

オキサジクロメホン及びフェノキサニル試験法

1. 分析対象化合物

農薬等の成分である物質	分析対象化合物
オキサジクロメホン	オキサジクロメホン
フェノキサニル	フェノキサニル

2. 装置

アルカリ熱イオン化検出器付きガスクロマトグラフ (GC (FTD)) 又は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ (GC (NPD))

ガスクロマトグラフ・質量分析計 (GC/MS)

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。

オキサジクロメホン標準品 本品はオキサジクロメホン99%以上を含み、融点は147～150℃である。

フェノキサニル標準品 本品はフェノキサニル98%以上を含み、融点は68～71℃である。

4. 試験溶液調製法

1) 抽出

試料10.0 gに水20 mLを加え、2時間放置する。

これにアセトン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、アセトン50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過を行う。得られたろ液を合わせ、40℃以下で約30 mLまで濃縮する。これに10%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、*n*-ヘキサン100 mL及び50 mLで2回振とう抽出する。抽出液に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℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。

この残留物に*n*-ヘキサン30 mLを加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30 mLずつで3回振とう抽出し、抽出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物を*n*-ヘキサン5 mLに溶かす。

2) 精製

クロマトグラフ管 (内径15 mm) にカラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム5 gを*n*-ヘキサンに懸濁させて充てんし、上に無水硫酸ナトリウム約5 gを積層する。このカラムに、1) で得られた溶液を注入し、流出液は捨てる。さらに、エーテル・*n*-ヘキサン混液 (3 : 17) 50 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトン・*n*-ヘキサン混液

(3 : 17) 100 mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトンに溶解し、正確に4 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

オキサジクロメホン標準品の0.05～2 mg/Lアセトン溶液及びフェノキサニル標準品の0.025～2 mg/Lアセトン溶液を数点調製し、それぞれ2 μLをGC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。

6. 定量

試験溶液2 μLをGCに注入し、5の検量線でオキサジクロメホン及びフェノキサニルの含量を求める。

7. 測定条件

1) GC

検出器：FTD又はNPD

カラム：50%フェニルーメチルシリコン 内径0.25 mm、長さ30 m、膜厚0.25 μm

カラム温度：50℃ (2分) -15℃/分-180℃ (2分) -20℃/分-280℃ (10分)

注入口温度：220℃

検出器温度：280℃

キャリアーガス：ヘリウム

保持時間の目安：オキサジクロメホン13分、フェノキサニル19分

2) GC/MS

カラム：5%フェニルーメチルシリコン 内径0.25 mm、長さ30 m、膜厚0.25 μm

カラム温度：50℃ (1分) -20℃/分-280℃ (5分)

注入口温度：220℃

キャリアーガス：ヘリウム

イオン化電圧：70 eV

保持時間の目安：オキサジクロメホン8分、フェノキサニル12分

8. 定量限界

オキサジクロメホン 0.02 mg/kg、フェノキサニル 0.01 mg/kg

9. 留意事項

1) 試験法の概要

本法はオキサジクロメホンとフェノキサニルの同時分析法である。これらを試料からアセトンで抽出し、*n*-ヘキサンに転溶する。アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂した後、合成ケイ酸マグネシウムカラムで精製し、GC (FTD) 又はGC (NPD) で測定し、GC/MSで確認する方法である。オキサジクロメホンはGC注入口で熱分解して生じた*N*-methylene-1-(3,5-dichlorophenyl)-1-methylamine (DCIM) を測定する。

2) 注意点

オキサジクロメホンはGC中で熱分解してDCIMを生じる。分解は定量的であり、検量線の直線性は良好である。DCIMのマスペクトルにおいて主なイオンは、*m/z* 187、189、159、161である。

10. 参考文献

- 1) 平成12年環境庁告示第53号「オキサジクロメホン試験法」
- 2) 平成12年環境庁告示第80号「フェノキサニル試験法」
- 3) 上路ら編著「2002年度版残留農薬分析法」p.387-388、ソフトサイエンス社 (2001)

11. 類型

C