

アニラジン試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

アニラジン

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。

アニラジン標準品 本品はアニラジン99%以上を含み、融点は159～160℃である。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

(1) 種実類の場合

試料10.0 gを量り採り、10%リン酸溶液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。ろ紙上の残留物を採り、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、40℃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、*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*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℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に*n*-ヘキサン2 mLを加えて溶かす。

(2) 果実、野菜及びハーブの場合

検体約1 kgを精密に量り、10～20%リン酸溶500 mLを加え、細切均一化する。検体20.0 gに相当する試料にアセトン100 mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を採り、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、40℃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、*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*n*-ヘキサン2 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5 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、流出液は捨てる。さらに、*n*-ヘキサン100 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトン及び*n*-ヘキサン (1 : 99) 混液70 mLを注入する。流出液を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5 mL (種実類の場合は2 mL) としたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

アニラジン標準品の0.1~2 mg/L *n*-ヘキサ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 µLをGCに注入し、5の検量線でアニラジンの含量を求める。

7. 確認試験

GC/MSで確認する。

8. 測定条件

1) GC

検出器 : ECD

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℃ (2分) -10℃/分-180℃ (5分) -6℃/分-250℃ (1分) -10℃/分-300℃ (10分)

注入口温度 : 250℃

検出器温度 : 310℃

キャリアーガス : 窒素ガス

保持時間の目安 : 24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 µm

カラム温度 : 60℃ (2分) -10℃/分-180℃ (5分) -6℃/分-250℃ (1分) -10℃/分-300℃ (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*) : 241、239

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

リン酸溶液を加えて細切均一化した試料から、アニラジンをアセトンで抽出し、*n*-ヘキサンに転溶する。次いで、果実、野菜及びハーブについてはそのまま、種実類についてはアセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂する。合成ケイ酸マグネシウムカラムで精製した後、GC-ECDで測定し、GC/MSで確認する方法である。

2) 注意点

- (1) アニラジンはキャベツ、大根などの作物中で分解されやすいため、リン酸溶液を加えて速やかに細切均一化する。

11. 参考文献

- 1) 辻 正彦 他 兵庫県衛生研究所年報、32, 140, 1997
- 2) 月岡 忠 他 長野県衛生公害研究所、26, 23, 2003

12. 類型

C