

プロクロラズ試験法

1. 分析対象化合物

プロクロラズ、*N*-ホルミル-*N*-1-プロピル-*N*-[2-(2, 4, 6-トリクロロフェノキシ)エチル]尿素、*N*-プロピル-*N*-[2-(2, 4, 6-トリクロロフェノキシ)エチル]尿素、2, 4, 6-TCP [2, 4, 6-トリクロロフェノール]

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

2, 4, 6-トリクロロフェノール 本品は2, 4, 6-トリクロロフェノール97%以上を含む。
融点 本品の融点は65~69℃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碎した後、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。

これをあらかじめ10%塩化ナトリウム溶液100 mLを入れた300 mLの分液漏斗に移す。酢酸エチル100 mL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、酢酸エチル層を300 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て、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し、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℃以下で酢酸エチルを除去する。この残留物に酢酸エチルを加えて正確に10 mLとする。

b 分解

a 抽出法で得られた溶液1 mLを反应用ガラスアンプル管に量り採り、窒素気流を吹き付けて酢酸エチルを除去した後、塩酸ピリジン1 gを加え、アンプル開口部を熔封した後、200℃で3時間加熱する。冷却後、開封し、0.2 mol/L塩酸溶液20 mLを用いて50 mLの分液漏斗に移し、*n*-ヘキサン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、*n*-ヘキサン層を10 mLの共栓試験管に採る。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、5 mLを量り採り、窒素気流下で濃縮し、正確に2 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10~30 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メチルシリコンを0.1~1.5 μmの厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 50℃で1分間保持し、その後毎分25℃で昇温し、250℃に到達後6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。2, 4, 6-トリクロロフェノールが約8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、ピーク高法又はピーク面積法により定量を行い、2, 4, 6-トリクロロフェノールの含量を求める。さらに次式によりプロクロラズの含量を求める。

プロクロラズ (代謝物を含む。) の含量 (ppm) = 2, 4, 6-トリクロロフェノールの含量 (ppm) × 1.91

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

プロクロラズは、プロクロラズ、*N*-ホルミル-*N*-1-プロピル-*N*- [2- (2, 4, 6-トリクロロフェノキシ) エチル] 尿素及び*N*-プロピル-*N*- [2- (2, 4, 6-トリクロロフェノキシ) エチル] 尿素を2, 4, 6-TCPに変換した後、2, 4, 6-トリクロロフェノールについて定量を行い、その含量に係数を乗じてプロクロラズの含量に換算し、これを分析値とすること。

9. 参考文献

なし

10. 類型

A