

## イソフェンホス試験法

### 1. 分析対象化合物

イソフェンホス, イソフェンホスオキソン

### 2. 装置

アルカリ熱イオン化検出器, 炎光光度型検出器(リン用干渉フィルター, 波長526 nm)又は高感度窒素・リン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。

### 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。

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 µm)を130°Cで12時間以上加熱した後, デシケーター中で放冷し, これに対して水を5%加える。

### 4. 標準品

イソフェンホス 本品はイソフェンホス99%以上を含む。

沸点 本品の沸点は120°C (0.0013 kPa) である。

イソフェンホスオキソン 本品はイソフェンホスオキソン99%以上を含む。

### 5. 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 µmの標準網ふるいを通して粉砕した後, その10.0 gを量り採り, 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, 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50 mL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以下でアセトンを除去する。

これをあらかじめ飽和塩化ナトリウム溶液50 mLを入れた300 mLの分液漏斗に移す。酢酸エチル100 mL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, 酢酸エチル層を300 mLの三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル50 mLを加え, 上記と同様に操作して, 酢酸エチル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へろ過する。次いで酢酸エチル20 mL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以下で酢酸エチルを除去する。

この残留物に*n*-ヘキサン30 mLを加え、100 mL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30 mL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へ移す。*n*-ヘキサン層に*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30 mLを加え、上記と同様の操作を2回繰り返す。アセトニトリル層をその減圧濃縮器中に合わせ、40°C以下でアセトニトリルを除去する。この残留物にアセトン及び*n*-ヘキサンの混液（3：17）10 mLを加えて溶かす。

## (2) 果実及び野菜の場合

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。

これにアセトン100 mL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50 mL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以下でアセトンを除去する。

これをあらかじめ飽和塩化ナトリウム溶液50 mLを入れた300 mLの分液漏斗に移す。酢酸エチル100 mL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、酢酸エチル層を300 mLの三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル50 mLを加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル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へろ過する。次いで酢酸エチル20 mL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以下で酢酸エチルを除去する。この残留物にアセトン及び*n*-ヘキサンの混液（3：17）10 mLを加えて溶かす。

## b 精製法

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合成ケイ酸マグネシウム5 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を注入した後、アセトン及び*n*-ヘキサンの混液（3：17）110 mLを注入する。流出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40°C以下でアセトン及び*n*-ヘキサンを除去する。この残留物にアセトンを加えて溶かし、正確に2 mLとして、これを試験溶液とする。

## 6. 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10 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メチルシリコンを1.5 μmの厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 50°Cで2分間保持し, その後毎分30°Cで昇温し, 170°Cに到達後1分間保持する。次に毎分20°Cで昇温し, 290°Cに到達後5分間保持する。

試験溶液注入口温度 250°C

注入方式 スプリットレス

検出器 280°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。イソフェンホスが約8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。

#### 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, イソフェンホス及びイソフェンホスオキシソンのそれぞれについてピーク高法又はピーク面積法により定量を行い, イソフェンホス及びイソフェンホスオキシソンの含量を求め, 次式により, イソフェンホスオキシソンを含むイソフェンホスの含量を求める。

イソフェンホス(イソフェンホスオキシソンを含む。)の含量(ppm)=A+B×1.05

A: イソフェンホスの含量(ppm)

B: イソフェンホスオキシソンの含量(ppm)

#### 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。

## 7. 定量限界

0.002 mg/kg (茶にあっては0.04 mg/kg)

## 8. 留意事項

イソフェンホスは, イソフェンホス及びイソフェンホスオキシソンのそれぞれについて定量を行い, イソフェンホスオキシソンについてはその含量に係数を乗じてイソフェンホスの含量に換算し, これらの和を分析値とすること。

## 9. 参考文献

なし

## 10. 類型

