

水質汚濁に係る農薬の登録保留基準として 環境大臣の定める基準の設定に関する資料

(農薬取締法第 3 条第 1 項第 4 号から第 7 号までに掲げる場合に該当
するかどうかの基準を定める等の件第 4 号の環境大臣の定める基準)

分析法案

資 料 目 次

農薬名	基準設定	ページ
1 イミダクロプリド	変更	1
2 メタアルデヒド	新規	3
3 ピラクロニル	新規	4
4 ペノキススラム	新規	6
(別添) 分析法参考資料		

平成 19 年 9 月 25 日

環境省 水・大気環境局 土壌環境課 農薬環境管理室

(38) イミダクロプリド試験法

ア 装置 紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

イ 試薬試液

アセトニトリル アセトニトリル (特級)

アセトン アセトン (特級)

塩化ナトリウム 塩化ナトリウム (特級)

酢酸エチル 酢酸エチル (特級)

ヘキサン ヘキサン (特級)

無水硫酸ナトリウム 無水硫酸ナトリウム (特級)

固相抽出カラム 内径15mm、長さ65mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用C₁₈シリカゲル (シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたもの) 1000mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

ケイ酸マグネシウムミニカラム 内径10mm、長さ25mmのカラム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910mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

イミダクロプリド標準品 本品は、イミダクロプリド98%以上を含み、融点は144℃である。

ウ 試験溶液の調製

A法 溶媒抽出法

1) 試料100mlを300mlの分液漏斗に量り取り、塩化ナトリウム5g及び酢酸エチル50mlを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、酢酸エチル層を分取する。残った水層についても、酢酸エチル50mlを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全酢酸エチル層を300mlの三角フラスコに合わせ、無水硫酸ナトリウム20gを加え、時々振り混ぜながら30分間放置した後、300mlのナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコを酢酸エチル20mlで洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。

2) この残留物にヘキサン及びアセトンの混液 (17:3) 5mlを加えて溶かす。

あらかじめ、ケイ酸マグネシウムミニカラムにヘキサン及びアセトンの混液 (17:3) 5mlを流し入れ、洗浄しておく。これにナス型フラスコ中の溶液を流し入れ、ヘキサン及びアセトンの混液 (17:3) 5mlで展開し、流出液を捨てる。次いでヘキサン及びアセトンの混液 (3:2) 10mlで展開し、溶出液を50mlのナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物に蒸留水及びアセトニトリルの混液 (4:1) を加えて溶かし、2mlとして試験溶液とする。

B法 固相抽出法

試料100mlを、あらかじめアセトニトリル5ml及び蒸留水5mlを順に流し入れ洗浄した固相抽出カラムに毎分10~20mlの流速で流し入れ、次いで蒸留水5mlを流し、流出液を捨てた後、約1分間吸引を続け水分を除去する。アセトニトリル10mlで展開し、溶出

液を50mlのナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を除去する。以下、この残留物についてA法の2)と同様の操作を行う。

エ 高速液体クロマトグラフの操作条件

充てん剤 シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを用いる。

分離管 内径2～6mm、長さ15～30cmのステンレス管を用いる。

分離管槽温度 40℃

溶離液 蒸留水及びアセトニトリルの混液(4:1)を用い、イミダクロプリドが8～12分で流出するように流速を調整する。

検出器 波長270nmで測定する。

感度 イミダクロプリドの1ngが十分確認できるように感度を調整する。

オ 検量線の作成

イミダクロプリド標準品の500mg/lアセトニトリル溶液を調製し、この溶液を蒸留水及びアセトニトリルの混液(4:1)で希釈して0.05～1mg/l溶液を数点調製し、それぞれを20 μ lずつ高速液体クロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高又はピーク面積、横軸に重量を取ってイミダクロプリドの検量線を作成する。

カ 定量試験

試験溶液から20 μ lを取り、高速液体クロマトグラフに注入し、オの検量線によりイミダクロプリドの重量を求め、これに基づき、試料中のイミダクロプリドの濃度を算出する。

(141) メタアルデヒド試験法

ア 装置 ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。

イ 試薬試液

塩化ナトリウム 塩化ナトリウム (特級)

酢酸エチル 酢酸エチル (特級)

無水硫酸ナトリウム 無水硫酸ナトリウム (特級)

メタアルデヒド標準品 本品は、メタアルデヒド99%以上を含み、融点は246℃である。

ウ 試験溶液の調製

試料100mlを300mlの分液漏斗に量り取り、塩化ナトリウム20g及び酢酸エチル50mlを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、酢酸エチル層を分取する。残った水層についても、酢酸エチル50mlを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全酢酸エチル層を300mlの三角フラスコに合わせ、無水硫酸ナトリウム20gを加え、時々振り混ぜながら30分間放置した後、300mlのナス型フラスコ中に入ろ過する。使用した三角フラスコを酢酸エチル20mlで洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を約10mlまで留去する。この濃縮液に酢酸エチルを加え20mlとし、試験溶液とする。

エ ガスクロマトグラフ質量分析計の操作条件

分離管 内径0.2～約0.3mm、長さ20～30mの熔融シリカ製の管の内面に5%フェニルメチルポリシロキサンを0.2～0.3 μ mの厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

キャリアーガス ヘリウムガスを用い、内径0.2～約0.3mmの分離管に対して線速度を毎秒30～60cmとする。

試料導入部温度 スプリットレス方式 150℃

分離管槽昇温プログラム 50℃で1分保ち、50～約200℃の範囲で毎分2～20℃の昇温を行う。

インターフェース部温度 200～270℃

イオン源温度 150℃以上

測定質量数 89、45

感度 メタアルデヒドの0.005ngが十分確認できるように感度を調整する。

オ 検量線の作成

メタアルデヒド標準品の0.005～0.1mg/1酢酸エチル溶液を数点調製し、それぞれを1 μ lずつガスクロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高又はピーク面積、横軸に重量を取ってメタアルデヒドの検量線を作成する。

カ 定量試験

試験溶液から1 μ lを取り、ガスクロマトグラフに注入し、オの検量線によりメタアルデヒドの重量を求め、これに基づき、試料中のメタアルデヒドの濃度を算出する。

(142) ピラクロニル試験法

ア 装置 紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

イ 試薬試液

アセトニトリル アセトニトリル (特級)

アセトン アセトン (特級)

酢酸エチル 酢酸エチル (特級)

ヘキサン ヘキサン (特級)

無水硫酸ナトリウム 無水硫酸ナトリウム (特級)

ケイ酸マグネシウムミニカラム 内径10mm、長さ25mmのカラム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910mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

固相抽出カラム 内径15mm、長さ65mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用C₁₈シリカゲル (シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたもの) 1000mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

ピラクロニル標準品 本品は、ピラクロニル99.9%以上を含み、融点は93.1~94.6℃である。

1-(3-クロロ-4, 5, 6, 7-テトラヒドロピラゾロ [1, 5-a] ピリジン-2-イル) -5-(メチルアミノ) ピラゾール-4-カルボニトリル (以下、「脱メチルアセチレン体」という。) 標準品 本品は、脱メチルアセチレン体98.5%以上を含み、融点は178~180℃である。

ウ 試験溶液の調製

A法 溶媒抽出法

1) 試料100mlを300mlの分液漏斗に量り取り、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1 : 1) 50mlを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、有機溶媒層を分取する。残った水層についても、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1 : 1) 50mlを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全有機溶媒層を300mlの三角フラスコに合わせ、無水硫酸ナトリウム20gを加え、時々振り混ぜながら30分間放置した後、300mlのナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコを酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1 : 1) 20mlで洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。

2) この残留物にヘキサン及びアセトンの混液 (9 : 1) 5mlを加えて溶かす。

あらかじめ、ケイ酸マグネシウムミニカラムにヘキサン及びアセトンの混液 (9 : 1) 5mlを流し入れ、洗浄しておく。これにナス型フラスコ中の溶液を流し入れ、ヘキサン及びアセトンの混液 (9 : 1) 5mlで展開し、流出液を捨てる。次いでヘキサン及びアセトンの混液 (7 : 3) 5mlで展開し、溶出液を50mlのナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物にアセトニトリル及び蒸留水の混液 (1 : 1) を加えて溶かし、2mlとして試験溶液とする。

B法 固相抽出法

試料100mlを、あらかじめアセトニトリル5ml及び蒸留水5mlを順に流し入れ洗浄した固相抽出カラムに毎分10~20mlの流速で流し入れ、次いで蒸留水5mlを流し、流出液を捨てた後、約1分間吸引を続け水分を除去する。アセトニトリル10mlで展開し、溶出液を50mlのナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。以下、この残留物についてA法の2)と同様の操作を行う。

エ 高速液体クロマトグラフの操作条件

充てん剤 シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを用いる。

分離管 内径2~6mm、長さ15~30cmのステンレス管を用いる。

分離管槽温度 40℃

溶離液 アセトニトリル及び蒸留水の混液(1:1)を用い、ピラクロニル及び脱メチルアセチレン体が5~10分で流出するように流速を調整する。

検出器 波長235nmで測定する。

感度 ピラクロニル及び脱メチルアセチレン体のそれぞれ1ngが十分確認できるように感度を調整する。

オ 検量線の作成

ピラクロニル標準品及び脱メチルアセチレン体標準品をアセトニトリルに溶解し、各溶液を等量ずつ合わせ取る。これをアセトニトリル及び蒸留水の混液(1:1)で希釈し、ピラクロニル及び脱メチルアセチレン体の0.05~1mg/l溶液を数点調製し、それぞれを20 μ lずつ高速液体クロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高又はピーク面積、横軸に重量を取ってピラクロニル及び脱メチルアセチレン体の検量線を作成する。

カ 定量試験

試験溶液から20 μ lを取り、高速液体クロマトグラフに注入し、オの検量線によりピラクロニル及び脱メチルアセチレン体の重量を求める。このピラクロニルの重量の値と脱メチルアセチレン体の重量の値に係数1.14を乗じてピラクロニルの重量に換算したものとを和し、これに基づき、試料中のピラクロニルの濃度を算出する。

(143) ペノキススラム試験法 (案)

ア 装置 紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

イ 試薬試液

アセトニトリル アセトニトリル (特級)

塩酸 塩酸 (特級)

酢酸エチル 酢酸エチル (特級)

無水硫酸ナトリウム 無水硫酸ナトリウム (特級)

リン酸 リン酸 (特級)

固相抽出カラム 内径15mm、長さ65mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用C₁₈シリカゲル (シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたもの) 1000mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

ペノキススラム標準品 本品は、ペノキススラム99.1%以上を含み、融点は212℃である。

ウ 試験溶液の調製

A法 溶媒抽出法

試料200mlを300mlの三角フラスコに量り取り、1mol/l塩酸を加えてpHを3に調整する。これを500mlの分液漏斗に移し、酢酸エチル50mlを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、酢酸エチル層を分取する。残った水層についても、酢酸エチル50mlを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全酢酸エチル層を300mlの三角フラスコに合わせ、無水硫酸ナトリウム20gを加え、時々振り混ぜながら30分間放置した後、300mlのナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコを酢酸エチル20mlで洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。

この残留物に蒸留水及びアセトニトリルの混液 (55:45) を加えて溶かし、2mlとして試験溶液とする。

B法 固相抽出法

試料200mlを300mlの三角フラスコに量り取り、1mol/l塩酸を加えてpHを3に調整する。これを、あらかじめアセトニトリル5ml及び蒸留水5mlを順に流し入れ洗浄した固相抽出カラムに毎分10~20mlの流速で流し入れ、次いで水及びアセトニトリルの混液 (7:3) 5mlを流し、流出液を捨てた後、約1分間吸引を続け水分を除去する。アセトニトリル10mlで展開し、溶出液を50mlのナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物に蒸留水及びアセトニトリルの混液 (55:45) を加えて溶かし、2mlとして試験溶液とする。

エ 高速液体クロマトグラフの操作条件

充てん剤 シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを用いる。

分離管 内径2~6mm、長さ15~30cmのステンレス管を用いる。

分離管槽温度 40℃

溶離液 蒸留水、アセトニトリル及びリン酸の混液 (55:45:0.1) を用い、ペノキススラムが10~15分で流出するように流速を調整する。

検出器 波長285nmで測定する。

感度 ペノキスラムの2 ngが十分確認できるように感度を調整する。

オ 検量線の作成

ペノキスラム標準品の500mg/1アセトニトリル溶液を調製し、この溶液を蒸留水及びアセトニトリルの混液(55:45)で希釈して0.1~2 mg/1溶液を数点調製し、それぞれを20 μ lずつ高速液体クロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高又はピーク面積、横軸に重量を取ってペノキスラムの検量線を作成する。

カ 定量試験

試験溶液から20 μ lを取り、高速液体クロマトグラフに注入し、オの検量線によりペノキスラムの重量を求め、これに基づき、試料中のペノキスラムの濃度を算出する。