

## プロピリスルフロンの試験法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

プロピリスルフィン

### 2. 適用食品

穀類

### 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。

プロピリスルフィン標準品 本品はプロピリスルフィン95%以上を含む。

### 5. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

試料10.0 gに水20 mLを加え、30分間放置する。これにアセトン100 mL及び1 mol/L塩酸2 mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン50 mL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、アセトンを加えて正確に200 mLとする。この溶液から正確に10 mLを分取し、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。残留物に飽和塩化ナトリウム溶液10 mLを加え、酢酸エチル10 mLずつで2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル10 mLを加えて溶かす。

#### 2) 精製

##### ① エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラム（500 mg）にアセトン及びアセトニトリル各10 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、アセトニトリル5 mL及びアセトン10 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。次いで、1 vol %ギ酸・アセトン溶液10 mLを注入し、溶出液を40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル及び水（1：4）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（500 mg）にアセトニトリル及び水各10 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、流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル及び水（3：2）混液10 mLを注入し、溶出液を採り、アセトニトリル及び水（3：2）混液で正確に10 mLとしたものを試験溶液とする。

### 6. 検量線の作成

プロピリスルフィン標準品をアセトンに溶解して標準原液とする。標準原液をアセトニトリル及び水（3：2）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0.01 mg/kgに相当する試験溶液中濃度は0.0005 mg/Lである。

## 7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6. の検量線でプロピリスルフロンの含量を求める。

## 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2.1 mm、長さ100 mm、粒子径3 μm

カラム温度：40℃

移動相：0.01 vol %酢酸及び0.01 vol %酢酸・アセトニトリル溶液（7：3）混液で0.5分間保持した後、（1：4）までの濃度勾配を2.5分間で行い、（1：4）で6分間保持する。

イオン化モード：ESI (+)

主なイオン (m/z)：プリカーサーイオン 456、プロダクトイオン 261、196

注入量：5 μL

保持時間の目安：6分

## 10. 定量限界

0.01 mg/kg

## 11. 留意事項

### 1) 試験法の概要

プロピリスルフロンを試料から塩酸酸性下アセトンで抽出し、酢酸エチルに転溶した後、エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラム及びオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムで精製し、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。

### 2) 注意点

- ① 開発時に用いた遠心分離機における毎分3,000回転は、約1,710×gである。
- ② エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラム（500 mg）及びオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（500 mg）は、内径12~13 mmのカラムも使用可能である。
- ③ 酢酸エチルに転溶する際、エマルジョンが生成した場合は、毎分3,000回転で5分間遠心分離を行うと良い。
- ④ マトリックスの影響によりオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム溶出状況が変動する可能性がある。
- ⑤ プロピリスルフロンの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。  
定量イオン (m/z)：プリカーサーイオン456、プロダクトイオン261  
定性イオン (m/z)：プリカーサーイオン456、プロダクトイオン196
- ⑥ 試験法開発時に検討した食品：玄米

12. 参考文献

なし

13. 類型

C