

エテホン試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

エテホン

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）、高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ（GC-NPD）又は炎光光度型検出器付きガスクロマトグラフ（GC-FPD（P））及びガスクロマトグラフ・質量分析計（GC/MS）

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。

トリメチルシリルジアゾメタン溶液 トリメチルシリルジアゾメタンを約10%含む*n*-ヘキサン溶液

エテホン標準品 本品はエテホン99%以上を含み、融点は74～75℃である。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

穀類、豆類、種実類、茶及びホップの場合は、試料20.0 gに塩酸1 mL、酢酸エチル100 mL、硫酸マグネシウム20 g及び無水硫酸ナトリウム10 gを加え30分間振とうした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に酢酸エチル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、酢酸エチルを加えて正確に200 mLとする。この溶液の20 mLを採り、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。

果実、野菜及びハーブの場合は、検体1 kgを精密に量り、塩酸50 mLを加え、細切均一化した後、検体20.0 gに相当する量を量り採る。これに酢酸エチル100 mL、硫酸マグネシウム20 g及び無水硫酸ナトリウム60 gを加え10分間振とうした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に酢酸エチル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、酢酸エチルを加えて正確に200 mLとする。この溶液の20 mLを採り、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。

この残留物に*n*-ヘキサン30 mLを加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30 mLずつで2回振とう抽出する。抽出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン及び酢酸（99：1）混液1 mLを加えて溶かす。

2) メチル化

1) で得られた溶液に、トリメチルシリルジアゾメタン溶液1 mLを加え、室温で30分間放置した後、アセトン及びジエチレングリコール（99：1）混液1 mLを加え、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5 mLに溶かす。

3) 精製

シリカゲルミニカラム（690 mg）に酢酸エチル5 mL及び*n*-ヘキサン5 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。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5 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（4：1）混液10 mLを注入し、溶出液にアセトン及びジエチレングリコール（99：1）混液1 mLを加え、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトンに溶かし、正確に4 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

エテホン標準品の100 mg/Lアセトン溶液を調製し、その1 mLを採り、窒素ガスを送って溶媒を除去した後、残留物をアセトン及びジエチレングリコール（99：1）混液1 mLに溶かし、4. 2) メチル化と同様に操作する。得られた残留物をアセトンに溶解し50 mLとする。これをアセトンで希釈してエテホンの0.01～0.2 mg/L溶液を調製する。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の検量線でエテホンの含量を求める。

7. 確認試験

GC/MSにより確認する。

8. 測定条件

GC

検出器：FTD、NPD又はFPD（P）

カラム：5%フェニル-メチルシリコン、内径0.2～0.7 mm、長さ10～30 m、膜厚0.1～1.5 µm

カラム温度：50℃（2分）－2～20℃/分－280℃

注入口温度：200～270℃

検出器温度：280～300℃

キャリアーガス：窒素ガス又はヘリウム

保持時間の目安：3分（内径0.53 mm、長さ15 mのメチルシリコンカラム、カラム温度150℃で操作した場合）

9. 定量限界

0.02 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

穀類、豆類等の場合は塩酸酸性下で、果実、野菜等の場合は塩酸を加えてホモジナイズした試料に脱水剤を加えて、エテホンを酢酸エチルで抽出する。アセトニトリル/ヘキサン分配で精製し、トリメチルシリルジアゾメタンでメチル化した後、GC-FTD、GC-NPD又はGC-FPD (P) で測定し、GC/MSで確認する方法である。

2) 注意点

- (1) エテホンはpH 4以上では不安定であるため、塩酸を加えてpH 3以下で操作する。
- (2) 一律基準レベルの分析を行う場合は、濃縮倍率を上げるなどの工夫が必要である。

11. 参考文献

- 1) 上路雅子ら、2002年度版「残留農薬分析法」 203頁、ソフトサイエンス社
- 2) 農薬残留分析研究班編集「最新 農薬の残留分析法」 p.254-255、中央法規出版(1995)

12. 類型

A (環境省告示第20号「エテホン試験法」昭和61年4月14日及び同83号「エテホン試験法」平成14年12月24日)