

シンメチリン試験法

1. 分析対象化合物

シンメチリン

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

シンメチリン 本品はシンメチリン98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は311～315℃である。

5. 試験溶液の調製

a 抽出法

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。

これにアセトニトリル100 mLを加え、3分間細砕した後、ケンソウ土を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、アセトニトリル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。*n*-ヘキサン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、*n*-ヘキサン層を300 mLの三角フラスコに移す。水層に*n*-ヘキサン50 mL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℃以下で約5 mLに濃縮する。

b 精製法

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合成ケイ酸マグネシウム5 g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5 g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、*n*-ヘキサン20 mLを注入し、流出後は捨てる。次いでエーテル及び*n*-ヘキサンの混液（1：19）150 mLを注入し、流出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40℃以下でエーテル及び*n*-ヘキサンを除去する。

c ヨウ素化

上記の残留物にヨードトリメチルシラン0.2 mLを加え、密栓し、30℃で1時間放置した後、0.01%チオ硫酸ナトリウム溶液10 mL及び*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*-ヘキサン層を褐色試験管に採る。

d 精製法

合成ケイ酸マグネシウムミニカラム（900 mg）に、*n*-ヘキサン5 mLを注入し、流出液を捨てる操作を2回繰り返す。このカラムに c ヨウ素化で得られた溶液5 mLを注入し、流出液を10 mLの褐色メスフラスコに採る。次いで、*n*-ヘキサン4 mLを注入し、流出液を上記のメスフラスコに合わせる。*n*-ヘキサンを加え、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 ヨウ素化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 内径0.53 mm，長さ15 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50%フェニル-メチルシリコンを1 μmの厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 130℃

試験溶液注入口温度 250℃

検出器 250℃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。*o*-メチルベンジルヨードが約3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。試験結果は標準品について，5. 試験溶液の調製の c ヨウ素化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。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

0.005 mg/kg

8. 留意事項

なし

9. 参考文献

なし

10. 類型

A