

イマザリル試験法

1. 分析対象化合物

イマザリル

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

イマザリル 本品はイマザリル97.5%以上を含む。

融点 本品の融点は49～54℃である。

5. 試験溶液の調製

a 穀類及び種実類の場合

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20.0 gを量り採る。

これにアセトン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、振とう機を用いて30分間激しく振り混ぜた後、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50 mLに濃縮する。

これをあらかじめ酢酸エチル100 mL及び飽和塩化ナトリウム溶液100 mLを入れた500 mLの分液漏斗に移し、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100 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℃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。これに*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30 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、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、上記と同様に操作して、アセトニトリル層を上記の分液漏斗に合わせる。これに*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、アセトニトリル層をすり合わせ減圧濃縮器中に移し、40℃以下でアセトニトリルを除去す

る。この残留物にアセトニトリルを加えて溶かし、正確に1 mLとして、これを試験溶液とする。

b 果実及び野菜の場合

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。

これにアセトン100 mL及び5 mol/L水酸化ナトリウム溶液5 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100 mLを加え、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50 mLに濃縮する。

これをあらかじめ酢酸エチル100 mL及び飽和塩化ナトリウム溶液100 mLを入れた500 mLの分液漏斗 (I) に移し、5 mol/L水酸化ナトリウム溶液を用いてpH 11~12に調整する。これを振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、酢酸エチル層を500 mLの分液漏斗 (II) に移す。水層に酢酸エチル100 mLを加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル層を分液漏斗 (II) に合わせる。

これに0.25 mol/L硫酸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、水層を300 mLの分液漏斗に移す。酢酸エチル層に0.25 mol/L硫酸50 mLを加え、上記と同様に操作して、水層を上記の分液漏斗に合わせる。酢酸エチル50 mL及び5 mol/L水酸化ナトリウム溶液10 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、酢酸エチル層を300 mLの分液漏斗に移す。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分液漏斗に合わせる。

これに飽和塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、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。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。この残留物にアセトニトリルを加えて溶かし、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。試験結果は標準品と一致しなければならない。

操作条件

カラム充填剤 オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径5 μm）を用いる。

クロマトグラフ管 内径4.6 mm、長さ250 mmのステンレス管を用いる。

検出器 波長230 nmで操作する。

移動相 アセトニトリル及び0.01 mol/Lリン酸一カリウムの混液（7：3）を用いる。イマザリルが約9分30秒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。

7. 定量限界

0.01 mg/kg

8. 留意事項

なし

9. 参考文献

なし

10. 類型

A