

モリネート試験法

1. 分析対象化合物

モリネート

2. 装置

アルカリ熱イオン化検出器又は高感度窒素・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・質量分析計並びに水蒸気蒸留装置を用いる。水蒸気蒸留装置はガラス製で、その概略は、次の図による。

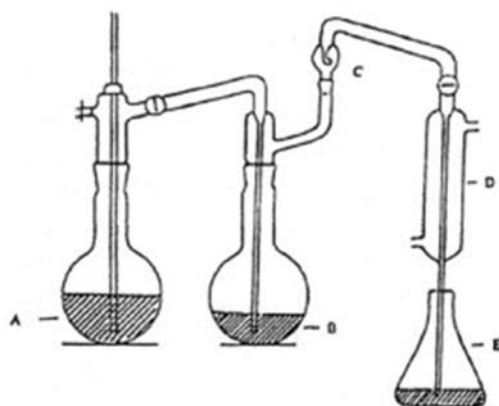
A：1,000 mLの丸底フラスコ（水蒸気発生用）

B：1,000 mLの丸底フラスコ（蒸留用）

C：蒸留トラップ

D：冷却管

E：500 mLの三角フラスコ



3. 試薬、試液

総則の3に示すものを用いる。

4. 標準品

モリネート 本品はモリネート99%以上を含む。

沸点 本品の沸点は137°C（減圧・1.33 kPa）である。

5. 試験溶液の調製

検体を420 μm の標準網ふるいを通して粉砕した後、その50.0 gを1,000 mLの丸底フラスコ（蒸留用）に量り採り、水400 mL及び消泡用シリコン数滴を加える。別に1,000 mL丸底フラスコ（水蒸気発生用）に水1,000 mLを入れる。1,000 mLの丸底フラスコ（蒸留用）を加熱しながら、1,000 mL丸底フラスコ（水蒸気発生用）を加熱して、500 mLの三角フラスコ中

の留出液が200 mLになるまで水蒸気蒸留する。蒸留が40分間で終了するよう加熱強度を調節する。留出液を500 mLの分液漏斗に移す。これに1 mol/L塩酸1 mL，塩化ナトリウム20 g及び*n*-ヘキサン50 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，*n*-ヘキサン層を300 mLの三角フラスコに移す。水層に*n*-ヘキサン50 mLを加え，上記と同様に操作して，*n*-ヘキサン層を300 mL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10 mLを用いて300 mL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，アセトン及びジエチレングリコールの混液（49：1）0.5 mLを加え，40℃以下で大部分の*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4 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30 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5%フェニル-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 180℃で8分間保持し，その後毎分12℃で昇温する。220℃に到達後，7分間保持する。

試験溶液注入口温度 220℃

検出器 230℃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。モリネートが4～7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，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。

7. 定量限界

0.02 mg/kg

8. 留意事項

なし

9. 参考文献

なし

10. 類型

A