

## セファゾリン、セファピリン、セファレキシシ、セファロニウム、セフォペラゾン及びセフロキシム試験法（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
セファゾリン	セファゾリン
セファピリン	セファピリン
セファレキシシ	セファレキシシ
セファロニウム	セファロニウム
セフォペラゾン	セフォペラゾン
セフロキシム	セフロキシム

### 2. 装置

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。

メタノール 液体クロマトグラフ用に製造したのものを用いる。

ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（60 mg） 内径12～13 mmのポリエチレン製のカラム管にジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体60 mgを充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

セファゾリンナトリウム標準品 本品はセファゾリンナトリウム97%以上を含む。

セファピリンナトリウム標準品 本品はセファピリンナトリウム90%以上を含む。

セファレキシシ標準品 本品はセファレキシシ99%以上を含む。

セファロニウム標準品 本品はセファロニウム98%以上を含む。

セフォペラゾンナトリウム標準品 本品はセフォペラゾンナトリウム95%以上を含む。

セフロキシムナトリウム標準品 本品はセフロキシムナトリウム99%以上を含む。

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

(1) 筋肉の場合

試料5.00 gを量り採り、メタノール及び0.2%メタリン酸溶液（3：7）混液100 mLを加えて細砕した後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にメタノール及び0.2%メタリン酸溶液（3：7）混液20 mLを加えてかき混ぜた後、上記と同様に操作して、ろ液を合わせ、40℃以下で約30 mLに濃縮する。

#### (2) 脂肪の場合

試料5.00 gを量り採り、*n*-ヘキサン30 mL及び0.2%メタリン酸溶液70 mLを加えて細砕した後、毎分3,000回転で5分間遠心分離し、0.2%メタリン酸溶液層を採る。

#### (3) 肝臓、腎臓、乳及びその他の食用部分の場合

試料5.00 gを量り採り、メタノール及び0.2%メタリン酸溶液（3：7）混液100 mLを加えて細砕し、ケイソウ土3 gを加えて混和した後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にメタノール及び0.2%メタリン酸溶液（3：7）混液20 mLを加えてかき混ぜた後、上記と同様に操作して、ろ液を合わせ、40℃以下で約30 mLに濃縮する。

### 2) 精製

ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（60 mg）に、メタノール5 mL及び水5 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5 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムにメタノール5 mLを注入し、溶出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40℃以下でメタノールを除去する。この残留物に水及びメタノール（7：3）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

セファロニウム標準品は10 mgを水3 mLに溶解後、メタノールを加えて100 mLとする。その他の各標準品は10 mg/100 mLメタノール溶液を調製する。これらを水及びメタノール（7：3）混液で希釈して0.05～5 mg/Lの標準溶液を数点調製する。それぞれLC/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に注入し、5の検量線で各物質の含量を求める。

### 7. 確認試験

LC/MSにより確認する。

### 8. 測定条件

LC/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 100～250 mm、粒子径2～5 μm

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル及び0.01%ギ酸溶液の混液（1：19）から（1：1）までの濃度勾配を20分間で行う。

主なイオン ( $m/z$ )	セファゾリン	ESI (+) において455
	セファピリン	ESI (+) において424
	セファレキシシ	ESI (+) において348
	セファロニウム	ESI (+) において459
	セフォペラゾン	ESI (+) において646又はESI (-) において644
	セフロキシム	ESI (-) において423

保持時間の目安：10分（セファピリン）

## 9. 定量限界

各分析対象化合物について0.01 mg/kg

## 10. 留意事項

### 1) 試験法の概要

セファゾリン、セファピリン、セファレキシシ、セファロニウム、セフォペラゾン及びセフロキシムを試料からメタノール及び0.2%メタリン酸溶液の混液、または、0.2%メタリン酸溶液で抽出し、ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラムで精製した後、LC/MSで測定及び確認する方法である。

### 2) 注意点

(1) LC/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  $\mu$ 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。

## 11. 参考文献

なし

## 12. 類型

C