

ピリメタニル試験法

1. 分析対象化合物

ピリメタニル

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ガスクロマトグラフ・質量分析計を用いる。

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シリカゲル カラムクロマトグラフィー用に製造したシリカゲル(粒径 63~200 μm)を 130° で 12 時間以上加熱した後、デシケーター中で放冷し、これに対して水 5%を加える。

4. 標準品

ピリメタニル 本品はピリメタニル 99%以上を含む。

融点 本品の融点は 96~97° である。

5. 試験溶液の調製

a 抽出法

(1) 豆類の場合

検体を 420 μm の標準網ふるいを通るように粉碎した後、その 10.0g を量り採り、水 20ml を加え、2 時間放置する。

これにアセトン 100ml を加え、3 分間細砕した後、ケイソウ土を 1cm 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 50ml を加え、3 分間細砕した後、上記と同様に操作して、ろ液をそのすり合わせ減圧濃縮器中に合わせ、40° 以下で約 30ml に濃縮する。

これをあらかじめ 10%塩化ナトリウム溶液 100ml を入れた 300ml の分液漏斗に移す。n-ヘキサン 100ml 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、n-ヘキサン層を 300ml の三角フラスコに移す。水層に n-ヘキサン 50ml を加え、上記と同様に操作して、n-ヘキサ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 n-ヘキサン 20ml 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 n-ヘキサンを除去する。

この残留物に n-ヘキサン 30ml を加え、100ml 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 30ml 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すり合わせ減圧濃縮器中に移す。n-ヘキサン層にn-ヘキサン飽和アセトニトリル 30ml を加え、上記と同様の操作を2回繰り返し、アセトニトリル層をその減圧濃縮器中に合わせ、40° 以下でアセトニトリルを除去する。この残留物にn-ヘキサン 5ml を加えて溶かす。

(2) 果実及び野菜の場合

検体約 1kg 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 20.0g に相当する量を量り採る。

これにアセトン 100ml を加え、3 分間細砕した後、ケイソウ土を 1cm 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 50ml 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 30ml に濃縮する。

これをあらかじめ 10%塩化ナトリウム溶液 100ml を入れた 300ml の分液漏斗に移す。n-ヘキサン 100ml 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、n-ヘキサン層を 300ml の三角フラスコに移す。水層にn-ヘキサン 50ml を加え、上記と同様に操作して、n-ヘキサ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n-ヘキサン 20ml 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n-ヘキサンを除去する。この残留物にn-ヘキサン 5ml を加えて溶かす。

b 精製法

内径 15mm、長さ 300mm のクロマトグラフ管にカラムクロマトグラフィー用シリカゲル(粒径 63~200 μ m) 5g 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 5g 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、アセトン及びn-ヘキサンの混液(1:99) 100ml 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(1:19) 50ml 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n-ヘキサンを加えて溶かし、正確に 5ml 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 0.25mm、長さ 30m 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%フェニルーメチルシリコンを 0.25 μ m の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 80° で 2 分間保持し、その後毎分 30° で昇温し、180° に到達後 1 分間保持する。次に毎分 5° で昇温し、250° に到達後、更に毎分 10° で昇温し、280° に到達後 5 分間保持する。

試験溶液注入口温度 250°

検出器 280° で操作する。

ガス流量 キャリヤーガスとしてヘリウムを用いる。ピリメタニルが約 11 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。

c 確認試験

a 定性試験と同様の操作条件でガスクロマトグラフィー・質量分析を行う。試験結果は標準品と一致しなければならない。また、必要に応じ、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

0.01 mg/kg

8. 留意事項

なし

9. 参考文献

なし

10. 類型

A