

ファモキサドン試験法

1. 分析対象化合物

ファモキサドン

2. 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ (HPLC(UV))

液体クロマトグラフ・質量分析計 (LC/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。

アセトニトリル 高速液体クロマトグラフ用に製造されたもの

メタノール 高速液体クロマトグラフ用に製造されたもの

ファモキサドン標準品 本品はファモキサドン98%以上を含み、融点は140~143℃である。

4. 試験溶液調製法

1) 抽出

豆類の場合は、試料10.0 gを量り採り、水20 mLを加え、2時間放置する。果実及び野菜の場合は、試料20.0 gを量り採る。

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、ホモジナイズした後、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、40℃以下で約30 mLに濃縮する。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。この残留物にエーテル・*n*-ヘキサン混液 (1 : 19) 5 mLを加えて溶かす。

2) 精製

(1) シリカゲルカラムクロマトグラフィー

シリカゲルミニカラム (690 mg) に*n*-ヘキサン5 mLを注入し、流出液は捨てる。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 (1 : 19) 10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、エーテル・*n*-ヘキサン混液 (3 : 7) 20 mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン・*n*-ヘキサン混液 (1 : 19) 2 mLを加えて溶かす。

(2) アミノプロピルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (500 mg) にアセトン・*n*-ヘキサン混液 (1 : 19) 5 mL及び*n*-ヘキサン5 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。これに(1)で得られ

た溶液を注入し、流出液は捨てる。さらに、アセトン・*n*-ヘキサン混液（1：19）8 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（1：9）20 mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にメタノール2.5 mLを加えて溶かし、次いで、水2.5 mLを加える。

(3) オクタデシルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（500 mg）にメタノール5 mL及び水5 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。これに(2)で得られた溶液を注入し、流出液は捨てる。さらに、水・メタノール混液（1：1）15 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル・水混液（7：3）8 mLを注入し、溶出液を45℃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・水混液（1：1）に溶解し、正確に2 mL（豆類の場合は1 mL）としたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ファモキサドン標準品の0.1～2 mg/Lアセトニトリル・水混液（1：1）溶液を数点調製し、それぞれ50 µLをHPLC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50 µLをHPLCに注入し、5の検量線でファモキサドンの含量を求める。

7. 測定条件

HPLC

検出器：UV（波長230 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4.6 mm、長さ150 mm

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル・水混液（1：1）

保持時間の目安：約16～17分

8. 定量限界

0.01 mg/kg

9. 留意事項

1) 試験法の概要

ファモキサドンを試料からアセトンで抽出し、*n*-ヘキサンに転溶した後、シリカゲルミニカラム、アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム及びオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムで精製を行い、HPLC (UV) で測定し、LC/MSで確認する方法である。

2) 注意点

- (1) アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラムはメーカーにより性能が異なるので注意を要する。標準品を用いて予め溶出試験を行う。
- (2) アミノプロピルシリル化シリカゲルカラムからの溶出液の濃縮残留物は、メタノールに溶解した後に、水を加える。水・メタノール混液（1：1）を直接加えると残留物がガラス面に固着して溶解しない場合がある。

10. 参考文献 1) 平成13年環境省告示第79号「ファモキサドン試験法」
- 2) 上路ら編著「2002年版残留農薬試験法」p.225-226、ソフトサイエンス社（2001）

11. 類型

C