

## アミノピラリド試験法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

アミノピラリド

### 2. 適用食品

穀類

### 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。

ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（225 mg） 内径12~13 mmのポリエチレン製のカラム管に、ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体225 mgを充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

4級アミン修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（150 mg） 内径12~13 mmのポリエチレン製のカラム管に、4級アミン修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体150 mgを充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

アミノピラリド標準品 本品はアミノピラリド95%以上を含む。

### 5. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

試料10.0 gに水20 mLを加え、30分間放置する。これに20 vol%塩酸10 mL及びメタノール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。この溶液から正確に2 mLを分取し、0.1 vol%ギ酸18 mLを加える。

#### 2) 精製

##### ① ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体カラムクロマトグラフィー

ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（225 mg）に、メタノール及び0.1 vol%ギ酸各5 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、0.1 vol%ギ酸及びメタノール（9：1）混液5 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、水及びメタノール（1：4）混液5 mLを注入し、溶出液を採る。

##### ② 4級アミン修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体カラムクロマトグラフィー

4級アミン修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（150 mg）に、水及びメタノール（1：4）混液5 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%ギ酸・メタノール溶液8 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（19：1）混液に溶かし正確に1 mLとしたものを試験溶液とする。

## 6. 検量線の作成

アミノピラリド標準品をメタノールに溶かして標準原液を調製する。標準原液を0.1 vol%酢酸及びメタノール（19：1）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0.001 mg/Lである。

## 7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6. の検量線でアミノピラリドの含量を求める。

## 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（19：1）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207、プロダクトイオン161

プリカーサーイオン209、プロダクトイオン163

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

アミノピラリドを試料から塩酸酸性下メタノールで抽出し、ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム及び4級アンモニウム塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体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 アミノピラリドの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207、プロダクトイオン161

定性イオン（*m/z*）：プリカーサーイオン209、プロダクトイオン163

② 試験法開発時に検討した食品：小麦

12. 参考文献

なし

13. 類型

C