

## アシュラム試験法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

アシュラム

アシュラムナトリウム塩

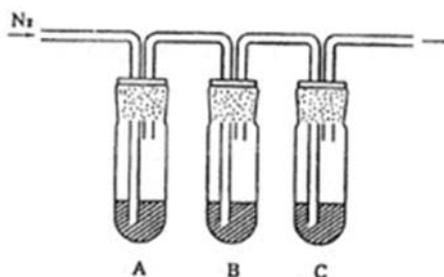
### 2. 装置

アルカリ熱イオン化検出器付きガスクロマトグラフ（GC-FTD）又は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ（GC-NPD）及びガスクロマトグラフ・質量分析計（GC/MS）メチル化装置 図に示したもの

A：エーテル管

B：ジアゾメタン発生管

C：反応管



### 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。

凝固液 塩化アンモニウム5 g及びリン酸10 mLを水に溶かし、100 mLとしたもの。

メチル化試薬 水酸化カリウム6 gに水及びメタノール（2：7）混液45 mLを加えて溶かし、その10 mLをジアゾメタン発生管に採った上、使用の直前に2%*N*-メチル-*N*-ニトロソ-4-トルエンスルホン酸アミド・エーテル溶液を加える。

アシュラム標準品 本品はアシュラム99%以上を含み、融点は143～144℃である。

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

穀類、豆類及び種実類の場合は試料10.0 g、果実、野菜及びハーブの場合は試料20.0 g、茶及びホップの場合は5.00 gを量り採る。これにメタノール100 mLを加え、30分間 振とうした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にメタノール50 mLを加え、上記と同様に振とう及びろ過を行う。得られたろ液を合わせ、40℃以下で約20 mLに濃縮する。

これに1 mol/L塩酸を加えてpH 2～3に調整し、凝固液5 mL及びケイソウ土2 gを加え、緩やかに振り混ぜ、5分間放置した後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を、水で10倍に希釈した凝固液25 mLで洗い、全ろ液を合わせ、酢酸エチル30 mLずつで3回抽出する。抽出液に無

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、メチル化装置の反応管に移す。

## 2) メチル化

反応管をジアゾメタン発生管に接続し、窒素ガスを穏やかに通じて反応させる。反応液が微黄色を呈するまで通気し、室温で15分間放置した後、反応液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物を酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：1）混液10 mLに溶かす。

## 3) 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を酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：1）混液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2) で得られた溶液を注入し、流出液は捨てる。さらに酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：1）混液20 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、同混液60 mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をメタノールに溶解し、正確に4 mL（穀類、豆類及び種実類の場合は2 mL、茶及びホップの場合は1 mL）としたものを試験溶液とする。

## 5. 検量線の作成

アシュラム標準品の100 mg/Lメタノール溶液を調製し、その1 mLをメチル化装置の反応管に移し、酢酸エチル100 mLを加えてジアゾメタン発生管に接続する。以下、4. 2) メチル化と同様に操作する。残留物をメタノールに溶解し、正確に10 mLとする。この溶液をメタノールで希釈し0.1～3 mg/Lの溶液を調製し、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の検量線でアシュラムの含量を求める。

## 7. 確認試験

GC/MSにより確認する。

## 8. 測定条件

GC

検出器：FTD又はNPD

カラム：メチルシリコン 内径 0.2 mm、長さ10 m

カラム温度：100℃-30℃/分-280℃

注入口温度：250℃

検出器温度：280℃

キャリアーガス：窒素ガス又はヘリウム

保持時間の目安：5分

## 9. 定量限界

0.02 mg/kg

## 10. 留意事項

### 1) 試験法の概要

アシュラムを試料からメタノールで抽出したのち、塩酸酸性下で凝固液を加え、酢酸エチルで抽出する。ジアゾメタンでメチル化したのち、合成ケイ酸マグネシウムカラムで精製し、GC-FTD又はGC-NPDで定量し、GC/MSで確認する方法である。

### 2) 注意点

(1) メチル化反応はジアゾメタンが過剰になり、溶液が微黄色を呈するまで通気する。

## 11. 参考文献

1) 上路雅子ら、2002年度版「残留農薬分析法」39頁、ソフトサイエンス社

2) 今月の農業編集室編 改定4版「農薬登録保留基準ハンドブック」p.32-34、化学工業日報社 (2003)

## 12. 類型

A (環境省告示第45号「アシュラム試験法」昭和61年10月28日)