

Sec-ブチルアミン試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

Sec-ブチルアミン（別名：2-アミノブタン）

2. 装置

蛍光検出器付き高速液体クロマトグラフ（HPLC-FL）

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC/MS）

水蒸気蒸留装置

3. 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。

フルオレスカミン HPLC用ラベル試薬フルオレスカミン

0.4mol/Lホウ酸緩衝液（pH 10.25）

Sec-ブチルアミン標準品 本品は Sec-ブチルアミン99%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料25.0 gを蒸留フラスコに量り採り、1 mol/L塩化カルシウム溶液75 mL、水50 mL、消泡剤5～10滴、及び酸化マグネシウム10 gを水50 mLに懸濁させたものを加え、次いで、水50 mLで蒸留フラスコの内壁を洗い込み、水蒸気蒸留装置に取りつける。あらかじめ0.15 mol/L硫酸10 mLを入れた受器に、留出液80 mLが溜まるまで水蒸気蒸留を行う。この留出液に0.3 mol/L水酸化ナトリウム溶液を加えてpH 7に調整し、水を加えて100 mLとする。

2) 蛍光誘導体化

上記の溶液0.50 mL（試料0.125 g相当）を採り、0.4 mol/Lホウ酸緩衝液（pH 10.25）0.20 mL及び0.1%フルオレスカミン含有アセトニトリル0.25 mLを加えて混合し、2～3分間放置したものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

Sec-ブチルアミン標準品の0.025～5 mg/L水溶液を数点調製し、それぞれ0.50 mLを採り、4の2)と同様に蛍光誘導体化の操作を行う。その20 µLをHPLCに注入し、ピーク高法又はピーク面積法により検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液20 µLをHPLCに注入し、5の検量線でSec-ブチルアミンの含量を求める。

7. 確認試験

LC/MSにより確認する。

8. 測定条件

HPLC

検出器：FL（励起波長382 nm、蛍光波長487.5 nm）

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径5 μm）、内径6 mm、長さ250 mm

移動相：0.08 mol/L トリス緩衝液（pH 8.0）及びメタノール（48：52）混液

9. 定量限界

0.1 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

Sec-ブチルアミンを試料から水蒸気蒸留法で抽出し、フルオレスカミンで蛍光誘導体化した後、HPLC-FLで測定し、LC/MSで確認する方法である。

2) 注意点

(1) 別法として、ジニトロフェニル誘導体化し、GC-ECDで定量し、GC/MSで確認する方法がある。詳細は類型に示した文献2)を参照のこと。

11. 参考文献

1) Hunter, K. & Lindsay, D., High-pressure liquid chromatographic determination of sec-butylamine residues in potatoes, Pestic. Sci. 12, 319-324, 1981

2) Day, E. W. & Koons, J. R., 2-Aminobutane, Analytical Methods Pesticide, Plant Growth Regulators, and Food Additives vol VIII, 251-261, 1976, Academic Press

12. 類型

D（誘導体化、HPLC測定については、1) Hunter, K. & Lindsay, D., High-pressure liquid chromatographic determination of sec-butylamine residues in potatoes, Pestic. Sci. 12, 319-324, 1981, 水蒸気蒸留法については、2) Day, E. W. & Koons, J. R., 2-Aminobutane, Analytical Methods Pesticide, Plant Growth Regulators, and Food Additives vol VIII, 251-261, 1976, Academic Press)