

チオジカルブ及びメソミル試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

チオジカルブ

メソミル

メチルチオアセトヒドロキサマート（メソミルオキシム）

2. 装置

アルカリ熱イオン型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（S））及びガスクロマトグラフ質量分析計（GC/MS）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。

メソミルオキシム標準品 本品は、メソミルオキシム98%以上を含み、融点は93.5℃である。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

(1) 穀類、豆類、種実類、果実、野菜及びハーブの場合

穀類、豆類及び種実類の場合は、試料20.0 gに水40 mLを加え、2時間放置する。

果実、野菜及びハーブの場合は、試料20.0 gを量り採る。

これにアセトン100 mLを加え、30分間振とうした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン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40 mLに濃縮する。

これに水50 mL、0.5 mol/L硫酸5 mL、塩化ナトリウム20 g及び*n*-ヘキサン50 mLを加え、5分間振とうした後、水層を分取する。この水層に*n*-ヘキサン50 mLを加え、上記と同様に振とう及び分取を行う。

分取した水層を酢酸エチル100 mLずつで3回振とう抽出する。酢酸エチル層を合わせ、2%ジエチレングリコール・アセトン溶液0.1 mLを加え、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。

(2) 茶の場合

試料5.00 gに水20 mLを加え、2時間放置する。これにアセトン100 mLを加え、30分間振とうした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン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30 mLに濃縮する。

これに水50 mL及び飽和酢酸鉛溶液2 mLを加え、軽く振り混ぜた後、吸引ろ過する。水50 mLでろ紙上の残留物を洗い、吸引ろ過する。得られたろ液を合わせ、0.5 mol/L硫酸5 mL、塩化ナトリウム30 g及び*n*-ヘキサン50 mLを加え、5分間振とうした後、水層を分取する。この水層に*n*-ヘキサン50 mLを加え、上記と同様に振とう及び分取を行う。

分取した水層を酢酸エチル100 mLずつで3回振とう抽出する。酢酸エチル層を合わせ、2%ジエチレングリコール・アセトン溶液0.1 mLを加え、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。

2) 加水分解

1) で得られた残留物に4 mol/L水酸化ナトリウム溶液20 mLを加えて溶かし、空冷管を付して85°Cで30分間加熱する。冷後、0.5 mol/L硫酸100 mLを加え、酢酸エチル100 mLで1回、50 mLずつで2回振とう抽出する。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、ろ液に2%ジエチレングリコール・アセトン溶液0.1 mLを加え、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトンを加えて溶かし、正確に2 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

メソミルオキシム標準品の0.05～1 mg/Lアセトン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の検量線でメソミルオキシムの含量を求める。

メソミルオキシムの含量に1.54を掛けたものをチオジカルブ及びメソミルオキシムを含むメソミルの含量とする。

7. 確認試験

GC/MSにより確認する。

8. 操作条件

GC

検出器：FTD、NPD又はFPD (S)

カラム：ポリエチレングリコール、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°C (2分) -2～20°C/分-280°C

注入口温度：200～270°C

検出器温度：280～300°C

キャリアーガス：窒素又はヘリウム、線速度20～40 cm/秒

9. 定量限界

0.01 mg/kg (茶は0.04 mg/kg)

10. 留意事項

1) 試験法の概要

チオジカルブ、メソミル及びメソミルオキシムを試料からアセトンで抽出し、酸性下で*n*-ヘキサンで洗浄した後、酢酸エチルで抽出する。抽出物をアルカリで加水分解し、チオジカルブ及びメソミルをメソミルオキシムに変換した後、GC-FTD、GC-NPD又はGC-FPD (S) で定量し、GC/MSで確認する方法である。なお、メソミルオキシムの含量に係数を掛けてメソミルに換算した値を分析値とする。

2) 注意点

11. 参考文献

1) 上路雅子ら、2002年度版「残留農薬分析法」487頁、ソフトサイエンス社

12. 類型

A (環境省告示第27号「チオジカルブ試験法」平成7年4月26日)