

## ジチオピル及びチアゾピル試験法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

農薬等の成分である物質	分析対象化合物
ジチオピル	ジチオピル
チアゾピル	チアゾピル

### 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）

ディーン・スターク蒸留装置

### 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。

ジチオピル標準品 本品はジチオピル99%以上を含み、融点は65～67℃である。

チアゾピル標準品 本品はチアゾピル99%以上を含み、融点は77～79℃である。

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

試料5.00 gをディーン・スターク蒸留装置の丸底フラスコに量り採り、水350 mL、塩酸2 mL、*n*-ヘキサン20 mL及び消泡剤1 mLを加え、120分間加熱還流する。終了後、トラップ内の水及び*n*-ヘキサンを分液ロートに採り、再び丸底フラスコに*n*-ヘキサン20 mLを加え、60分間加熱還流する。終了後、トラップ内の水及び*n*-ヘキサンを先の分液ロート中に合わせる。これに塩化ナトリウム10 gを加えて振とうし、*n*-ヘキサン層を採る。水層に*n*-ヘキサン20 mLを加えて振とうし、*n*-ヘキサン層を採り、先の*n*-ヘキサン層と合わせる。これに無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を40℃以下で5 mLに濃縮する。

#### 2) 精製

クロマトグラフ管（内径15 mm）にカラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム5 gを*n*-ヘキサンに懸濁させて充てんし、無水硫酸ナトリウム約5 gを積層する。このカラムに1) で得られた溶液を注入し、流出液は捨てる。さらに、*n*-ヘキサン50 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、エーテル及び*n*-ヘキサン（1：4）混液100 mLを注入し、流出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。残留物を*n*-ヘキサンに溶解し、正確に5 mLとしたものを試験溶液とする。

## 5. 検量線の作成

ジチオピル及びチアゾピル標準品をアセトンに溶解して標準原液を作製し、これを*n*-ヘキサンで希釈して、0.01～0.1 mg/Lの混合標準溶液を数点調製する。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で検量線を作成する。

## 6. 定量

試験溶液2 μLをGCに注入し、5の検量線でジチオピル及びチアゾピルの含量を求める。

## 7. 確認試験

GC/MSにより確認する。

## 8. 測定条件

### 1) GC

検出器：ECD

カラム：メチルシリコン 内径0.25 mm、長さ30m、膜厚0.25 μm

カラム温度：50℃（1分）－25℃/分－175℃－10℃/分－300℃

注入口温度：230℃

検出器温度：300℃

キャリアーガス：ヘリウム

注入量：2 μL

保持時間の目安：ジチオピル 13分

### 2) GC/MS

カラム：5%フェニル-メチルシリコン 内径0.25 mm、長さ30m、膜厚0.25 μm

カラム温度：50℃（1分）－25℃/分－125℃－10℃/分－300℃（7分）

注入口温度：230℃

インターフェイス温度：300℃

キャリアーガス：ヘリウム

注入量：2 μL

保持時間の目安：ジチオピル 14分

## 9. 定量限界

ジチオピル 0.01 mg/kg

チアゾピル 0.01 mg/kg

## 10. 留意事項

### 1) 試験法の概要

ジチオピル及びチアゾピルを試料からディーン・スターク蒸留装置を用いて抽出する。合成ケイ酸マグネシウムカラムで精製した後、GC-ECDで定量し、GC/MSで確認する方法である。

## 11. 参考文献

今月の農業編集室編「改定4版登録農薬保留基準ハンドブック」p.363-365、化学工業日報社（2003）

## 12. 類型

C