

メコプロップカリウム塩 (MCPK カリウム塩)、メコプロップジメチルアミン塩 (MCPDM ジメチルアミン塩)、メコプロップP イソプロピルアミン塩及びメコプロップP カリウム塩

(1) 装置

電子捕獲型検出器 (ECD) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

ヘキサン、ジエチルエーテル、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの  
ピリジン、塩化ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、塩酸：試薬特級

2,2,2 トリクロロエタノール：純度 99%以上のもの

N,N' ジシクロヘキシルカルボジイミド

ケイ酸マグネシウム：カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウムを 130 で 16 時間活性化後、放冷したもの

水：蒸留水又は精製水

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を 6M 塩酸で 2 時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものをを用いる。

メコプロップ標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料 200mL をメスシリンダーに取り、500mL の分液漏斗に移す。1M 塩酸 10mL、ジエチルエーテル 50mL を加え、振とう機を用い 5 分間振とうする。暫時放置し、分液後、ジエチルエーテル層を 200mL の三角フラスコに取る。残った水層にジエチルエーテル 50mL を加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、ジエチルエーテル層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム 20~30g を三角フラスコ中のジエチルエーテル層に加え、軽く振り混ぜ、約 10 分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mL のナス型フラスコに受ける。10~20mL のジエチルエーテルで数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約 40 の水浴でジエチルエーテルを 1~2mL まで濃縮し、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。

ウ エステル化及び洗浄

残留物に 2%N,N' ジシクロヘキシルカルボジイミドピリジン溶液 0.2mL、2,2,2 トリクロロエタノール 0.5mL を加え、密栓をして 60 の水浴中で 1 時間加熱し、反応させる。放冷後、反応液をヘキサン 50mL で 200mL の分液漏斗に移し、2%炭酸水素ナトリウム溶液 50mL を加え 1 分間軽く振とうし、分液後直ちに水層を捨てる。残ったヘキサン層に 0.2M 塩酸 50mL を加え振とう機を用い 5 分間激しく振とうする。分液後水層を捨て、さらに残ったヘキサン層に水 50mL を加え、同様の振とう及び分液の操作を行う。ヘキサン層を 100mL の三角フラスコに分取し、無水硫酸ナトリウム 20g を加え、(3)イと同様の脱水、濃縮を行い、ヘキサン 10mL に溶解する。

エ カラムクロマトグラフィー

ケイ酸マグネシウム 5g を内径 1.5cm、長さ 30cm のクロマト管にヘキサンの湿式法で充てんし、無水硫酸ナトリウム約 4g を積層する。これに先の溶解液の 5mL (試料 100mL 相当) を注ぎ、流下させる。次いでジエチルエーテル ヘキサン (4:96) 混液 50mL を流下させメコプロップトリ

クロロエチルエステル化物を溶出させ、200mL のナス型フラスコに受ける。減圧濃縮器を用い、約 40 の水浴で溶媒を 1~2mL まで濃縮し、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン 10mL を加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径 2~3mm、長さ 100~200cm のガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器 250~300 、カラム 200~230

ガス流量：キャリアーガスとして高純度窒素ガスを用い、メコプロップトリクロロエチルエステル化物のピークが保持時間 2~4 分となるように調整する。

感度：メコプロップの 0.02ng 相当量のメコプロップトリクロロエチルエステル化物のピークが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

メコプロップ標準品の 100  $\mu\text{g}$  を取り、(3)ウのエステル化及び洗浄と同様の操作を行い、ヘキサンで希釈してメコプロップの 0.01~0.2  $\mu\text{g}/\text{mL}$  相当の溶液を数点調製し、それぞれ 2  $\mu\text{L}$  ずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から 2  $\mu\text{L}$  を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりメコプロップの重量を求め、これに基づき試料中のメコプロップ濃度を算出する。