

フルミオキサジン試験法

1. 分析対象化合物

フルミオキサジン

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。

フルミオキサジン標準品 本品はフルミオキサジン99%以上を含み、融点は201~204°Cである。

4. 試験溶液調製法

1) 抽出

(1) 豆類の場合

試料10.0 gを量り採り、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°C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、酢酸エチル・*n*-ヘキサン混液 (1 : 4) 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°C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回振とう抽出する。抽出液を40°C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) 5 mLを加えて溶かす。

(2) 果実の場合

試料20.0 g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て、40°C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、酢酸エチル・*n*-ヘキサン混液 (1 : 4) 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°C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) 5 mlを加えて溶かす。

2) 精製

シリカゲルミニカラム (690 mg) の下に 合成ケイ酸マグネシウムミニカラム (900 mg) を連結したものにアセトン・*n*-ヘキサン混液 (1:19) 20 mLを注入し、流出液は捨てる。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、アセトン・*n*-ヘキサン混液 (1:19) 20 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) 20 mLを注入し、溶出液を40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトンに溶解し、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

フルミオキサジン標準品の0.1~2 mg/Lアセトン溶液を数点調製し、それぞれ1 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. 定量法

試験溶液1 µLをGCに注入し、5の検量線でフルミオキサジンの含量を求める。

7. 測定条件

1) GC

検出器：FTD又はNPD

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

カラム温度：160°C (2分) -10°C/分-190°C (1分) -2°C/分-210°C (2分) -5°C/分-240°C (1分) -10°C/分-260°C (22分)

注入口温度：250°C

検出器温度：250°C

キャリアーガス：ヘリウム

保持時間の目安：34分

2) GC/MS

カラム：5%フェニルメチルシリコン 内径0.32 mm 長さ30 m 膜厚0.25 µm

カラム温度：60°C (2分) -15°C/分-300°C (10分)

注入口温度：320°C

キャリアーガス：ヘリウム

イオン化電圧：EI (70 eV)

主なイオン：*m/z* 354、287、259、207

保持時間の目安：19分

8. 定量限界

0.01 mg/kg

9. 留意事項

1) 試験法の概要

フルミオキサジンを試料からアセトンで抽出し、酢酸エチル・*n*-ヘキサン混液に転溶する。シリカゲルミニカラムと合成ケイ酸マグネシウムミニカラムを連結したカラムで精製した後、GC (FTD) 又はGC (NPD) で測定し、GC/MSで確認する方法である。

2) 注意点

- (1) フルミオキサジンは*n*-ヘキサンに溶解しにくいので、アセトニトリル/ヘキサン分配では容器をアセトニトリルで洗い込みながら行わないと回収率が低下する。
- (2) フルミオキサジンのGC測定では、機種によって注入口の温度が低いとピークがかなり低くなる場合があるので注意する。
- (3) シリカゲルミニカラムと合成ケイ酸マグネシウムミニカラムを連結する場合どちらが前後でも良い。
- (4) りんご等のカラム精製の過程で、目づまりになった場合は途中でミニカラムの連結をシリカゲルと合成ケイ酸マグネシウムを入れ替えても良い。

10. 参考文献

平成13年環境庁告示第48号「フルミオキサジン試験法」

11. 類型

C