

## セトキシジム試験法

### 1. 分析対象化合物

セトキシジム、MSO [セトキシジムスルホキシド]、MSO<sub>2</sub> [セトキシジムスルホン]、M<sub>2</sub>S、M<sub>2</sub>SO、M<sub>2</sub>SO<sub>2</sub>、5-OH-MSO<sub>2</sub>

### 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

セトキシジム 本品はセトキシジム99%以上を含む。

(RS)2-(エトキシイミノブチル)-5-[2-(エチルスルホニル)プロピル]-3,5-ジヒドロキシシクロヘキサ-2-エノン (以下「5-OH-MSO<sub>2</sub>」という。) 本品は5-OH-MSO<sub>2</sub>98%以上を含む。

### 5. 試験溶液の調製

#### a 抽出法

穀類、豆類及び種実類の場合は、検体を420 μmの標準網ふるいを通して粉砕した後、その20.0 gを量り採る。

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。

これにメタノール100 mLを加え、振とう機を用いて30分間激しく振り混ぜた後、静置し、ケイソウ土を1 cmの厚さに敷いたろ紙を用いて吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、メタノール50 mLを加え、上記と同様に操作して、ろ液を500 mLの三角フラスコ(I)に合わせる。これに水150 mLを加えた後、水酸化カルシウム4 gを加え、1分間振り混ぜた後、静置し、ケイソウ土を1 cmの厚さに敷いたろ紙を用いて500 mLの三角フラスコ(II)に吸引ろ過する。次いで水及びメタノールの混液(1:1) 30 mLを用いて三角フラスコ(I)を洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗う。洗液を500 mLの三角フラスコ(II)に合わせる。これに1 mol/L塩酸を加えてpH 3~4に調整し、過酸化水素水0.5 mLを加え、50°Cで16時間加熱し、冷後これを500 mLの分液漏斗に移す。

これに塩化ナトリウム5 g及び*n*-ヘキサン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、*n*-ヘキサン層を捨てる。水層にジクロロメタン(特級) 80 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、ジクロロメタン層を1,000 mLの分液漏斗に移す。水層にジクロロメタン(特級) 80 mLを加え、上記と同様の操作を2回

繰り返し、ジクロロメタン層を上記の分液漏斗に合わせる。これに塩化ナトリウム5 g及び0.01 mol/L水酸化ナトリウム溶液（特級）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、ジクロロメタン層を500 mLの三角フラスコに移す。水層にジクロロメタン50 mLを加え、上記と同様に操作して、ジクロロメタン層を上記の三角フラスコに合わせる。これを液相分離ろ紙を用いてすり合わせ減圧濃縮器中にろ過し、40°C以下で30 mLに濃縮する。

#### b スルホン化

a 抽出法で得られた溶液にm-クロロ過安息香酸約20 mgを加え、密栓し、時々振り混ぜながら30°Cで10分間放置する。これに5%チオ硫酸ナトリウム溶液30 mLを加え、振とう機を用いて10分間激しく振り混ぜた後、静置し、ジクロロメタン層を300 mLの三角フラスコに移す。水層にジクロロメタン（特級）20 mLを加え、上記と同様に操作して、ジクロロメタン層を上記の三角フラスコに合わせる。これを液相分離ろ紙を用いてすり合わせ減圧濃縮器中にろ過し、40°C以下でジクロロメタンを除去する。この残留物に酢酸エチル及びn-ヘキサンの混液（2：3）10 mLを加えて溶かす。

#### c 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シリカゲル（粒径150～425 μm）10 gを酢酸エチル及びn-ヘキサンの混液（2：3）に懸濁したものを、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酢酸エチル及びn-ヘキサンの混液（2：3）が残る程度まで酢酸エチル及びn-ヘキサンの混液（2：3）を流出させる。このカラムにb スルホン化で得られた溶液を注入した後、酢酸エチル及びn-ヘキサンの混液（2：3）150 mLを注入し、流出液は捨てる。次にアセトン及びn-ヘキサンの混液（3：7）200 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n-ヘキサンを除去する。この残留物にジクロロメタン（特級）を加えて溶かし、正確に5 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。試験結果は標準品それぞれについて、5. 試験溶液の調製のa 抽出法、b スルホン化及びc 精製法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

カラム充てん剤 カラムクロマトグラフィー用シリカゲルを用いる。

クロマトグラフ管 内径2～3 mm、長さ200～500 mmのステンレス管を用いる。

検出器 波長254 nmで操作する。

移動相 ジクロロメタン及びメタノールの混液 (49 : 1) を用いる。(RS)6- [2-(エチル  
スルホニル)プロピル] -4-オキソ-2-プロピル-4,5,6,7-テトラヒドロベンゾオキサゾールが  
約6~8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、セトキシジム及び5-OH-  
MSO<sub>2</sub>のそれぞれについてピーク高法又はピーク面積法により定量を行い、セトキシジム  
及び5-OH-MSO<sub>2</sub>の含量を求め、次式により、5-OH-MSO<sub>2</sub>を含むセトキシジムの含量を求  
める。

セトキシジム (5-OH-MSO<sub>2</sub>を含む。) の含量 (ppm) = A + B × 0.87

A : セトキシジムの含量 (ppm)

B : 5-OH-MSO<sub>2</sub>の含量 (ppm)

7. 定量限界

0.01 mg/kg

8. 留意事項

セトキシジムは、セトキシジム及び5-OH-MSO<sub>2</sub>のそれぞれについて定量を行い、5-OH-  
MSO<sub>2</sub>についてはその含量に係数を乗じてセトキシジムの含量に換算し、これらの和を分析  
値とすること。セトキシジムの分析値には、セトキシジム、MSO、MSO<sub>2</sub>、M<sub>2</sub>S、M<sub>2</sub>SO、M<sub>2</sub>SO<sub>2</sub>、  
5-OH-MSO<sub>2</sub>が含まれる。

9. 参考文献

なし

10. 類型

A