

エトキシキン試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

エトキシキン

2. 装置

蛍光検出器付き高速液体クロマトグラフ

3. 試薬、試液

総則の3に示すものを用いる。

4. 標準品

エトキシキン 本品はエトキシキン96%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

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り、300 mLの三角フラスコに移す。これに10%炭酸ナトリウム溶液20 mL及び*n*-ヘキサン100 mLを加え、振とう機を用いて30分間激しく振り混ぜた後、毎分3,000回転で約5分間遠心分離を行い、*n*-ヘキサン層を分取する。

n-ヘキサン層50 mLを100 mLの分液漏斗に採り、1 mol/L塩酸15 mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、水層を200 mLの分液漏斗に移す。*n*-ヘキサン層に1 mol/L塩酸15 mLを加え、上記と同様に操作して、水層を上記の分液漏斗に合わせる。これに*n*-ヘキサン10 mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、*n*-ヘキサン層を捨て、5 mol/L水酸化ナトリウム溶液10 mLを加え、よく振り混ぜる。これに*n*-ヘキサン30 mLを加え、振とう機を用いて30分間激しく振り混ぜた後、静置し、*n*-ヘキサン層を200 mLの三角フラスコに移す。水層に*n*-ヘキサン30 mLを加え、上記と同様に操作して、*n*-ヘキサン層を上記の三角フラスコに合わせる。これに適量の無水硫酸ナトリウムを加え、時々振り混ぜながら15分間放置した後、すり合わせ減圧濃縮器中にろ過する。次いで*n*-ヘキサン15 mLを用いて三角フラスコを洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗う。洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40°C以下で大部分の*n*-ヘキサンを除去した後、更に室温で窒素を通じて乾固する。この残留物にアセトニトリルを加えて溶かし、正確に5 mLとして、これを試験溶液とする。

6. 操作法

a 定性試験

次の操作条件で試験を行う。試験結果は標準品と一致しなければならない。

操作条件

カラム充てん剤 オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径5 μm）を用いる。

クロマトグラフ管 内径4.5 mm，長さ250 mmのステンレス管を用いる。

カラム温度 40℃

検出器 励起波長360 nm，蛍光波長435 nmで操作する。

移動相 シブチルヒドロキシトルエン50 mgをアセトニトリル及び水の混液（3：1）1,000 mLに溶かしたものをを用いる。エトキシキンが約9分で流出する流速に調整する。

b 定量試験

a 定性試験と同様の操作条件で得られた試験結果に基づき，ピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

7. 定量限界

0.05 mg/kg

8. 留意事項

濃縮する際は、すりあわせ減圧濃縮器で弱く吸引しながら，乾固させないように気をつけること。

9. 参考文献

なし

10. 類型

A