

アセフェート、オメトエート及びメタミドホス試験法（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 |
| アセフェート | アセフェート |
| オメトエート | オメトエート |
| メタミドホス | メタミドホス |

2. 装置

炎光光度型検出器（リン用干渉フィルター、波長526 nm）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

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

アセフェート標準品 本品はアセフェート99%以上を含む。

融点 本品の融点は90～91℃である。

オメトエート標準品 本品はオメトエート99%以上を含む。

メタミドホス標準品 本品はメタミドホス99%以上を含む。

融点 本品の融点は44.5℃である。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

(1) 穀類1豆類、果実、野菜、ハーブ、種実類、抹茶及びホップの場合

穀類、豆類及び種実類の場合は、検体を420 µmの標準網ふるいを通して粉砕した後、その20.0 gを量り採り、水20 mLを加え、2時間放置する。

果実、野菜及びハーブの場合は、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。

抹茶の場合は、検体5.00 gを量り採り、水20 mLを加え、2時間放置する。

ホップの場合は、検体を粉砕した後、その5.00 gを量り採り、水20 mLを加え、2時間放置する。

これに酢酸エチル150 mL及び無水硫酸ナトリウム150 gを加え、5分間細砕した後、すり合わせ減圧濃縮器中に吸引ろ過する。次いで酢酸エチル40 mLを用いてろ紙上の残留物を洗う操作を3回繰り返す。これらの洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下で約10 mLに濃縮する。

(2) 抹茶以外の茶の場合

検体9.00 gを100℃の水540 mLに浸し、室温で5分間放置した後、ろ過し、冷後ろ液60 mLを量り採る。これに酢酸エチル150 mL及び無水硫酸ナトリウム200 gを加え、5分間細砕した後、すり合わせ減圧濃縮器中に吸引ろ過する。次いで酢酸エチル40 mLを用いてろ紙上の残留物を洗う操作を3回繰り返す。これらの洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下で約10 mLに濃縮する。

2) 精製

内径15 mm、長さ300 mm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 μm）10 gを酢酸エチルに懸濁したもの、次いでその上に無水硫酸ナトリウム約5 gを入れ、カラムの上端に少量の酢酸エチルが残る程度まで酢酸エチルを流出させる。このカラムに1) 抽出で得られた溶液を注入した後、酢酸エチル100 mLを注入し、流出液は捨てる。次いでアセトン100 mLを注入し、溶出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40℃以下で大部分のアセトンを除去する。この残留物にアセトンを加えて溶かし、正確に5 mL（茶の場合は2 mL）として、これを試験溶液とする。

5. 操作法

1) 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0.53 mm、長さ15 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50%トリフルオロプロピルメチルシリコンを1.0 μmの厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 100℃で1分間保持し、その後毎分10℃で昇温し、180℃に到達後5分間保持する。

試験溶液注入口温度 220℃

検出器 250℃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。アセフェートが約7分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。

2) 定量試験

1) 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。

3) 確認試験

1) 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。

6. 定量限界

アセフェート 0.01 mg/kg (茶にあっては0.1 mg/kg)

オメトエート 0.01 mg/kg (茶にあっては0.05 mg/kg)

メタミドホス 0.01 mg/kg (茶及びホップにあっては0.05 mg/kg)

7. 留意事項

1) 抹茶以外の茶について、アセフェートの試験を行う場合は、4. 試験溶液の調製、(2) 抹茶以外の茶の場合に従う。オメトエート及びメタミドホスの試験を行う場合は、抹茶以外の茶を粉砕したものについて(1)穀類、豆類、果実、野菜、ハーブ、種実類、抹茶及びホップの場合の抹茶に従って操作する。

8. 参考文献

なし

9. 類型

A