

現行試験法

【DTTB】

1. 試験溶液の調製

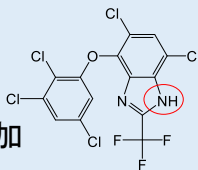
- ・ 細切試料約0.5 g
- ・ 10%水酸化ナトリウム水溶液にて溶解（3時間）
- ・ エチルエーテルで抽出 ×3回
- ・ 脱水後、濃縮乾固
- ・ 1 mol/L 水酸化ナトリウム及びジメチル硫酸を添加（10分間放置）
- ・ 誘導体化物をヘキサンで抽出 × 3回
- ・ 脱水後、濃縮乾固
- ・ アセトンに溶解させ、試験溶液とする

2. 試験

- ・ 電子捕獲型検出器付ガスクロマトグラフ（ECD-GC）にて測定（測定時に2種類の充填カラムを用いる）

課題

DTTBとデイルドリンで対象製品が同一だが前処理操作が異なるため煩雑



課題

有害試薬による誘導体化

【デイルドリン】

1. 試験溶液の調製

- ・ 細切試料約1 g
- ・ メタノール還流抽出（70℃、30分間）
- ・ メタノールを濃縮乾固
- ・ 合成ケイ酸マグネシウム（フロリジル）カラムを作成
- ・ 15%エチルエーテル/ヘキサン溶液にて負荷、溶出
- ・ 溶出液をヘキサンで定溶し試験溶液とする

2. 試験

- ・ 電子捕獲型検出器付ガスクロマトグラフ（ECD-GC）にて測定（測定時に2種類の充填カラムを用いる）

課題

* 精度の低い分析機器
* カラム2種類で測定が煩雑

改正試験法（案）

西ら., 薬学雑誌, 2020

西ら., 薬学雑誌, 2021

【DTTB及びデイルドリン】

改正ポイント①

前処理操作の統一による効率化

- ・ 細切試料0.50 g
- ・ 濃塩酸0.1 mLを加えたメタノール50 mLで還流抽出（30分間）
- ・ ろ過、濃縮後に10 mLに定容
- ・ 2 mLを分取し10%NaCl水溶液10 mL及びヘキサン4 mLを添加
- ・ 10分間振とう後に10分間遠心分離しヘキサン層1 mLを採取
- ・ アセトン5 mL及びヘキサン10 mLで調製済みのプロピルシルボニルシリル化シリカゲルミニカラム（充填量：1 g）に負荷
- ・ ヘキサン4 mLで洗浄後、10分間通気乾燥
- ・ 酢酸エチル/メタノール（1/1, v/v）5 mLで溶出し、溶出液を5 mLに定容

DTTB

- ・ 試料溶液1 mLに内部標準溶液50 µL及びPTAH（0.2 mol/L）100 µL添加
- ・ GC-MSにて測定

デイルドリン

- ・ 試料溶液1 mLに内部標準溶液50 µL添加
- ・ GC-MSにて測定

改正ポイント②

安全な試薬による誘導体化

改正ポイント③

1種類のキャピラリーカラムを用いたGC-MS法による測定により、精度の向上と煩雑さを解消

溶剤3種（テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン及びメタノール）改正試験法の概要

現行試験法

課題

溶剤3種類で対象製品が同一だが前処理操作が異なるため煩雑

【メタノール】

1. 試験溶液の調製

- ・ 氷冷したフラスコに、製品中の内容物を噴出し集める
- ・ 内容物を10.0 g 測り採る
- ・ 精製水、塩化ナトリウム、エタノール、流動パラフィンを加える
- ・ 直火で蒸留し、留液を得る
- ・ 留液を分液ロートに移し、ヘキサンによる液々分配により脂溶性成分を除去
- ・ 水相を分取し、エタノールで定溶

2. 試験

- ・ 水素炎型検出器付ガスクロマトグラフ（FID-GC）にて測定（測定時に2種類の充填カラムを用いる）

【テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン】

1. 試験

- ・ 氷冷したフラスコに、製品中の内容物を噴出し集める
- ・ ゴム栓付ガラス瓶にエタノール、試料1.00 g及び内部標準液を加える
- ・ 密栓し、30°Cの水浴で30分間穏やかに振り混ぜながら加温
- ・ ガラス瓶上部の気体（ヘッドスペースガス）を3 µL採り測定する
- ・ 充填カラムを用いた電子捕獲型検出器付ガスクロマトグラフ（ECD-GC）にて測定

課題

- * 精度の低い分析機器
- * カラム2種類で測定が煩雑（メタノール）
- * 注入量が少なく測定時のばらつきが大きいため、繰り返し3回の測定が必要で煩雑（テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン）

改正試験法（案）

Sugaya et al., J AOAC Int., 2020
河上ら, 薬学雑誌, 2020

【テトラクロロエチレン、トリクロロエチレン及びメタノール】

- ・ 氷冷したフラスコに、製品中の内容物を噴出し集める
- ・ 試料0.50 g を秤り取り乳酸エチルで50 mLに定容
- ・ 試料溶液5 mLを20 mL容ヘッドスペースバイアルに採り、内部標準物質を添加
- ・ 30~45°Cで30分加温
- ・ バイアル上部の気体を1 mL採り、GC-MSにて測定

改正ポイント①

前処理操作の統一による効率化

改正ポイント②

注入量を1 mLとし、1種類のキャピラリーカラムを用いたGC-MS法により、精度の向上と煩雑さを解消