

プロピリスルフロンの試験法（水産物）

1. 分析対象化合物

プロピリスルフィン

2. 適用食品

水産物

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にアセトン及び*n*-ヘキサン（1：2）混液70 mL、1 mol/L塩酸6 mL及び塩化ナトリウム8 gを加え、ホモジナイズする。毎分3,000回転で5分間遠心分離し、有機層を採る。残留物及び水層に、アセトン及び*n*-ヘキサン（1：2）混液30 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様に遠心分離し、有機層を採る。得られた有機層を合わせ、アセトン及び*n*-ヘキサン（1：2）混液を加えて正確に100 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。この残留物に*n*-ヘキサン20 mLを加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル20 mLずつで2回振とう抽出し、抽出液を合わせる。

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を注入し、さらにアセトン10 mLを注入し、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（3：7）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）混液を加えて正確に10 mLとしたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

プロピリスルフロンの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0.001 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性下、飽和量の塩化ナトリウムを添加してアセトン及び*n*-ヘキサン（1：2）混液で抽出し、アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂する。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た後、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 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。

④ 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

⑤ 試験法開発時に検討した食品：うなぎ、しじみ

12. 参考文献

なし

13. 類型

C