

クロルスルフロン及びメトスルフロンメチル試験法

1. 分析対象化合物

農薬等の成分である物質	分析対象化合物
クロルスルフロン	クロルスルフロン
メトスルフロンメチル	メトスルフロンメチル

2. 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

3. 試薬、試液

総則の3に示すものを用いる。

4. 標準品

クロルスルフロン 本品はクロルスルフロン99%以上を含む。

融点 本品の融点は174~178℃である。

メトスルフロンメチル 本品はメトスルフロンメチル99%以上を含む。

融点 本品の融点は159~162℃である。

5. 試験溶液の調製

a 抽出法

(1) 穀類及び種実類の場合

検体を420 μm の標準網ふるいを通して粉砕した後、その10.0 gを量り採り、水20 mLを加え、2時間放置する。

これにアセトン100 mLを加え、3分間細砕した後、ケイソウ土を1 cmの厚さに敷いたろ紙を用いてすり合わせ減圧濃縮器中に吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を採り、アセトン50 mLを加え、3分間細砕した後、上記と同様に操作して、ろ液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下で約30 mLに濃縮する。

これをあらかじめ10%塩化ナトリウム溶液100 mL及び0.5 mol/L塩酸1 mLを入れた300 mLの分液漏斗に移す。酢酸エチル100 mLを用いて上記の減圧濃縮器のナス型フラスコを洗い、洗液を上記の分液漏斗に合わせる。振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、酢酸エチル層を300 mLの三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル50 mLを加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル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。次いで酢酸エチル20 mLを用いて三角フラスコを洗い、その洗液でろ紙上

の残留物を洗う操作を2回繰り返す。両洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下で酢酸エチルを除去する。

この残留物に*n*-ヘキサン30 mLを加え、100 mLの分液漏斗に移す。これに*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30 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、アセトニトリル層を200 mLの分液漏斗に移す。*n*-ヘキサン層に*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30 mLを加え、上記と同様の操作を2回繰り返す、アセトニトリル層を上記の分液漏斗に合わせる。これにアセトニトリル飽和*n*-ヘキサン30 mLを加え、軽く振り混ぜた後、静置し、アセトニトリル層をすり合わせ減圧濃縮器中に移し、40℃以下でアセトニトリルを除去する。この残留物にアセトン及び*n*-ヘキサンの混液（1：4）2 mLを加えて溶かす。

(2) 果実及び野菜の場合

検体約1 kgを精密に量り、必要に応じ適量の水を量つて加え、細切均一化した後、検体20.0 gに相当する量を量り採る。

これにアセトン100 mLを加え、3分間細砕した後、ケイソウ土を1 cmの厚さに敷いたろ紙を用いてすり合わせ減圧濃縮器中に吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を採り、アセトン50 mLを加え、3分間細砕した後、上記と同様に操作して、ろ液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下で約30 mLに濃縮する。

これをあらかじめ10%塩化ナトリウム溶液100 mL及び0.5 mol/L塩酸1 mLを入れた300 mLの分液漏斗に移す。酢酸エチル100 mLを用いて上記の減圧濃縮器のナス型フラスコを洗い、洗液を上記の分液漏斗に合わせる。振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、酢酸エチル層を300 mLの三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル50 mLを加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル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。次いで酢酸エチル20 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操作を2回繰り返す。両洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下で酢酸エチルを除去する。この残留物にアセトン及び*n*-ヘキサンの混液（1：4）2 mLを加えて溶かす。

b 精製法

(1) シリカゲルカラムクロマトグラム

シリカゲルミニカラム（690 mg）に、アセトン及び*n*-ヘキサンの混液（1：4）10 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに a 抽出法で得られた溶液を注入した後、アセトン及び*n*-ヘキサンの混液（1：4）10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いでアセトン及び*n*-ヘキサンの混液（1：1）15 mLを注入し、流出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40℃以下でアセトン及び*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（3：1）2 mLを加えて溶かす。

(2) 合成ケイ酸マグネシウムクロマトグラム

合成ケイ酸マグネシウムミニカラム (900 mg) に、アセトン及び*n*-ヘキサンの混液 (3 : 1) 10 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに(1) シリカゲルカラムクロマトグラムで得られた溶液を注入した後、アセトン及び*n*-ヘキサンの混液 (3 : 1) 15 mLを注入し、流出液は捨てる。次いでアセトン及びメタノールの混液 (9 : 1) 20 mLを注入し、流出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40°C以下でアセトン及びメタノールを除去する。この残留物に水及びメタノールの混液 (1 : 1) を加えて溶かし、正確に1 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4.6 mm, 長さ150 mmのステンレス管を用いる。

カラム温度 45°C

検出器 波長236 nmで操作する。

移動相 水, メタノール及び酢酸の混液 (11 : 9 : 0.2) を用いる。メトスルフロンのメチルが約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

クロルスルフロンの 0.01 mg/kg

メトスルフロンのメチルの 0.01 mg/kg

8. 留意事項

抽出操作で0.5 mol/L塩酸で酸性にした後は、速やかに抽出(有機溶媒層に転溶)すること。また、精製操作では、事前にテストランを実施し、農薬の溶出画分を確認すること。

9. 参考文献

なし

10. 類型

A