

プロヒドロジヤスモン試験法

1. 分析対象化合物

プロヒドロジヤスモン[*n*-プロピルジヒドロジヤスモネート(以下「PDJ」という。)]

2. 装置

ガスクロマトグラフ・質量分析計(GC/MS)

3. 試薬、試液

次に示すものの以外は、総則の2に示すものを用いる。

PDJ標準品 本品は、PDJ 97%以上を含み、沸点は318℃である。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料20.0 gを量り採り、アセトン100 mLを加え、3分間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、40℃以下で約20 mLに濃縮する。これに10%塩化ナトリウム溶液50 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。残留物に*n*-ヘキサン20 mLを加えて溶解した後、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル40 mLずつで2回振とう抽出する。アセトニトリル層を合わせて40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に*n*-ヘキサンを加えて溶解し、正確に20 mLとする。

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、無水硫酸ナトリウム5 gを積層する。このカラムに、1)で得られた溶液4 mLを注入した後、*n*-ヘキサン100 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(1:19)200 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*n*-ヘキサンに溶解し、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

PDJ標準品をアセトンで溶解後、0.005~0.1 mg/L *n*-ヘキサン溶液を数点調製し、それぞれ2 μ LをGC/MS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/MSに注入し、5の検量線でPDJの含量を求める。

7. 測定条件

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：80℃(1分)－15℃/分－280℃(10分)

注入口温度：250℃

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)：184、153

保持時間の目安：約10.4分および約10.6分

8. 定量限界

0.005 mg/kg

9. 留意事項

1) 試験法の概要

PDJを試料からアセトンで抽出し、*n*-ヘキサンに転溶する。アセトニトリル/*n*-ヘキサン分配及び合成ケイ酸マグネシウムカラムクロマトグラフィーで精製した後、GC/MSで測定する方法である。

2) 注意点

- ① PDJ標準品は、ヘキサンよりもアセトンに溶解性が高いため、標準原液をアセトンで調製した後、測定用標準溶液をヘキサンで調製する。なお、PDJ標準品は *trans*体87%以上及び *epi*体12%以下の混合物であり、クロマトグラム上は *trans*体および *epi*体の順に溶出する。PDJは *trans*体と *epi*体の和を分析値とする。GC/MSの測定において、PDJの感度が試験溶液の注入前後で大幅に変動する場合があるため、あらかじめ試験溶液を数回注入して、感度を十分に安定させた後、測定を行う等の措置が必要である。また、試験溶液の夾雑物が次のクロマトグラムに影響を及ぼす可能性があるため、測定終了後カラムの焼き出しを十分に行う必要がある。
- ② 精製が不十分な場合は、以下のカラムを用いて精製を追加することができる。
 - a) シリカゲルミニカラム(690 mg)
エーテル及び *n*-ヘキサン各10 mLで予備洗浄を行う。試料液をエーテル・*n*-ヘキサン混液(1:19)10 mLで負荷洗浄し、流出液を捨てた後、エーテル・*n*-ヘキサン混液(3:17)20 mLで溶出させる。
 - b) 活性炭ミニカラム(500 mg)
n-ヘキサン10 mLで予備洗浄を行う。試料液を *n*-ヘキサン10 mLで負荷し、*n*-ヘキサン10 mLで溶出させる。全量を採取する。

10. 参考文献

環境省告示第60号 「プロヒドロジャスモン試験法」 (平成15年4月10日)

11. 類型

C