

クロルピクリン分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

- ・クロルピクリン

2. 装置

電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフ（GC-ECD）

3. 試薬、試液

- クロルピクリン標準品 : 分析用標準品（純度100%）
n-ヘキサン、アセトン : 残留農薬試験用
水 : Analytic, PRA-0015-0V0（オルガノ製）で精製された精製水を使用
消泡剤 : Antiform B Emulsion（SIGMA ALDRICH 製）
液相分離ろ紙 : 1PS 直径70 mm（Whatman 製）
塩酸、塩化ナトリウム : 特級試薬

4. 試験溶液の調製

（*n*-ヘキサン抽出-精製の場合）ばれいしよ

1) 抽出

磨砕均一した試料20.0 gを1 L溶丸底フラスコにはかり取り、水300 mL、塩酸10 mL、消泡剤3滴及び*n*-ヘキサン10 mLを正確に加えて蒸留装置に取り付けて、マントルヒーターを用いて沸騰後40分間加熱還流を行う。

2) 精製

放冷後、容器の水及び*n*-ヘキサンをあらかじめ塩化ナトリウム15 gを入れた100 mL容分液ロートに水30 mLで移し入れ、5分間振とうする。静置分離後ヘキサン層を液相分離ろ紙を用いて脱水、ろ過する。ろ液は10 mL容試験管に受け、1 mL（試料2.0 g 相当量）を20 mL容メスフラスコに分取し、*n*-ヘキサンを用いて定容し、測定溶液とする。

（アセトン抽出-精製（*n*-ヘキサン転溶）の場合）

1) 抽出

試料500 gを無作為に取り、これに6 mol/L塩酸50 gを添加し、ミキサーで磨砕均一化する。均一化した試料22 g（試料20 g相当量）を三角フラスコにはかり取り、アセトン50 mLを加え、10分間振とうする。抽出物を脱脂綿を敷いた漏斗で水100 mL容共栓付きメスシリンダーに自然ろ過し、残渣をアセトン40 mLで洗い、同様にろ過する。ろ液を合わせてアセトンで100 mLに定容す

る。

2) 精製

ろ液より10 mL (試料2 g相当量) を200 mLの分液漏斗に分取し、5%塩化ナトリウム水溶液85 mL及び*n*-へキサン20 mLを正確に加えて、振とう機を用いて、5分間激しく振とうする。暫時放置後*n*-へキサン層を分取し、無水硫酸ナトリウムで脱水し、測定溶液とする。

5. 検量線の作成

クロルピクリン標準品を*n*-へキサンに溶解し、200 mg/Lの標準原液を調製する。調製した標準原液を*n*-へキサンで希釈し、検量線用の標準液を数点調製し、それぞれGC-ECDに注入し、ピーク高さ法またはピーク面積法で検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液をGC-ECDに注入し、5. の検量線を用いて含量を定量する。

7. 測定条件

装置	: アジレント・テクノロジー(株)製7890A (μ-ECD)
カラム	: RESTEK 社製Rtx-5 Amine、内径0.53 mm、長さ30 m、膜厚1.0 μm
注入口温度	: 220°C
カラム温度	: 初期温度70°C、初期保持時間7 min. ポストラン220°C、保持時間9 min
検出器温度	: 320°C
ガス流量	: キャリアガスHe 6 mL/min メイクアップガスN ₂ 60 mL/min
注入量	: 1 μL
保持時間の目安	: 3.0分

8. 定量限界

0.005 mg/kg

9. 添加回収試験を実施した食品

ばれいしょ

10. 留意事項

特になし

※ 本分析法は、畜産物における残留試験等において用いられた残留農薬等分析



法であり、新たな試験法の開発等に際して参考として下さい。なお、当該分析法をもとに開発した試験法を食品規格への適合判定のために使用する場合には、「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインの一部改正について（平成 22 年 12 月 24 日薬食発 1224 第 1号）」に従って使用する試験法の妥当性を評価する必要があります。