

## (10) トリアゾホス及びパラチオン試験法

### 1. 装置

アルカリ熱イオン化検出器，炎光光度型検出器(リン用干渉フィルター，波長 526nm)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。

### 2. 試薬・試液

次に示すもの以外は，第 2 添加物の部 C 試薬・試液等の項に示すものを用いる。

なお，「(特級)」と記載したものは，日本工業規格試薬の特級の規格に適合するものであることを示す。

**アセトニトリル** アセトニトリル 300mlをすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し，アセトニトリルを除去する。この残留物をn—ヘキサン 5mlに溶かし，その 5  $\mu$ lを電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき，ガスクロマトグラム上のn—ヘキサン以外のピークの高さは， $2 \times 10^{-11}$ gの  $\gamma$ —BHCが示すピークの高さ以下でなければならない。

**アセトン** アセトン 300mlをすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し，アセトンを除去する。この残留物をn—ヘキサン 5mlに溶かし，その 5  $\mu$ lを電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき，ガスクロマトグラム上のn—ヘキサン以外のピークの高さは， $2 \times 10^{-11}$ gの  $\gamma$ —BHCが示すピークの高さ以下でなければならない。

**塩化ナトリウム** 塩化ナトリウム(特級)。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含む場合には，n—ヘキサン等の溶媒で洗浄したものを用いる。

**カラムクロマトグラフィー用シリカゲル(粒径 63~200  $\mu$ m)** カラムクロマトグラフィー用に製造したシリカゲル(粒径 63~200  $\mu$ m)を 130°Cで 12 時間以上加熱した後，デシケーター中で放冷する。

**ケイソウ土** 化学分析用ケイソウ土を用いる。

**酢酸エチル** 酢酸エチル 300mlをすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し，酢酸エチルを除去する。この残留物をn—ヘキサン 5mlに溶かし，その 5  $\mu$ lを電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき，ガスクロマトグラム上のn—ヘキサン以外のピークの高さは， $2 \times 10^{-11}$ gの  $\gamma$ —BHCが示すピークの高さ以下でなければならない。

**n—ヘキサン** n—ヘキサン 300mlをすり合わせ減圧濃縮器を用いて 5mlに濃縮し，この 5  $\mu$ lを電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき，ガスクロマトグラム上のn—ヘキサン以外のピークの高さは， $2 \times 10^{-11}$ gの  $\gamma$ —BHCが示すピークの高さ以下でなければならない。

**水** 蒸留水を用いる。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含む場合には，n—ヘキサン等の溶媒で洗浄したものを用いる。

**無水硫酸ナトリウム** 無水硫酸ナトリウム(特級)。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含む場合には，n—ヘキサン等の溶媒で洗浄したものを用いる。

### 3. 標準品

トリアゾホス 本品はトリアゾホス 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 0~5℃である。

パラチオン 本品はパラチオン 97%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 375℃である。

#### 4. 試験溶液の調製

##### a 抽出法

##### ① 穀類及び豆類の場合

検体を 420  $\mu$ m の標準網ふるいを通るように粉碎した後、その 10.0g を量り採り、水 20ml を加え、2 時間放置する。

これにアセトン 100ml を加え、3 分間細砕した後、ケイソウ土を 1cm 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 50ml を加え、3 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℃以下でアセトンを除去する。

これをあらかじめ飽和塩化ナトリウム溶液 100ml を入れた 300ml の分液漏斗に移す。酢酸エチル及び n—ヘキサンの混液(1:4)100ml を用いて上記の減圧濃縮器のナス型フラスコを洗い、洗液を上記の分液漏斗に合わせる。振とう機を用いて 5 分間激しく振り混ぜた後、静置し、酢酸エチル及び n—ヘキサンの層を 300ml の三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル及び n—ヘキサンの混液(1:4)50ml を加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル及び n—ヘキサンの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 分間放置した後、すり合わせ減圧濃縮器中にろ過し、n—ヘキサン 20ml 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℃以下で酢酸エチル及び n—ヘキサンを除去する。

この残留物に n—ヘキサン 30ml を加え、100ml 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 30ml 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す。n—ヘキサン層に n—ヘキサン飽和アセトニトリル 30ml を加え、上記と同様の操作を 2 回繰り返す。アセトニトリル層をその減圧濃縮器中に合わせ、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ン及び n—ヘキサンの混液(1:1)5ml を加えて溶かす。

##### ② 果実及び野菜の場合

検体約 1kg を精密に量り、必要に応じ適量の水を量つて加え、細切均一化した後、検体 20.0g に相当する量を量り採る。

これにアセトン 100ml を加え、3 分間細砕した後、ケイソウ土を 1cm 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 50ml を加え、3 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℃以下でアセトンを除去する。

これをあらかじめ飽和塩化ナトリウム溶液 100ml を入れた 300ml の分液漏斗に移す。酢酸エチル及び n—ヘキサン(1:4)100ml を用いて上記の減圧濃縮器のナス型フラスコを洗い、洗液を上記の分液漏斗に合わせる。振とう機を用いて 5 分間激しく振り混ぜた後、静置し、酢酸エチル及び n—ヘキサンの層を 300ml の三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル及び n—ヘキサン(1:4)50ml を加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル及び n—ヘキサンの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 分間放置した後、すり合わせ減圧濃縮器中にろ過する。次いで n—ヘキサン 20ml 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℃以下で酢酸エチル及び n—ヘキサンを除去する。この残留物にアセトン及び n—ヘキサンの混液(1:1)5ml を加えて溶かす。

#### b 精製法

内径 15mm, 長さ 300mm のクロマトグラフ管にカラムクロマトグラフィー用シリカゲル(粒径 63~200  $\mu$ m)5g をアセトン及び n—ヘキサンの混液(1:1)に懸濁させたもの、次いでその上に無水硫酸ナトリウム約 5g を入れ、カラムの上端に少量のアセトン及び n—ヘキサンの混液(1:1)が残る程度までアセトン及び n—ヘキサンの混液(1:1)を流出させる。このカラムに a 抽出法で得られた溶液を注入した後、アセトン及び n—ヘキサンの混液(1:1)100ml を注入し、流出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40℃以下でアセトン及び n—ヘキサンを除去する。この残留物にアセトンを加えて溶かし、正確に 5ml として、これを試験溶液とする。

### 5. 操作法

#### a 定性試験

次の操作条件で試験を行う。試験結果はいずれの操作条件においても標準品と一致しなければならない。

##### 操作条件 1

カラム 内径 0.53mm, 長さ 10~30m のケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用メチルシリコンを 1.5  $\mu$ m の厚さでコーティングしたものを用いる。

カラム温度 80℃で 1 分間保持し、その後毎分 8℃で昇温し、250℃に到達後 5 分間保持する。

試験溶液注入口温度 230℃

検出器 280℃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。流速を至適条件に調整する。空気及び水素の流量を至適条件に調整する。

##### 操作条件 2

カラム 内径 0.32mm, 長さ 10~30m のケイ酸ガラス製の細管に, ガスクロマトグラフィー用 50%トリフルオロプロピル—メチルシリコンを 0.25  $\mu$ m の厚さでコーティングしたものをを用いる。

カラム温度 70℃で 1 分間保持し, その後毎分 25℃で昇温し, 125℃に到達後は毎分 10℃で昇温し, 235℃に到達後 12 分間保持する。

試験溶液注入口温度 230℃

検出器 280℃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。流速を至適条件に調整する。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。