

シラフルオフェン試験法（畜水産物）

1. 分析対象化合物

シラフルオフェン

2. 適用食品

畜水産物

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。

シラフルオフェン標準品 本品はシラフルオフェン98%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

筋肉、脂肪、内臓及び魚介類の場合は、試料10.0gに水10mLを加え、ホモジナイズする。

乳及び卵の場合は、試料10.0gを量り採る。

これにアセトン及び*n*-ヘキサン（1：2）混液50mLを加えてホモジナイズした後、毎分3,000回転で5分間遠心分離し、有機層を採る。残留物に*n*-ヘキサン30mLを加え、ホモジナイズした後、上記と同様に遠心分離する。得られた有機層を合わせ、*n*-ヘキサンを加えて正確に100mLとする。この溶液から正確に10mLを分取し、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に*n*-ヘキサン10mLを加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル20mLずつで2回振とう抽出した後、さらに、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル10mLで振とう抽出する。抽出液を合わせ、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に*n*-ヘキサン5mLを加えて溶かす。

2) 精製

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（500mg）に*n*-ヘキサン10mLを注入し、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、*n*-ヘキサン10mLを注入し、負荷液を含む全溶出液を採り、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトニトリルに溶かし、正確に5mLとしたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

シラフルオフェン標準品のアセトニトリル溶液を数点調製し、それぞれを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0.01mg/kgに相当する試験溶液中濃度は0.002mg/Lである。

7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6. の検量線でシラフルオフェンの含量を求める。

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2.1mm、長さ150mm、粒子径3 μ m

カラム温度：40°C

移動相：20mmol/L 酢酸アンモニウム溶液及び20mmol/L 酢酸アンモニウム・メタノール溶液の混液（2：3）で2分間保持した後、（1：49）までの濃度勾配を3分間で行い、（1：49）で9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426、プロダクトイオン287、181、168

注入量：2 μ L

保持時間の目安：11分

10. 定量限界

0.01mg/kg

11. 留意事項

1) 試験法の概要

シラフルオフェンを試料からアセトン及び n -ヘキサン（1：2）混液で抽出し、さらに n -ヘキサンで抽出する。アセトニトリル/ヘキサン分配により脱脂した後、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 シラフルオフェンの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426、プロダクトイオン287

定性イオン (m/z)：プリカーサーイオン426、プロダクトイオン181、168

② 試験法開発時に検討した食品：牛の筋肉、牛の脂肪、牛の肝臓、牛乳、鶏卵、しじみ、うなぎ

12. 参考文献

なし

13. 類型

C