

## プロパモカルブ試験法

### 1. 分析対象化合物

プロパモカルブ、プロパモカルブ塩酸塩

### 2. 装置

アルカリ熱イオン化検出器又は高感度窒素・リン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

プロパモカルブ 本品はプロパモカルブ99%以上を含む。

融点 本品の融点は45～55℃である。

### 5. 試験溶液の調製

穀類の場合は、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を量り採り、1 mol/L塩酸30 mLを加え、2時間放置する。

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。

これにアセトン及び水の混液（7：3）80 mL（穀類の場合は、50 mL）を加え、5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、アセトン及び水の混液（7：3）50 mLを加え、5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℃以下で約40 mLに濃縮する。

これをあらかじめエーテル50 mL及び塩化ナトリウム5 gを入れた200 mLの分液漏斗に移し、1分間よく振り混ぜた後、静置し、エーテル層を捨てる。水層にエーテル50 mLを加え、上記と同様に操作して、水層を200 mLの分液漏斗に移す。水層に無水炭酸ナトリウム5 g（穀類の場合は、8 g）及びエーテル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、エーテル層を200 mLの三角フラスコに移す。水層にエーテル50 mLを加え、上記と同様の操作を2回繰り返す。エーテ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。次いでエーテル10 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℃以下で約1 mLに濃縮

し、さらに室温で空気を通じて乾固する。この残留物に酢酸エチルを加えて溶かし、正確に1 mLとして、これを試験溶液とする。

## 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 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14%シアノプロピルフェニルメチルシリコンを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1分間保持し、その後毎分10°Cで昇温し、160°Cに到達後2分間保持する。次に毎分4°Cで昇温し、180°Cに到達後毎分20°Cで昇温し、260°Cに到達後5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 250°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。プロパモカルブが約14分30秒で流出する流速に調整する。空気及び水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

プロパモカルブの分析値には、プロパモカルブ及びプロパモカルブ塩酸塩が含まれる。

## 9. 参考文献

なし

## 10. 類型

A