

フェンアミドン試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

フェンアミドン

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2に示すものを用いる。

フェンアミドン標準品 本品はフェンアミドン 99%以上を含み、融点は 137℃である。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

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、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせて、4 0℃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。この残留物に酢酸エチル・*n*-ヘキサン混液 (1:1) 5 mLを加えて溶かす。

2) 精製

① 活性炭カラムクロマトグラフィー

活性炭ミニカラム (500 mg) に酢酸エチル・*n*-ヘキサン混液 (1:1) 10 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た後、酢酸エチル・*n*-ヘキサン混液 (1:1) 15 mLを注入する。全溶出液を 40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に酢酸エチル・*n*-ヘキサン混液 (1:19) 5 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 (360 mg) に酢酸エチル・*n*-ヘキサン混液 (1:19) 10 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、酢酸エチル・*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、酢酸エチル・*n*-ヘキサン混液 (3:7) 10 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

フェンアミドン標準品の 0.05～1 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 μ LをGCに注入し、5の検量線でフェンアミドンの含量を求める。

7. 測定条件

1) GC

検出器: FTD又はNPD

カラム: 50%フェニルメチルシリコン、内径 0.53 mm、長さ 15 m、膜厚 1 μ m

カラム温度: 255°C

注入口温度: 280°C

検出器温度: 280°C

キャリアーガス: ヘリウム

保持時間の目安: 約4 分

2) GC/MS

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 μ m

カラム温度: 200°C (1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

イオン化モード(電圧): EI (70 eV)

主なイオン (m/z): 311、268、238

注入量: 1 μ L

保持時間の目安: 約8 分

8. 定量限界

0.01 mg/kg

9. 留意事項

1) 試験法の概要

フェンアミドンを試料からアセトンで抽出し、*n*-ヘキサンに転溶する。活性炭ミニカラム及びアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラムにより精製した後、GC (FTD又はNPD) で測定し、GC/MSで確認する方法である。

2) 注意点

① 精製が不十分な場合は、シリカゲルミニカラム (690 mg) による精製を追加するとよい。操作概要を以下に記す。試料溶液をカラム (*n*-ヘキサン 10 mLで予備洗浄) に負荷した後、酢酸エチル・*n*-ヘキサン混液 (1:9) 10 mLで洗浄、酢酸エチル・*n*-ヘキサン混液 (2:3) 10 mLで溶出する。

② GC/MS測定では、フェンアミドンの感度が食品の品目によってはやや高まる場合がある。対策としては、追加精製やマトリックス含有標準溶液の使用等がある。

10. 参考文献

なし

11. 類型

C

12. その他

カラムについては、平成17年1月24日付け厚生労働省医薬食品局食品安全部基準審査課事務連絡「食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法に係る分析上の留意事項について」の別添を参考にすること。