

## クロルメコート試験法

1. 分析対象化合物  
クロルメコート

2. 装置

アルカリ熱イオン化検出器又は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ及びナトリウムベンゼンチオラート合成装置を用いる。

ナトリウムベンゼンチオラート合成装置の概略は、次の図による。

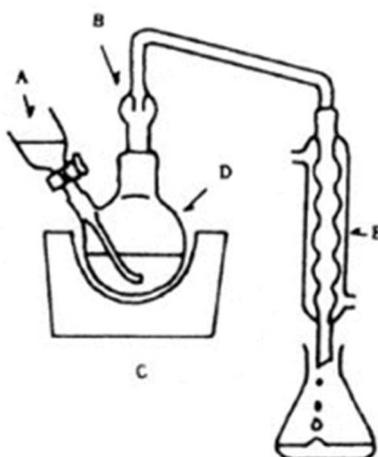
A：トルエン注入口

B：トラップ

C：マントルヒーター

D：二口丸底フラスコ

E：冷却管



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。

カラムクロマトグラフィー用アルミナ(塩基性) カラムクロマトグラフィー用に製造したアルミナ(粒径 63~200  $\mu\text{m}$ ) (塩基性)を 650°Cで 6時間加熱した後、デシケーター中で放冷する。水分含量が 0.1%以下のものでなければならない。

メチルエチルケトン メチルエチルケトン 1,000 mLに合成ゼオライト約 10 gを加え、軽く振とう後、12時間以上放置したものを用いる。

4. 標準品

クロルメコート 本品はクロルメコート 99%以上を含む。

分解点 本品の分解点は 245°Cである。

5. 試験溶液の調製

- a 抽出法

穀類の場合は、検体を 420  $\mu\text{m}$ の標準網ふるいを通して粉砕した後、その 20.0 gを量り採る。

果実及び野菜の場合は、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、細切均一化した後、検体 20.0 gに相当する量を量り採る。

これに水及びメタノールの混液(1:4) 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30 mLに濃縮する。

これにメタノール25 mL、水20 mL及びケイソウ土2 gを加え、緩やかに振り混ぜた後、静置し、ろ過する。次いで水及びメタノールの混液(2:1)75 mLを用いて上記の減圧濃縮器のナス型フラスコを洗い、ケイソウ土2 gを加え、上記と同様に操作する。さらに、水30 mLでろ紙上の残留物を洗い、洗液を合わせる。

#### b 精製法

内径15 mm、長さ300 mmのクロマトグラフ管に、強酸性陽イオン交換樹脂(粒径74~149 µm)12 mLを水に懸濁したものを入れ、カラムの上端に少量の水が残る程度まで水を流出させる。このカラムに8 mol/L塩酸25 mLを注入し、更に流出液のpHが6~7になるまで水を注入する。流出液は捨てる。さらに、水及びメタノールの混液(1:1)50 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、水及びメタノールの混液(1:1)50 mL、次いで0.5 mol/L塩酸200 mLを注入し、流出液は捨てる。さらに、8 mol/L塩酸35 mLを注入し、流出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、50°C以下で塩酸を除去する。この残留物に酢酸エチル及びメタノールの混液(6:4)10 mLを加えて溶かす。

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アルミナ(塩基性)10 gを酢酸エチル及びメタノールの混液(6:4)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酢酸エチル及びメタノールの混液(6:4)が残る程度まで酢酸エチル及びメタノールの混液(6:4)を流出させる。このカラムに上記の溶液を注入した後、酢酸エチル及びメタノールの混液(6:4)160 mLを注入し、最初の流出液40 mLは捨てる。次の流出液120 mL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メタノールを除去する。

#### c フェニルチオ化合物合成反応

この残留物に乾燥したメチルエチルケトンに対して0.6%のナトリウムベンゼンチオラートを懸濁させた液2 mLを加え、上記の減圧濃縮器のナス型フラスコ中の空気を窒素で置換し、密栓した後、時々振り混ぜながら80°Cで30分間加熱し、これを50 mLの分液漏斗(I)に移す。メチルエチルケトン4 mLを用いて上記の減圧濃縮器のナス型フラスコを洗った後、*n*-ペンタン8 mLを用いて上記と同様に操作して、両洗液を分液漏斗(I)に合わせる。これに0.5 mol/Lクエン酸溶液4 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50 mLの分液漏斗(II)に移す。有機溶媒層に0.5 mol/Lクエン酸溶液4 mLを加え、上記と同様に操作して、水層を分液漏斗(II)に合わせる。

これに4 mol/Lクエン酸三カリウム溶液及び4 mol/L水酸化ナトリウム溶液の混液(1:1)7 mL並びに酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの混液(1:1)8 mLを加え、振とう機を用いて15秒間激しく振り混ぜた後、静置し、分液後直ちに水層を捨てる。

有機溶媒層を少量の無水硫酸ナトリウムを載せたろ紙を用いてろ過する。ろ紙上の残留物を少量の酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの混液(1:1)で洗い、ろ液と合わせ、酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの混液(1:1)を加え、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。試験結果は標準品について、5. 試験溶液の調製のc フェニルチオ化合物合成反応と同様に操作して得られたものと一致しなければならない。

操作条件

カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフィー用シリコンを5%含ませる。

クロマトグラフ管 内径2~3 mm、長さ1.0~1.5 mのガラス管を用いる。

カラム温度 150~170°C

試験溶液注入口温度 220~250°C

検出器 250~270°Cで操作する。

ガス流量 キャリヤーガスとして窒素を用いる。*N,N*-ジメチル-2-(フェニルチオ)エチルアミンが約3分で流出する流速に調整する。空気及び水素の流量を至適条件に調整する。

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

0.1 mg/kg

8. 留意事項

なし

9. 参考文献

なし

10. 類型

A