

ヨウ化メチル試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

ヨウ化メチル

2. 装置

電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフ（GC-ECD）

蒸留装置 図に示すものを用いる。

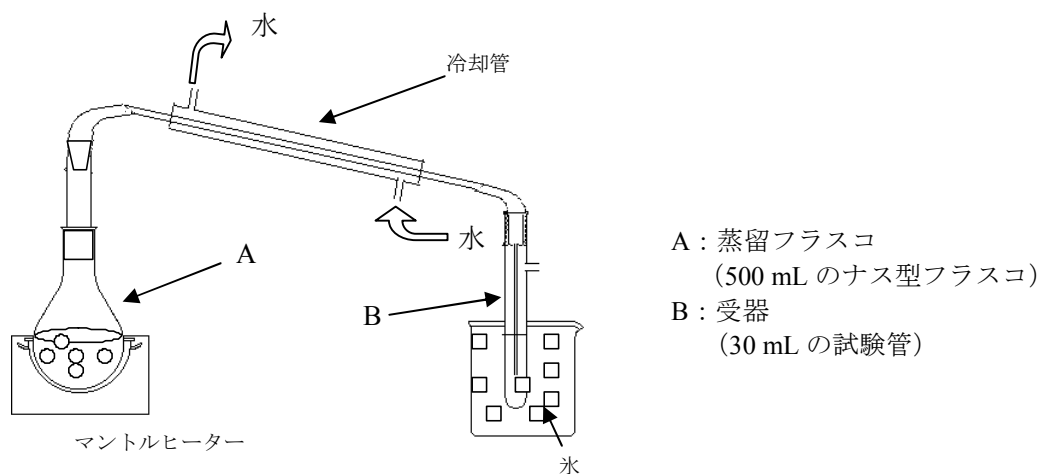


図 蒸留装置の概略

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。

ヨウ化メチル標準品 本品はヨウ化メチル99%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

① 穀類、豆類、種実類、果実及び野菜の場合

試料を冷凍し、約5 mm角以下に細切した後、その40.0 gを蒸留フラスコに量り採り、水200 mL及び*n*-ヘキサン5 mLを加える。これに消泡用シリコンを数滴加えた後、蒸留装置に取り付ける。蒸留フラスコ及び受器を低温循環装置を用いて2℃以下に冷却した冷却管でつなぎ、冷却管の先端を受器の液中に浸し、受器を氷水で冷却する。受器はあらかじめ*n*-ヘキサン4 mLを入れ、氷水で冷却しておく。蒸留フラスコをマンテルヒーターを用いて約20分間加熱し、受器に*n*-ヘキサン及び約1 mLの水を捕集する。捕集した*n*-ヘキサン層を20 mLメスフラスコへ移し、*n*-ヘキサンを加えて正確に20 mLとしたものを試験溶液とする。

② 茶の場合

抹茶以外の茶の場合は、試料を冷凍し、約5 mm角以下に細切した後、その20.0 gを蒸留フラスコに量り採り、水200 mL及び*n*-ヘキサン5 mLを加える。抹茶の場合は、試料20.0 gを蒸留フラスコに量り採り、水200 mL及び*n*-ヘキサン5 mLを加える。これに消泡用シリコンを数滴加えた後、蒸留装置に取り付ける。蒸留フラスコ及び受器を低温循環装置を用いて2℃以下に冷却した冷却管でつなぎ、冷却管の先端を受器の液中に浸し、受器を氷水で冷却する。受器はあらかじめ*n*-ヘキサン4 mLを入れ、氷水で冷却しておく。蒸留フラスコをマンテルヒーターを用いて約20分間加熱し、受器に*n*-ヘキサン及び約1 mLの水を捕集す

る。捕集した*n*-ヘキサン層を10 mLメスフラスコへ移し、*n*-ヘキサンを加えて正確に10 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ヨウ化メチル標準品の*n*-ヘキサン溶液を数点調製し、それぞれ2 μLをGC-ECD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。なお、本法に従って試験溶液を調製した場合、定量限界に相当する試験溶液中濃度は0.02 mg/Lである。

6. 定量

試験溶液2 μLをGC-ECDに注入し、5の検量線でヨウ化メチルの含量を求める。

7. 確認試験

GC-ECDにより確認する。

8. 測定条件

(例)

検出器：ECD

カラムA：6%シアノプロピルフェニルーメチルシリコン 内径0.32 mm、長さ30 m、膜厚1.8 μm

カラムB：ポリエチレングリコール 内径0.32 mm、長さ30 m、膜厚0.5 μm

カラム温度：50°C（15分）

注入口温度：250°C

検出器温度：250°C

キャリアーガス：ヘリウム

保持時間の目安：4分（カラムA）、3分（カラムB）

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

ヨウ化メチルを密閉状態の蒸留法により試料から*n*-ヘキサン層に捕集し、GC-ECDで定量及び確認する方法である。

2) 注意点

①揮発性が非常に高いため、試料は冷凍状態にて保管し、調製は包丁等を用いた細切とし、発熱の可能性のある方法は避ける。また、試料採取を含む全ての操作は速やかに行う。

②蒸留操作は、蒸留フラスコ内の*n*-ヘキサン5 mL及び水約1 mLが約20分間で受器に捕集できるように加熱調節を行う。

③ヨウ化メチルは非常に揮発性が高く、また、試料中成分と反応する可能性があるため、添加回収試験を実施する際には、標準品添加後の試料の混合及び放置は避け、添加後直ちに試験操作を開始する。添加用標準溶液の調製にアセトンを使用した場合、標準溶液由来のアセトンが測定を妨害する

場合があるので、調製には n -ヘキサンを使用する。

1 1. 参考文献

なし。

1 2. 類型

C