

ダゾメット、メタム及びメチルイソチオシアネート試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

ダゾメット

メタム

メタムアンモニウム塩

メタムカリウム塩

メタムナトリウム塩

メチルイソチオシアネート

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）

ガスクロマトグラフ・質量分析計（GC/MS）

ディーン・スターク蒸留装置

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。

メチルイソチオシアネート標準品 本品はメチルイソチオシアネート99%以上を含み、融点は35～36℃である。

液相分離ろ紙 化学分析用ろ紙をシリコン処理したもの

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

(1) 穀類、種実類、果実、野菜、ハーブ及び抹茶の場合

試料50.0 g（抹茶の場合は10.0 g）をディーン・スターク蒸留装置の丸底フラスコに量り採り、水500 mL、酢酸エチル20 mL及び消泡剤1 mLを加え、40分間加熱還流する。終了後、トラップ内の水層及び酢酸エチル層を分液ロートに採り、塩化ナトリウム15 gを加えて振とうする。静置した後、酢酸エチル層を採り、液相分離ろ紙を用いてろ過する。ろ液に酢酸エチルを加えて正確に20 mLとしたものを試験溶液とする。

(2) 抹茶以外の茶の場合

試料12.0 gを100℃の水720 mLに浸し、室温で5分間放置した後、ろ過する。冷後ろ液540 mLをディーン・スターク蒸留装置の丸底フラスコに量り採り、酢酸エチル20 mL及び消泡剤1 mLを加え、40分間加熱還流する。終了後、トラップ内の水層及び酢酸エチル層を採り、塩化ナトリウム15 gを加えて振とうする。静置した後、酢酸エチル層を採り、

液相分離ろ紙を用いてろ過する。ろ液に酢酸エチルを加えて正確に20 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

メチルイソチオシアネート標準品を酢酸エチルに溶解して調製した標準原液を酢酸エチルで希釈し、0.01~0.5 mg/Lの標準溶液を数点調製する。それぞれ5 µLをGCに注入し、ピーク高法で検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液5 µLをGCに注入し、5の検量線でメチルイソチオシアネートの含量を求める。

7. 確認試験

GC/MSにより確認する。

8. 測定条件

1) GC

検出器：FTD又はNPD

カラム：ポリエチレングリコール又はトリフルオロプロピルメチルシリコン 内径0.53 mm、長さ30 m、膜厚1.0 µm

カラム温度：60°C

注入口温度：250°C

検出器温度：250°C

注入量：5 µL

保持時間の目安：ポリエチレングリコールカラムの場合は4分、トリフルオロプロピルメチルシリコンカラムの場合は1.5分

2) GC/MS

カラム：ポリエチレングリコール 内径0.25 mm、長さ30 m、膜厚0.25 µm

カラム温度：60°C（1分）-15°C/分-220°C（2分）

イオン化モード（電圧）：EI（70 eV）

主なイオン（*m/z*）：73、72

注入量：2 µL

保持時間の目安：5分

9. 定量限界

0.01 mg/kg（茶は0.05 mg/kg）

10. 留意事項

1) 試験法の概要

ダゾメット、メタム及びメチルイソチオシアネートを試料からディーン・スターク蒸留装置を用いて抽出し、GC-FTD又はGC-NPDで定量し、GC/MSで確認する方法である。加熱還流中にダゾメット及びメタムはメチルイソチオシアネートに変化する。

2) 注意点

- (1) 試料に水を加えた状態でpHを調べ、酸性またはアルカリ性に偏っている場合は、あらかじめ中和してから、蒸留操作を行う。
- (2) GC-FPD (S) では、メチルイソチオシアネートの検出感度が低いので、FTD又はNPDを用いる。
- (3) オレンジの測定には、トリフルオロプロピルメチルシリコンカラムが適している。ポリエチレングリコールカラムでは、メチルイソチオシアネートの前に負のピークが出現し、定量に影響する。

11. 参考文献

- 1) 環境省告示第35号「メチルイソチオシアネート試験法」(平成2年4月10日)
- 2) 環境省告示第93号「ダゾメット試験法」(平成2年11月7日)
- 3) 環境省告示第73号「カーバムナトリウム塩試験法」(平成7年11月28日)

12. 類型

C