

ジクロシメット試験法

1. 分析対象化合物

ジクロシメット [(R)-2-シアノ-N-[(R)-1-(2,4-ジクロロフェニル)エチル]-3,3-ジメチルブチラミド及び(S)-2-シアノ-N-[(R)-1-(2,4-ジクロロフェニル)エチル]-3,3-ジメチルブチラミド]

2. 装置

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

ガスクロマトグラフ・質量分析計 (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。

ジクロシメット標準品 本品はジクロシメット99%以上を含む。

4. 試験溶液調製法

1) 抽出

試料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、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、アセトン50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過を行う。得られたろ液を合わせ、40°C以下で約30 mLに濃縮する。これに10%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、*n*-ヘキサン100 mL及び50 mLで2回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。

この残留物に*n*-ヘキサン30 mLを加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30 mLずつで3回振とう抽出する。抽出液を40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン・*n*-ヘキサン混液 (1 : 19) 5 mLを加えて溶かす。

2) 精製

クロマトグラフ管 (内径15 mm) にカラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム5 gを*n*-ヘキサンに懸濁させて充てんし、上に無水硫酸ナトリウム約5 gを積層する。このカラムに1) で得られた溶液を注入し、流出液は捨てる。さらに、アセトン・*n*-ヘキサン混液 (1 : 19) 40 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトン・*n*-ヘキサン混液 (3 : 17) 40 mLを注入し、溶出液を40°C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解し、正確に2 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ジクロシメット標準品の0.05～2 mg/Lアセトン溶液を数点調製し、それぞれ1 μLをGC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。

6. 定量

試験溶液1 μLをGCに注入し、5の検量線でジクロシメットの含量を求める。

7. 測定条件

1) GC

検出器：FTD又はNPD

カラム：5%フェニル-メチルシリコン 内径0.53 mm、長さ15 m、膜厚1.5 μm

カラム温度：60℃（2分）－10℃/分－280℃（10分）

注入口温度：250℃

検出器温度：250℃

キャリアーガス：ヘリウム

保持時間の目安：ジクロシメット(RR)20.4分

ジクロシメット(SR)20.7分

2) GC/MS

カラム：5%フェニル-メチルシリコン 内径0.32 mm、長さ30 m、膜厚0.25 μm

カラム温度：60℃（2分）－10℃/分－300℃（10分）

注入口温度：320℃

キャリアーガス：ヘリウム

イオン化電圧：EI（70 eV）

主なイオン： m/z 173、277、221、175、102、174

保持時間の目安：ジクロシメット(RR)13.9分

ジクロシメット(SR)14.1分

8. 定量限界

0.01 mg/kg

9. 留意事項

1) 試験法の概要

ジクロシメットを試料からアセトンで抽出し、*n*-ヘキサンに転溶する。

アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂した後、合成ケイ酸マグネシウムカラムで精製し、GC（FTD）又はGC（NPD）で測定し、GC/MSで確認する方法である。

2) 注意点

- (1) ジクロシメットには2つの不斉炭素があり4種の光学異性体が存在する。そのうち有効成分はRR体及びSR体であり、市販されている標準品及び農薬市場流通品は、ほとんどの2種により構成されている。
- (2) 和光純薬、林純薬及び関東化学から販売されているジクロシメット標準品は、いずれも2種（RR及びSR）の立体異性混合物であり、それらの比はほぼ1：1である。

10. 参考文献

平成12年環境庁告示第32号「ジクロシメット試験法」

11. 類型

C