

フルアジナム試験法

1. 分析対象化合物

フルアジナム

2. 装置

電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフ(GC(ECD))

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。

フルアジナム標準品 本品はフルアジナム98%以上を含み、融点は115～117℃である。

4. 試験溶液調製法

1) 抽出

(1) 穀類及び豆類の場合

試料20.0 gを量り採り、水40 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、アセトンを加えて正確に200 mLとする。

この溶液から40 mLを採り、10%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、*n*-ヘキサン50 mLずつで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で2回振とう抽出する。抽出液を濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にエーテル・*n*-ヘキサン混液 (1:1) 5 mLを加えて溶かす。

(2) 果実、野菜及び茶の場合

果実及び野菜の場合は試料20.0 gを量り採る。茶の場合は5.0 gを量り採り、水10 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、アセトンを加えて正確に200 mLとする。

この溶液から40 mLを採り、10%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、*n*-ヘキサン50 mLずつで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 (1:1) 5 mLを加えて溶かす。

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10 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た後、エーテル・*n*-ヘキサン混液 (1 : 1) 200 mLを注入する。溶出液を40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物を*n*-ヘキサンに溶解し、正確に2 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

フルアジナム標準品の0.01~1 mg/Lヘキサン溶液を数点調製し、それぞれ4 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4 µLをGCに注入し、5の検量線でフルアジナムの含量を求める。

7. 測定条件

1) GC

検出器 : ECD

カラム充填剤 : 担体に対して2%ジエチレングリコールと0.5%リン酸を含ませたもの

カラム : 内径3 mm、長さ1~2 mのガラス管

カラム温度 : 200°C

注入口温度 : 250°C

検出器温度 : 280°C

キャリアーガス : 高純度窒素ガス

保持時間の目安 : 8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 : 60°C (2分) -10°C/分-280°C (5分)

注入口温度 : 250°C

キャリアーガス : ヘリウム

保持時間の目安 : 16.5分

8. 定量限界

0.01 mg/kg

9. 留意事項

1) 試験法の概要

フルアジナムを試料からアセトンで抽出し、*n*-ヘキサンに転溶する。果実、野菜、茶はそのまま、穀類、豆類はアセトニトリル/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(ECD)で測定、GC/MSで確認する方法である。

2) 留意点

- (1) アセトニトリル分配は1回でほぼ100%回収される。
- (2) フルアジナムはGCにおいて熱分解しやすく、充填剤によっては、良好なピーク形状および感度が得られないことがあり、2%DEGS+0.5%リン酸（クロモソルブWAW 60～80メッシュ）で良好なピーク形状および感度が得られる。

10. 参考文献

- 1) 平成12年環境庁告示32号「フルアジナム試験法」
- 2) 農薬残留分析法研究班編「最新農薬の残留分析法」p.309-310、中央法規出版（1995）

11. 類型

C