

## プロパモカルブ試験法（畜水産物）

### 1. 分析対象化合物

プロパモカルブ

### 2. 適用食品

畜水産物

### 3. 装置

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC-MS）又は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。

プロパモカルブ標準品 本品はプロパモカルブ 98%以上を含む。

### 5. 試験溶液の調製

#### 1) 筋肉、脂肪、肝臓、腎臓、魚介類、乳及び鶏卵の場合

試料 10.0 g（脂肪の場合は 5.00 g）にアセトン 50 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。得られたろ液同士を合わせ、1 mol/L 塩酸 5 mL 及び飽和塩化ナトリウム溶液 50 mL を加えた後、*n*-ヘキサン 50 mL で2回洗浄する。次いで、10 w/v%水酸化ナトリウム溶液 5 mL を加え、酢酸エチル 50 mL ずつで2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に水及びメタノール（9 : 1）混液を加えて正確に 10 mL（脂肪の場合は 5 mL）としたものを試験溶液とする。

#### 2) はちみつの場合

試料 10.0 g に飽和塩化ナトリウム溶液 50 mL を加えて溶解する。これにアセトン 50 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。得られた液同士を合わせ、1 mol/L 塩酸 5 mL を加えた後、*n*-ヘキサン 50 mL で2回洗浄する。次いで、10 w/v%水酸化ナトリウム溶液 5 mL を加え、酢酸エチル 50 mL ずつで2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40°C 以下で濃縮

し、溶媒を除去する。この残留物に水及びメタノール（9：1）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

プロパモカルブ標準品の水及びメタノール（9：1）混液の溶液を数点調製し、それぞれ LC-MS 又は 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、試料中 0.01 mg/kg に相当する試験溶液中濃度は 0.01 mg/L である。

#### 7. 定量

試験溶液を LC-MS 又は LC-MS/MS に注入し、6 の検量線でプロパモカルブの含量を求める。

#### 8. 確認試験

LC-MS 又は 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 150 mm、粒子径 3  $\mu\text{m}$

カラム温度：40°C

移動相：0.2 mol/L 酢酸アンモニウム溶液、水及びメタノール混液（1：17：2）から（1：0：19）までの濃度勾配を 2 分間で行い、（1：0：19）で 4 分間保持する。

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（ $m/z$ ）

LC-MS の場合：189、102

LC-MS/MS の場合：プリカーサーイオン 189、プロダクトイオン 144、102

注入量：5  $\mu\text{L}$

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

プロパモカルブを試料からアセトンで抽出し、塩酸及び飽和塩化ナトリウム溶液を加えて、*n*-ヘキサンで洗浄する。次いで、水酸化ナトリウム溶液を添加して塩基性として酢酸エチルに転溶した後、LC-MS 又は LC-MS/MS で定量及び確認する方法である。

## 2) 注意点

- ① プロパモカルブの LC-MS 及び 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。

### LC-MS の場合

定量イオン ( $m/z$ ) : 102

定性イオン ( $m/z$ ) : 189

### LC-MS/MS の場合

定量イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 189、プロダクトイオン 102

定性イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 189、プロダクトイオン 144

- ② 鶏卵の場合は、振とう操作でエマルジョンを生じ、遠心分離を行っても消失しないことがある。その場合には、振とうは緩やかに行うとよい。
- ③ 試験法開発時に、牛の脂肪において  $m/z$  189 の強度が小さくなる場合があった。その場合には、LC-MS 測定の定性イオンは  $m/z$  144 を用いるとよい。加えて、LC-MS/MS 測定では、プリカーサーイオンに  $m/z$  189 を用いた場合は定量値が小さくなるので注意すること。
- ④ 試験溶液用バイアルについては、プロパモカルブはガラス製バイアルに吸着することがあるので、ポリプロピレン等のガラス製以外のものを使用すると良い。
- ⑤ 試験法開発時に検討した食品：牛の筋肉・脂肪・肝臓・乳、鶏の筋肉・卵、さけ、うなぎ、しじみ及びはちみつ

## 12. 参考文献

厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知 食安発第 0124001 号の第 3 章個別試験法の「プロパモカルブ試験法（農産物）（平成 17 年 1 月 24 日）

## 13. 類型

C