

アミノシクロピラクロル試験法（畜産物）

1. 分析対象化合物

アミノシクロピラクロル

2. 適用食品

畜産物

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。

アミノシクロピラクロル標準品 本品はアミノシクロピラクロル95%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料10.0 gにメタノール100 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、メタノール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、メタノールを加えて正確に200 mLとする。

2) 精製

アクリルアミド共重合体結合グリセリルプロピルシリル化シリカゲルミニカラム（360 mg）にメタノール10 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに1) で得られた溶液を正確に10 mL注入した後、メタノール5 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで1 vol%酢酸・メタノール溶液5 mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物を0.1 vol%酢酸及びメタノール（9：1）混液に溶かし、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

アミノシクロピラクロル標準品をメタノールに溶かして1,000 mg/Lとし標準原液とする。標準原液を0.1 vol%酢酸及びメタノール（9：1）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. の検量線でアミノシクロピラクロルの含量を求める。

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150 mm、粒子径3 µm

カラム温度：40℃

移動相：0.1 vol%酢酸及びメタノール (9 : 1) 混液

イオン化モード：ESI (+)

主なイオン (m/z)：プリカーサーイオン214、プロダクトイオン101、68

注入量：5 µL

保持時間の目安：5分

10. 定量限界

0.01 mg/kg

11. 留意事項

1) 試験法の概要

アミノシクロピラクロルの試料からメタノールで抽出し、アクリルアミド共重合体結合グリセリルプロピ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 アミノシクロピラクロルの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214、プロダクトイオン68

定性イオン (m/z)：プリカーサーイオン214、プロダクトイオン101

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

12. 参考文献

なし

13. 類型

C