

2,2-DPA試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

2,2-DPA（別名：ダラポン、2,2-ジクロロプロピオン酸）

ダラポンナトリウム塩

2. 装置

電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフ（GC-ECD）

ガスクロマトグラフ・質量分析計（GC/MS）

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

2,2-DPA標準品 本品は2,2-DPA 99%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出、精製

試料10.0 gを量り採り、塩化ナトリウム飽和2%ホウ酸ナトリウム溶液70 mLを加えて30分間振とうした後、ガラス繊維ろ紙を用いて吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に同溶液30 mLを加え、上記と同様に操作した後、ろ液を合わせる。これにエーテル100 mLを加えて5分間激しく振とうした後、静置し、エーテル層は捨てる。水層に6 mol/L塩酸を加えてpH 1.0に調整した後、エーテル50 mLずつで2回振とう抽出する。得られた抽出液を合わせ、1%炭酸水素ナトリウム溶液30 mLずつで2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、かくはんしながら、6 mol/L塩酸を加えてpH 1.0に調整した後、エーテル40 mLずつで2回抽出する。抽出液を合わせ、液相分離ろ紙を用いてろ過し、30°C以下で約2 mLまで減圧濃縮した後、窒素ガス気流中で溶媒を除去する。

2) エステル化

残留物にブタノール1 mL及び硫酸3滴を加え、還流冷却管を取り付けて、沸騰水浴上で30分間加熱還流する。冷却後、冷却管の内壁を少量の水で洗い、冷却管をはずし、反応液を*n*-ヘキサン10 mLずつで2回抽出する。抽出液を液相分離ろ紙を用いてろ過し、*n*-ヘキサンを加えて正確に25 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

2,2-DPA標準品の20 mg/Lアセトン溶液を調製し、この1 mLを採り、室温下、窒素ガス気流中で溶媒を除去した後、4の2) エステル化と同様の操作を行う。この溶液を*n*-ヘキサンで希釈し、2,2-DPAの0.02～1 mg/L溶液を数点調製し、それぞれ2 μLをGCに注入し、ピーク高

法又はピーク面積法により検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液2 µLをGCに注入し、5の検量線で2,2-DPAの含量を求める。

7. 確認試験

GC/MSにより確認する。

8. 測定条件

GC

検出器：ECD

カラム：50%フェニルーメチルシリコン、内径0.25 mm、長さ25 m、膜厚0.1 µm

カラム温度：40℃

注入口温度：250℃

検出器温度：250～300℃

キャリアーガス：ヘリウム

保持時間の目安：5分

9. 定量限界

0.05 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

2,2-DPAを試料から塩化ナトリウム飽和2%ホウ酸ナトリウム溶液で抽出し、抽出液をエーテルで洗浄した後、酸性（pH 1）に調整し、エーテルで抽出する。エーテル抽出液から2,2-DPAを1%炭酸水素ナトリウム溶液で抽出する。抽出液を酸性（pH 1）に調整した後、エーテルで再抽出する。溶媒を除去した後、ブタノール及び硫酸を加え、30分間加熱還流する。反応液から2,2-DPAのエステル化体を*n*-ヘキサンで抽出し、GC-ECDで測定し、GC/MSで確認する方法である。

2) 注意点

- (1) 2,2-DPAは濃縮操作で損失するため、浴温を低く設定し、溶媒除去は窒素ガス気流中で行う。キーパーを使用してもよい。
- (2) 2,2-DPAのエステル化生成物は揮発性が高く、濃縮による損失が大きいため、濃縮を行わずそのまま定容して試験溶液とする。

- (3) LC/MSの適用も考えられる。この場合はエステル化操作を省き、1) 抽出の最終残留物を0.1%酢酸8 mLに溶解する。

LC/MS操作条件

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径5 μm ） 内径2.0 mm、長さ150 mm

移動相：1%ギ酸及びメタノール（4：1）混液 流量：0.2 mL/分

カラム温度：40℃

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（ m/z ）：141

保持時間の目安：7分

11. 参考文献

- 1) Cotterill, E.G., Determination of residues of dalapon in soil by gas chromatography of the 1-butyl ester, J.Chromatogr., 106, 409~411, 1975
- 2) Zweig, G. & Sherma, J. ed., Analytical Method for Pesticides, Plant Growth Regulators, and Food Additives. vol.VI p.621-624, Academic Press (1972)

12. 類型

C