

ダミノジッド試験法

ダミノジッド及び1，1－ジメチルヒドラジンを分析対象とする。

1. 装置

アルカリ熱イオン化検出器、高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ又はガスクロマトグラフ・質量分析計及び水蒸気蒸留装置を用いる。水蒸気蒸留装置はガラス製であり、その概略は、次の図による。

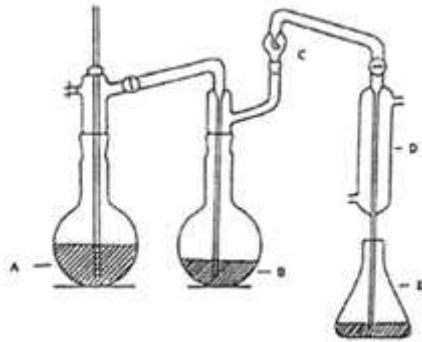
A：500ml～1,000mlの丸底フラスコ（水蒸気発生用）

B：500ml～1,000mlの丸底フラスコ（蒸留用）

C：蒸留トラップ

D：冷却管

E：100mlの三角フラスコ



2. 試薬・試液

次に示すもの以外は、第2 添加物の部C 試薬・試液等の項に示すものを用いる。

なお、「(特級)」と記載したものは、日本工業規格試薬の特級の規格に適合するものであることを示す。

アセトン 当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含まないものを用いる。

アルミナ(塩基性) ミニカラム(1,710mg) 内径8～9 mmのポリエチレン製のカラム管に、アルミナ(塩基性) 1,710mgを充填したもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

液相分離ろ紙 化学分析用ろ紙をシリコン処理したものを用いる。

消泡用シリコン シリコンを消泡用に製造したものを用いる。

o-ニトロベンズアルデヒド o-ニトロベンズアルデヒド(特級)

1 w/v % o-ニトロベンズアルデヒド・メタノール溶液 o-ニトロベンズアルデヒド100mgにメタノール10mlを加えて溶かす。用時調製する。

n-ヘキサン 当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含まないものを用いる。

水 蒸留水、精製水、純水等の化学分析に適したものをを用いる。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含む場合には、n-ヘキサン等の溶媒で洗浄したものをを用いる。

メタノール 当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含まないものをを用いる。

リン酸緩衝液 (pH5) リン酸一カリウム13.15 g 及びリン酸二カリウム0.59 g に水を加えて溶かし、100mlとする。

3. 標準品

1, 1-ジメチルヒドラジン 本品は1, 1-ジメチルヒドラジン97%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

a 抽出法

① 農産物の場合

穀類、豆類及び種実類の場合には検体を425 μ mの標準網ふるいを通るように粉砕して均一化した後、その10.0 gを量り採る。ただし、ふるいを通すことが困難な食品の場合には約2 mm角に細切均一化した後、その10.0 gを量り採る。

果実及び野菜の場合には検体約1 kgを精密に量り、必要に応じ適量の水を量って加え、細切均一化した後、検体20.0 gに相当する量を量り採る。

茶及びホップの場合には検体を425 μ mの標準網ふるいを通るように粉砕して均一化した後、その5.00 gを量り採る。

これに水80mlを加え、細砕した後、ガラス繊維ろ紙を用いて吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に水40mlを加え、細砕した後、ガラス繊維ろ紙を用いて吸引ろ過する。得られたろ液を合わせ、水を加えて正確に200mlとする。この溶液から正確に20ml (茶及びホップの場合には正確に40ml) を丸底フラスコ (蒸留用) に採り、水80mlを加える。

② 畜水産物 (乳、卵及びはちみつ以外) の場合

検体を細切均一化した後、その10.0 g (脂肪の場合には5.00 g) を量り採り、水80ml及びn-ヘキサン40mlを加え、細砕した後、ガラス繊維ろ紙を用いて吸引ろ過し、水層及びn-ヘキサン層を分けて採る。

ろ紙上の残留物に上記のn-ヘキサン層を加え、更に水40mlを加えて細砕した後、ガラス繊維ろ紙を用いて吸引ろ過する。得られた水層を合わせ、水を加えて正確に200mlとする。この溶液から正確に20ml (脂肪の場合には正確に40ml) を丸底フラスコ (蒸留用) に採り、水80mlを加える。

③ 乳、卵及びはちみつの場合

検体を均一化した後、その10.0 gを丸底フラスコ (蒸留用) に量り採り、水80mlを加える。

b 蒸留

a 抽出法で得られた丸底フラスコ（蒸留用）に水酸化ナトリウム60gを水冷しながら少量ずつ加えて溶かす。これに消泡用シリコン1～2滴及び沸騰石を加えた後、直ちに蒸留装置に取り付ける。別に、リン酸緩衝液（pH5）5ml及びフェノールフタレイン試液1滴を入れた100mlの三角フラスコを水蒸気蒸留装置に取り付け、丸底フラスコ（水蒸気発生用）を加熱しておく。留液が45mlになるまで水蒸気蒸留し、留液が着色しないことを確認する。蒸留が約15分間で終了するように加熱強度を調節する。

c 誘導体化

b 蒸留で得られた留液に1w/v% o-ニトロベンズアルデヒド・メタノール溶液1mlを加えて振り混ぜた後、40℃で16時間放置する。これにn-ヘキサン50mlを加えて5分間振とうした後、静置し、n-ヘキサン層を採り、液相分離ろ紙を用いてろ過する。水層にn-ヘキサン50mlを加え、5分間振とうした後、静置し、得られたn-ヘキサン層を合わせる。n-ヘキサン10mlを用いてろ紙上の残留物を洗い、洗液を上記のn-ヘキサン層に合わせ、40℃以下でn-ヘキサンを除去する。この残留物にアセトン及びn-ヘキサンの混液（1：19）5mlを加えて溶かす。

d 精製法

アルミナ（塩基性）ミニカラム（1,710mg）にアセトン及びn-ヘキサンの混液（1：19）10mlを注入し、流出液は捨てる。このカラムにc 誘導体化で得られた溶液を注入し、更にアセトン及びn-ヘキサンの混液（1：19）10mlを注入し、溶出液を採り、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かし、穀類、豆類、種実類、茶、ホップ及び畜水産物（乳、卵及びはちみつは除く。）の場合には正確に1ml、果実及び野菜の場合には正確に2ml、乳、卵及びはちみつの場合には正確に10mlとしたものを試験溶液とする。

5. 操作法

a 検量線の作成

1, 1-ジメチルヒドラジン標準品の500mg/1水溶液を調製する。その1mlを採り、リン酸緩衝液（pH5）5ml及び水40mlを加えたものに1w/v% o-ニトロベンズアルデヒド・メタノール溶液1mlを加えて振り混ぜた後、40℃で16時間放置する。これにn-ヘキサン50mlを加えて5分間振とうした後、静置し、n-ヘキサン層を採り、液相分離ろ紙を用いてろ過する。水層にn-ヘキサン50mlを加え、5分間振とうした後、静置し、得られたn-ヘキサン層を合わせる。n-ヘキサン10mlを用いてろ紙上の残留物を洗い、洗液を上記のn-ヘキサン層に合わせ、40℃以下でn-ヘキサンを除去する。この残留物をアセトンで溶かした溶

液を数点調製し、それぞれガスクロマトグラフに注入し、ピーク高法又はピーク面積法により検量線を作成する。なお、4. 試験溶液の調製に従って試験溶液を調製した場合には、試料中0.1mg/kgに相当する試験溶液中濃度は0.1mg/l（ダミノジッド換算）である。

b 定量試験

試験溶液をガスクロマトグラフに注入し、a 検量線の作成により1, 1-ジメチルヒドラジンの含量を求め、次式によりダミノジッドの含量を求める。

$$\text{ダミノジッドの含量 (ppm)} = 1, 1\text{-ジメチルヒドラジンの含量 (ppm)} \times 2.665$$

c 確認試験

ガスクロマトグラフ・質量分析計により確認する。

d 測定条件

① ガスクロマトグラフ

検出器：アルカリ熱イオン化検出器又は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ

カラム：トリフルオロプロピルメチルポリシロキサン 内径0.25mm、長さ30m、膜厚0.25 μ m

カラム温度：60℃で2分間保持し、その後毎分10℃で昇温する。280℃に到達後8分間保持する。

試験溶液注入口温度：250℃に保持する。

検出器：280℃で操作する。

キャリアーガス：ヘリウム

注入量：2 μ l

保持時間の目安：15分

② ガスクロマトグラフ・質量分析計

カラム：トリフルオロプロピルメチルポリシロキサン 内径0.25mm、長さ30m、膜厚0.25 μ m

カラム温度：80℃で2分間保持し、その後毎分15℃で昇温する。200℃に到達後、毎分30℃で昇温し、250℃に到達後3分間保持する。

試験溶液注入口温度：250℃に保持する。

キャリアーガス：ヘリウム

イオン化モード（イオン化エネルギー）：EI（70eV）

主なイオン（m/z）：193、77

注入量：2 μ l

保持時間の目安：9分