

アルドリン、エンドリン及びディルドリン試験法

1. 装置

電子捕獲型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、日本産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 5 mL に溶かし、その 5 μ 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、 2×10^{-11} g の γ -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 5 mL に溶かし、その 5 μ 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、 2×10^{-11} g の γ -BHC が示すピークの高さ以下でなければならない。

エーテル エチルエーテル 300mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、エチルエーテルを除去する。この残留物を *n*-ヘキサン 5 mL に溶かし、その 5 μ 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、 2×10^{-11} g の γ -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合成ケイ酸マグネシウム カラムクロマトグラフィー用に製造した合成ケイ酸マグネシウム (粒径 150~250 μ 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。

***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 5 mL に濃縮し、この 5 μ 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、 2×10^{-11} g の γ -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

アルドリン 本品はアルドリン 97%以上を含む。

融点 本品の融点は 102~104°Cである。

エンドリン 本品はエンドリン 98%以上を含む。

分解点 本品の分解点は 200°Cである。

ディルドリン 本品はディルドリン 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 177~179°Cである。

4. 試験溶液の調製

a 抽出法

(1) 穀類、豆類及び種実類の場合

検体を 420 μ m の標準網ふるいを通るように粉碎した後、その 10.0 g 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 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 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°C 以下で約 30mL に濃縮する。

これをあらかじめ 10%塩化ナトリウム溶液 100mL を入れた 300mL の分液漏斗に移す。*n*-ヘキサン 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、*n*-ヘキサン層を 300mL の三角フラスコに移す。水層に *n*-ヘキサン 50mL を加え、上記と同様に操作して、*n*-ヘキサン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。*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°C 以下で *n*-ヘキサンを除去する。

この残留物に *n*-ヘキサン 20mL 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 40mL 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 40mL を加え、上記と同様の操作を 2 回繰り返す。

返し、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 n -ヘキサンを加えて溶かし、正確に 5 mL とする。

(2) 果実、野菜及び抹茶の場合

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。

抹茶の場合は、検体 5.00 g を量り採り、水 20mL を加えて 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 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 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℃以下で約 30mL に濃縮する。

これをあらかじめ 10%塩化ナトリウム溶液 100mL を入れた 300mL の分液漏斗に移す。 n -ヘキサン 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、 n -ヘキサン層を 300mL の三角フラスコに移す。水層に n -ヘキサン 50mL を加え、上記と同様に操作して、 n -ヘキサン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 n -ヘキサンを除去する。この残留物に n -ヘキサンを加えて溶かし、正確に 10mL とする。

(3) 抹茶以外の茶（不発酵茶に限る。）の場合

検体 9.00 g を 100℃の水 540mL に浸し、室温で 5 分間放置した後、ろ過し、冷後ろ液 360mL を 500mL の三角フラスコに移す。これにアセトン 100mL 及び飽和酢酸鉛溶液 2 mL を加え、室温で 1 時間静置した後、ケイソウ土を 1 cm の厚さに敷いたろ紙を用いて吸引ろ過し、ろ液を 1,000mL の分液漏斗に移す。次いでアセトン 50mL を用いて上記の三角フラスコを洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗う。洗液を上記の分液漏斗に合わせる。

これに塩化ナトリウム 30 g 及び n -ヘキサン 100mL 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、 n -ヘキサン層を 300mL の三角フラスコに移す。水層に n -ヘキサン 100mL を加え、上記と同様に操作して、 n -ヘキサン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 n -ヘキサンを除去する。この残留物に n -ヘキサンを加えて溶かし、正確に 5 mL とする。

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合成ケイ酸マグネシウム 10 g を *n*-ヘキサンに懸濁したもの, 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 *n*-ヘキサンが残る程度まで *n*-ヘキサンを流出させる。このカラムに a 抽出法で得られた溶液 2 mL を注入した後, エーテル及び *n*-ヘキサンの混液 (3 : 17) 200mL を注入し, 溶出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り, 40°C以下でエーテル及び *n*-ヘキサンを除去する。この残留物に *n*-ヘキサンを加えて溶かし, 正確に 2 mL 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 0.25mm, 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 0.25 μ m の厚さでコーティングしたものを用いる。

カラム温度 50°C で 1 分間保持し, その後毎分 25°C で昇温する。175°C に到達後, 毎分 10°C で昇温し, 300°C に到達後 5 分間保持する。

試験溶液注入口温度 230°C

検出器 300°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。アルドリンが約 10 分で流出する流速に調整する。

操作条件 2

カラム 内径 0.25mm, 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 14% シアノプロピルフェニルーメチルシリコンを 0.25 μ 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°C で 2 分間保持し, その後毎分 30°C で昇温する。190°C に到達後, 毎分 3.6°C で昇温し, 250°C に到達後 8 分間保持する。

試験溶液注入口温度 230°C

検出器 300°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。アルドリンが約 10 分で流出する流速に調整する。

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。