

テクロフタラム試験法

1. 分析対象化合物

テクロフタラム、テクロフタラムイミド

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

テクロフタラム 本品はテクロフタラム99%以上を含む。

融点 本品の融点は198~199°C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°C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*n*-ヘキサン30 mLを加え、100 mLの分液漏斗に移す。*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30 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、アセトニトリル層を200 mLの分液漏斗に移す。*n*-ヘキサン層に*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30 mLを加

え、上記と同様にアセトニトリル層を上記の分液漏斗に合わせる操作を2回繰り返す。これにアセトニトリル飽和*n*-ヘキサン30 mLを加え、軽く振り混ぜた後、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。40°C以下でアセトニトリルを除去する。この残留物に酢酸エチル1 mLを加えて溶かす。

b イミド化

a 抽出法で得られた溶液に無水酢酸1 mLを加え、密栓し、50°Cの水浴上で20分間加温する。これに10%塩化ナトリウム溶液50 mLを加え、200 mLの分液漏斗に移す。*n*-ヘキサン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、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100 mLの三角フラスコに移す。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°C以下で*n*-ヘキサンを除去する。この残留物に*n*-ヘキサン2 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b イミド化で得られた溶液を注入した後、*n*-ヘキサン50 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの混液（1：9）50 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以下で酢酸エチル及び*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。試験結果はテクロフタラム標準溶液について、5. 試験溶液の調製のb イミド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0.25 mm、長さ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0.25 μmの厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 60°Cで2分間保持し、その後毎分20°Cで昇温し、250°Cに到達後34分間保持する。

試験溶液注入口温度 250°C

注入方式 スプリットレス

検出器 300°C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。テクロフタラムのイミド体が35～37分で流出する流速に調整する。メイクアップガスの窒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。試験結果は標準品について、5. 試験溶液の b イミド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

0.01 mg/kg

8. 留意事項

1) 分析値

テクロフタラムの分析値には、テクロフタラム及びテクロフタラムイミドが含まれる。

2) 電子捕獲型検出器付ガスクロマトグラフィーでテクロフタラムイミドを測定する場合、ガラスインサートへの吸着のため感度の変動しやすいので、試料液と標準液を交互に注入して再現性を確かめてから定量を行う必要があること。

9. 参考文献

なし

10. 類型

A