

アジムスルフロン、ハロスルフロンメチル及びフラザスルフロン試験法

1. 分析対象化合物

農薬等の成分である物質	分析対象化合物
アジムスルフロン	アジムスルフロン
ハロスルフロンメチル	ハロスルフロンメチル
フラザスルフロン	フラザスルフロン

2. 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ及び液体クロマトグラフ・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

アジムスルフロン 本品はアジムスルフロン99%以上を含む。

融点 本品の融点は170～173℃である。

ハロスルフロンメチル 本品はハロスルフロンメチル99%以上を含む。

融点 本品の融点は175～177℃である。

フラザスルフロン 本品はフラザスルフロン99%以上を含む。

融点 本品の融点は166～170℃である。

5. 試験溶液の調製

a 抽出法

穀類及び種実類の場合は、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10.0 gを量り採り、水20 mLを加え、2時間放置する。

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 (さとうきびの場合は、10.0 g) に相当する量を量り採る。これにアセトン100 mLを加え、3分間細砕した後、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、アセトン50 mL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、1 mol/l塩酸を用いてpH 3~4に調整した後、300 mLの分液漏斗に移す。酢酸エチル50 mLを用いて、上記の減圧濃縮器のナス型フラスコを洗い、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、酢酸エチル層を別の300 mLの分液漏斗に移す。水層に酢酸エチル50 mLを加え、上記と同様に操作した後、酢酸エチル層を上記の分液漏斗に合わせる。これに*n*-ヘキサン100 mL及び2%リン酸水素二カリウム溶液50 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200 mLのビーカーに移す。酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの層に2%リン酸水素二カリウム溶液50 mLを加え、上記と同様に操作した後、水層を上記のビーカーに合わせる。水層を攪拌しながら、6 mol/l塩酸を用いてpHを3~4に調整した後、更に別の300 mLの分液漏斗に移す。酢酸エチル50 mLを用いて上記の200 mLのビーカーを洗い、洗液を上記の分液漏斗に合わせる。これに塩化ナトリウム10 g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、酢酸エチル層を200 mLの三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル50 mLを加え、上記と同様に操作した後、酢酸エチル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。次いで酢酸エチル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°C以下で酢酸エチルを除去する。この残留物にアセトニトリル5 mLを加えて溶かす。

b 精製法

(1) アルミナカラムクロマトグラフィー

中性アルミナミニカラム (1,710 mg) にアセトニトリル10 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、アセトニトリル10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いでアセトニトリル及び水の混液 (4 : 1) 25 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以下でアセトニトリル及び水を除去する。この残留物にアセトン及び*n*-ヘキサンの混液 (3 : 1) 5 mLを加えて溶かす。

(2) トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (500 mg) にアセトン及び*n*-ヘキサンの混液 (3 : 1) 10 mLを注入し、流出液は捨てる。これに (1) アルミナカラムクロマトグラフィーで得られた溶液を注入し、次いでアセトン及び*n*-ヘキサンの混液 (3 : 1) 10 mLを注入し、流出液は捨てる。これにアセトン及びメタノールの混液 (9 : 1) 15 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以下でアセトン及びメタノールを除去する。この残留物にアセトニトリル及び水の混液 (9 : 1) を加えて溶かし、正確に1 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

カラム充てん剤 オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径5 μm）を用いる。

クロマトグラフ管 内径4.6 mm、長さ250 mmのステンレス管を用いる。

カラム温度 40°C

検出器 波長245 nmで操作する。

移動相 A アセトニトリル B 0.01%トリクロロ酢酸 ハロスルフロメチルが約13分で流出する流速に調整する。

濃度勾配 A : B (1 : 4) から (1 : 0) までの濃度勾配を15分間行う。次にAを5分間送液した後、A : B (1 : 4) に1分間で戻し、そのまま7分間送液する。

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液体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、必要に応じて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

アジムスルフロロン 0.01 mg/kg

ハロスルフロメチル 0.02 mg/kg

フラザスルフロロン 0.02 mg/kg

8. 留意事項

なし

9. 参考文献

なし

10. 類型

A