

プロピリスルフロン分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

プロピリスルフロン

2. 装置

高速液体クロマトグラフ・質量分析計（LC-MS/MS）

3. 試薬、試液

アセトニトリル	:	残留農薬試験用
メタノール	:	LC/MS 用
水	:	脱イオン水を Milli-Q System（Millipore 製）で精製した
プロピリスルフロン	:	分析用標準品
その他の試薬	:	特級
ポリマー系ミニカラム	:	GL-Pak PLS、0.5g/6mL（ジーエルサイエンス製）

4. 試験溶液の調

1) 抽出（玄米の場合）

粉碎した試料 10 g に水 20 mL を加え、2 時間膨潤させ、セトニトリル/水（5 : 5、v/v）混液 100 mL を加え 30 分間振とうする。抽出物をガラス繊維ろ紙で吸引濾過し、残渣を同混合液 50 mL で洗い、ろ過し、アセトニトリルを加えて正確に 200 mL とする。その 4 mL を減圧濃縮後、水 5 mL に溶解する。

2) 精製

ポリマー系ミニカラムにアセトニトリルおよび水を順次 5 mL ずつ注入し、流出液は捨てる。このカラムに 1) で調製し溶解液 5 mL を注入する。その後、アセトニトリルおよび水混液（5:95、v/v）5 mL でミニカラムを洗浄した後、アセトニトリルおよび水混液（6:4、v/v）12 mL を注入し、溶出液を試験溶液とする。

5. 検量線の作成

プロピリスルフロンをアセトニトリルに溶解し、100 mg/L 標準原液を調製する。この標準原液をメタノール/水（1:4、v/v）で希釈して数点の標準溶液を調製し、それぞれ LC-MS/MS 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 LC-MS/MS に注入し、5 の検量線を用いて含量を定量する。

7. 測定条件

(例)

カラム	: CAPCELL PAK C ₁₈ MGII (5・m、2 mm i. d. ×150 mm、資生堂製)
カラム温度	: 40℃
移動相	: 10mM 酢酸アンモニウム/メタノール (90 : 10、v/v) ⇒ (10 分) ⇒ (60 : 40、v/v) ⇒ (5 分) ⇒ (30 : 70、v/v) ⇒ (0 分) ⇒ (10 : 90、v/v) ⇒ (10 分)
流量	: 0.2mL/min
注入量	: 10・L
保持時間の目安	: プロピリスルフロンのみ ; 16.8 分
イオン化モード	: ESI (+)
モニタリングイオン	: プリカーサーイオン (<i>m/z</i>) 456、プロダクトイオン (<i>m/z</i>) 260. 6

8. 定量限界

0.01 ppm

9. 添加回収試験を実施した食品 米

10. 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。