

ピリフェノックス試験法

1. 分析対象化合物

ピリフェノックス (E体)、ピリフェノックス (Z体)

2. 装置

電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフ及びガスクロマトグラフ・質量分析計を用いる。

3. 試薬、試液

総則の3に示すものを用いる。

4. 標準品

ピリフェノックス (E体) 本品はピリフェノックス (E体) 99%以上を含む。

沸点 本品の沸点は139~140°C (減圧・0.0040 kPa) である。

ピリフェノックス (Z体) 本品はピリフェノックス (Z体) 99%以上を含む。

融点 本品の融点は63.5~64.0°Cである。

5. 試験溶液の調製

a 抽出法

(1) 豆類、果実、野菜及び抹茶の場合

豆類の場合は、検体を420 µmの標準網ふるいを通るように粉砕した後、その20.0 gを量り採る。

果実及び野菜類の場合は、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、塩酸ヒドロキシルアミン50 gを加えて細切均一化した後、検体20.0 gに相当する量を量り採る。

抹茶の場合は、検体20.0 gを量り採る。

これに5%酢酸鉛溶液10 mL及びメタノール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、静置し、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、メタノール50 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、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°C以下で約50 mLに濃縮する。

これをあらかじめ5%塩化ナトリウム溶液100 mL及びジクロロメタン50 mLを入れた500 mLの分液漏斗に移す。これにアセトニトリル50 mL及び1 mol/L水酸化ナトリウム溶液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、ジクロロメタン層を300 mLの三角フラスコに移す。水層にジクロロメタン50 mLを加え、上記と同様に操作して、ジク

ロロメタ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。次いでジクロロメタン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。洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40°C以下でジクロロメタンを除去する。この残留物に酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの混液（3：17）10 mLを加えて溶かす。

(2) 抹茶以外の茶の場合

検体9.00 gを100°Cの水540 mLに浸し、室温で5分間放置した後、ろ過し、冷後ろ液360 mLを500 mLの三角フラスコに移す。これにアセトン100 mL及び飽和酢酸鉛溶液2 mLを加え、10秒間振り混ぜた後、ケイソウ土を1 cmの厚さに敷いたろ紙を用いて吸引ろ過し、ろ液を1,000 mLの三角フラスコに移す。次いでアセトン及び水の混液（1：1）50 mLを用いて500 mLの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1,000 mLの三角フラスコに合わせる。

これをあらかじめ5%塩化ナトリウム溶液100 mL及びジクロロメタン50 mLを入れた1,000 mLの分液漏斗に移す。これにアセトニトリル50 mL及び1 mol/L水酸化ナトリウム溶液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、ジクロロメタン層を300 mLの三角フラスコに移す。水層にジクロロメタン50 mLを加え、上記と同様に操作して、ジクロロメタ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。次いでジクロロメタン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。洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40°C以下でジクロロメタンを除去する。この残留物に酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの混液（3：17）10 mLを加えて溶かす。

b 精製法

内径15 mm、長さ300 mmのクロマトグラフ管に、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*-ヘキサンに懸濁したもの、次いでその上に無水硫酸ナトリウム約5 gを入れ、カラムの上端に少量の*n*-ヘキサンが残る程度まで*n*-ヘキサンを流出させる。このカラムに a 抽出法で得られた溶液を注入した後、酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの混液（3：17）50 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの混液（3：7）100 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以下で酢酸エチル及び*n*-ヘキサンを除去する。この残留物に酢酸エチルを加えて溶かし、正確に10 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 内径0.53 mm、長さ15 mのケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用5%フェニル-メチルシリコンを1.5 μmの厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 180℃で2分間保持し、その後毎分5℃で昇温し、240℃に到達後5分間保持する。

試験溶液注入口温度 280℃

検出器 290℃で操作する。

注入方式 スプリットレス

ガス流量 キャリヤーガスとしてヘリウムを用いる。ピリフェノックス (E体) が約11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、ピリフェノックス (E体) 及びピリフェノックス (Z体) のそれぞれについてピーク高法又はピーク面積法により定量を行い、ピリフェノックス (E体) 及びピリフェノックス (Z体) の和としてピリフェノックスの含量を求める。

7. 定量限界

0.01 mg/kg

8. 留意事項

ピリフェノックスは、ピリフェノックス (E体) 及びピリフェノックス (Z体) のそれぞれについて定量を行い、これらの和を分析値とすること。

9. 参考文献

なし

10. 類型

A