

酸化プロピレン試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

酸化プロピレン

2. 装置

ページ・トラップ装置付きガスクロマトグラフ・質量分析計（ページ・トラップ 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。

サロゲート溶液 メタノールを50～90 mL入れた100 mL容のメスフラスコに、酸化プロピレン-d6 10 mgを量り採り、メタノールを加えて100 mLとしたものをサロゲート原液とする。メタノールを50～80 mL入れた100 mL容のメスフラスコにサロゲート原液1 mLを入れ、メタノールを加えて100 mLとしたものをサロゲート溶液（1 µg/mL）とする。

酸化プロピレン標準品 本品は酸化プロピレン99%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

検体を包丁で細切した後、その20.0 gを量り採り、サロゲート溶液及び冷却メタノール20 mLを加え、容器を氷冷しながらホモジナイズする。毎分3,000回転で10分間遠心分離し、上澄液を50 mL容のメスフラスコに採る。沈殿に冷却メタノール20 mLを加え、5分間振とうした後、同様に遠心分離し、上澄液を上記のメスフラスコに合わせる。これにメタノールを加えて50 mLとする。

ページ容器に水9.8 mLに対して抽出液0.2 mLの割合になるように、水4.9～49 mL及び抽出液0.1～1.0 mLを静かに泡立てないように入れ、試験溶液とする。

5. 検量線の作成

メタノール30～50 mLを入れた100 mL容のメスフラスコに、標準品100 mgを量り採り、メタノールを加えて100 mLとしたものを標準原液とする。標準原液を適宜メタノールで希釈し、試料に添加した量と同量のサロゲート溶液を加えて50 mLとしたものを検量線溶液とする。ページ容器に水9.8 mLに対して検量線溶液0.2 mLの割合になるように水4.9～49 mL及び検量線溶液0.1～1.0 mLを静かに泡立てないように入れる。ページ容器をページ・トラップ装置のトラップ部に接続する。ページガスを一定量通気して対象物質を気相中に移動させてトラップ管に捕集する。次にトラップ管を加熱し、対象物質を脱着して冷却凝縮装置で再凝縮させ、GC/MSに導入する。GC/MSによりサロゲート物質と酸化プロピレンの面積比を求め、検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液（パージ容器）をパージ・トラップ装置のトラップ部に接続する。パージガスを一定量通気して対象物質を気相中に移動させてトラップ管に捕集する。次にトラップ管を加熱し、対象物質を脱着して冷却凝縮装置で再凝縮させ、GC/MSに導入する。GC/MSによりサロゲート物質と酸化プロピレンの面積比を求め、5の検量線で酸化プロピレンの含量を求める。

7. 確認試験

GC/MSにより確認する。

8. 測定条件

1) パージ・トラップ装置

パージ時間：4分

パージ温度：室温

ドライパージ時間：3分

トラップ温度：-150℃

トラップ管加熱時間：2分

注入時間：3分

注入温度：180℃

トラップ管焼きだし時間：20分

トラップ管焼きだし温度：200℃

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30m、膜厚0.25μm

カラム温度：40℃(1分) -3℃/-80℃-10℃/分-200℃ (15分)

注入口温度：120℃

キャリアーガス：ヘリウム

キャリアーガス流速：約10分で流出するように流速を調整する。

イオン化モード（電圧）：EI (70 eV)

イオン源温度：210℃

主なイオン (m/z)：酸化プロピレン 57、58

酸化プロピレン-d6 64

保持時間の目安：10分

9. 定量限界

0.02 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

細切した試料にサロゲート物質を加え、メタノールで抽出する。抽出液の一部を採り、ページ・トラップGC/MSで測定及び確認する方法である。定量にはサロゲート物質と酸化プロピレンの面積比を用いる。

2) 注意点

- (1) 標準溶液は使用時に調製する。ただし、液体窒素あるいはメタノール・ドライアイス等の冷媒で冷却しながらアンプルに移し、冷暗所に保存すれば1～3ヶ月間使用できる。
- (2) 抽出時に用いるメタノールはあらかじめ冷蔵しておく。
- (3) ページ・トラップ装置の取扱い説明書に従って操作する。
- (4) 冷却凝縮装置で再凝縮を行わない場合は、酸化プロピレンをトラップ管に捕集後、トラップ管を加熱してそのままGC/MSに導入する。
- (5) ページ・トラップの最適条件は使用する吸着剤の種類、量などによって異なるため、あらかじめ十分な回収結果が得られるか確認しておく。また、ページ条件はトラップ管の破過容量を超えないように注意する。

11. 参考文献

なし

12. 類型

- D [要調査項目等調査マニュアル (平成12年12月 環境庁水質保全局水質管理課)
ii. 揮発性有機物質の分析法 p.35～46]