 rpm）ホモジナイズする。3000 rpm で 10 分間遠心分離した後、上清（約 2 mL）をメンブランフィルターでろ過する。ろ液 0.5 mL にメタノール 0.1 mL 及び水 0.4 mL を加えて試験溶液とする。

##### ② 脂肪

試料 1.0 g にアセトニトリル 9.0 mL を加え、振とう器で 10 分間（約 350 rpm）抽出した後、10 分間超音波処理する。3000 rpm で 10 分間遠心分離した後、上清（約 2 mL）をメンブランフィルターでろ過する。ろ液 0.5 mL にメタノール 0.1 mL 及び水 0.4 mL を加えて試験溶液とする。

#### 2) 精製（0.050 ppm 未満の測定を実施する場合）

##### ① 腎臓、筋肉及び脂肪

4. 1) ①で得た上清 1.0 mL に水 2.5 mL を加え、アセトニトリル及び水 1 mL ずつでコンディショニングしたポリマーSPE カラムに負荷する。水/アセトニトリル混液(7:3) 2 mL で洗った後、アセトニトリル 1 mL で溶出させる。溶出液は窒素気流下で蒸発乾固し、移動相 0.5 mL に溶かし、試験溶液とする。

## ② 脂肪

4. 1) ②で得た上清 2.0 mL に水 5.0 mL を加え、メタノール及び水 2 mL ずつでコンディショニングした C18 SPE カラムに負荷する。水/メタノール混液 (7 : 3) 2 mL で洗った後、メタノール 2 mL で溶出させる。溶出液は窒素気流下で蒸発乾固し、移動相 1 mL に溶かし、試験溶液とする。

## 5. 検量線の作成

モネパンテルスルホン標準品をアセトニトリルに溶解し、10 µg/mL 及び 1 µg/mL 溶液を調製する。調製した標準液を移動相 (アセトニトリル/水/メタノール (5 : 4 : 1)) で希釈し、1、0.5、0.1、0.01、0.005 及び 0.002 µg/mL 溶液を調製し、それぞれ HPLC に注入し、ピーク面積法で検量線を作成する。

## 6. 定量

試験溶液を HPLC に注入し、6 つの検量線を用いて含量を測定する。

## 7. 測定条件

### 2 カラムによるスイッチング

カラム 1	:	Phenomenex Luna 3µ C18(2) (3.0 mm i.d. × 150 mm)
カラム 2	:	Waters, NovaPak Phenyl, 4 µm (3.9 mm i.d. × 150 mm)
ガードカラム	:	Phenomenex C18 (3.0 mm i.d. × 4 mm)
移動相	:	アセトニトリル、水およびメタノール溶液 (5 : 4 : 1、V/V/V)
流速	:	カラム 1 : 0.5 mL/min (9 分) ⇒ カラム 2 : 0.4 mL/min (18 分)
検出器	:	紫外吸光光度計 (測定波長 : 230 nm)
注入量	:	50 µL
カラム温度	:	40°C
保持時間の目安	:	モネパンテル (親化合物) ; 約 18.1 分、モネパンテルスルホン ; 約 18.2 分

## 8. 定量限界

0.05 ppm (精製操作なし)、0.01 ppm (精製操作あり)

## 9. 留意事項

特になし。

※ 本分析法は、農産物における作物残留試験等において用いられた残留農薬分析法であり、新たな試験法の開発等に際して参考として下さい。なお、当該分析法をもとに開発した試験法を食品規格への適合判定のために使用する場合には、「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインの一部改正について（平成 22 年 12 月 24 日薬食発 1224 第 1 号）」に従って使用する試験法の妥当性を評価する必要があります。