

フルオルイミド試験法

1. 分析対象化合物

フルオルイミド

2. 装置

アルカリ熱イオン化検出器又は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ及びガスクロマトグラフ・質量分析計を用いる。

3. 試薬、試液

総則の3に示すものを用いる。

4. 標準品

フルオルイミド 本品はフルオルイミド99%以上を含む。

融点 本品の融点は240～242℃である。

5. 試験溶液の調製

a 抽出法

(1) 果実及び野菜の場合

検体約1 kgを精密に量り、当該検体の2倍の重量の7.5%リン酸溶液を加え、細切均一化した後、検体5.0 gに相当する量を量り採る。

これにイソプロピルエーテル20 mLを加え、3分間細砕した後、毎分3,000回転で約5分間遠心分離を行い、イソプロピルエーテル層を100 mLの三角フラスコに移す。遠心分離管の残留物にイソプロピルエーテル20 mLを加え、上記と同様に操作して、イソプロピルエーテル層を上記の三角フラスコに合わせる。これに適量の無水硫酸ナトリウムを加え、時々振り混ぜながら15分間放置した後、すり合わせ減圧濃縮器中にろ過する。次いでイソプロピルエーテル20 mLを用いて三角フラスコを洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗う操作を2回繰り返す。両洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下でイソプロピルエーテルを除去する。

(2) 抹茶の場合

検体1.00 gを量り採り、7.5%リン酸溶液50 mLを加え、2時間放置する。これにイソプロピルエーテル100 mLを加え、3分間細砕した後、毎分3,000回転で5分間遠心分離を行い、イソプロピルエーテル層を200 mLの三角フラスコに移す。遠心分離管の残留物にイソプロピルエーテル50 mLを加え、上記と同様に操作して、イソプロピルエーテル層を上記の三角フラスコに合わせる。これに適量の無水硫酸ナトリウムを加え、時々振り混ぜながら15分間放置した後、すり合わせ減圧濃縮器中にろ過する。次いでイソプロピルエーテル20

mLを用いて三角フラスコを洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗う操作を2回繰り返す。両洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下でイソプロピルエーテルを除去する。

(3) 抹茶以外の茶の場合

検体9.00 gを100℃の水540 mLに浸し、室温で5分間放置した後、ろ過し、冷後ろ液60 mLを300 mLの分液漏斗に移す。これに塩化ナトリウム20 g、7.5%リン酸溶液40 mL及びイソプロピルエーテル100 mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、イソプロピルエーテル層を300 mLの三角フラスコに移す。水層にイソプロピルエーテル50 mLを加え、上記と同様に操作して、イソプロピルエーテル層を上記の三角フラスコに合わせる。これに適量の無水硫酸ナトリウムを加え、時々振り混ぜながら15分間放置した後、すり合わせ減圧濃縮器中にろ過する。次いでイソプロピルエーテル20 mLを用いて三角フラスコを洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗う操作を2回繰り返す。両洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下でイソプロピルエーテルを除去する。

b 加水分解

a 抽出法で得られた残留物に4 mol/L水酸化カリウム溶液20 mLを加えて溶かし、空冷管を付けて130℃の油浴中で2時間加熱する。冷後100 mLの分液漏斗 (I) に移し、飽和塩化ナトリウム溶液10 mLを用いてナス型フラスコを洗い、洗液を分液漏斗 (I) に合わせる。これにイソプロピルエーテル5 mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、水層を100 mLの分液漏斗 (II) に移す。水層にイソプロピルエーテル5 mLを加え、上記と同様に操作して、イソプロピルエーテル層を分液漏斗 (I) に合わせ、液相分離ろ紙を用いてろ過した後、液相分離ろ紙をイソプロピルエーテルを用いて洗い、ろ液と合わせ、イソプロピルエーテルを加え、正確に20 mLとして、これを試験溶液とする。

6. 操作法

a 定性試験

次の操作条件で試験を行う。試験結果は標準品について、5. 試験溶液の調製の b 加水分解と同様に操作して得られたものと一致しなければならない。

操作条件

カラム 内径0.53 mm、長さ30 mのケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用50%フェニル-メチルシリコンを1.0 μmの厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 125℃

試験溶液注入口温度 250℃

検出器 280℃で操作する。

ガス流量 キャリヤーガスとして高純度窒素又はヘリウムを用いる。フルオリミドが加水分解した*p*-フルオロアニリンが約3分で流出する流速に調整する。空気及び水素の流量を至適条件に調整する。

b 定量試験

a 定性試験と同様の操作条件で得られた試験結果に基づき、ピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

c 確認試験

a 定性試験と同様の操作条件でガスクロマトグラフィー・質量分析を行う。試験結果は標準品について、5. 試験溶液の調製の b 加水分解と同様に操作して得られたものと一致しなければならない。また、必要に応じ、ピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

7. 定量限界

0.04 mg/kg (茶にあっては0.2 mg/kg)

8. 留意事項

フルオリミドは細切均一化試料中で不安定であり、中性から弱酸性で比較的安定であると報告されているため、リン酸酸性溶液中で細切均一化すること。試料を保存する場合は、細切均一化せずに、1 cm角程度に切った状態で保存した方が分解による損失を少なくできること。

9. 参考文献

なし

10. 類型

A