

カプタホール試験法（農産物）

1. 装置

電子捕獲型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。

2. 試薬・試液

次に示すもの以外は、第2 添加物の部C 試薬・試液等の項に示すものを用いる。

なお、「（特級）」と記載したものは、日本工業規格試薬の特級の規格に適合するものであることを示す。

アセトニトリル アセトニトリル300mlをすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、アセトニトリルを除去する。この残留物をn-ヘキサン5mlに溶かし、その5 μ lを電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上のn-ヘキサン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} gの γ -BHCが示すピークの高さ以下でなければならない。

アセトン アセトン300mlをすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、アセトンを除去する。この残留物をn-ヘキサン5mlに溶かし、その5 μ lを電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上のn-ヘキサン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} gの γ -BHCが示すピークの高さ以下でなければならない。

塩化ナトリウム 塩化ナトリウム（特級）。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含む場合には、n-ヘキサン等の溶媒で洗浄したものを用いる。

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 μ m）を130℃で12時間以上加熱した後、デシケーター中で放冷する。

ケイソウ土 化学分析用ケイソウ土を用いる。

酢酸エチル 酢酸エチル300mlをすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、酢酸エチルを除去する。この残留物をn-ヘキサン5mlに溶かし、その5 μ lを電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上のn-ヘキサン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} gの γ -BHCが示すピークの高さ以下でなければならない。

n-ヘキサン n-ヘキサン300mlをすり合わせ減圧濃縮器を用いて5mlに濃縮し、この5 μ lを電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上のn-ヘキサン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} gの γ -BHCが示すピークの高さ以下でなければならない。

水 蒸留水を用いる。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含む場合には、*n*-ヘキサン等の溶媒で洗浄したものをを用いる。

無水硫酸ナトリウム 無水硫酸ナトリウム（特級）。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含む場合には、*n*-ヘキサン等の溶媒で洗浄したものをを用いる。

3. 標準品

カプタホール 本品はカプタホール98%以上を含む。

融点 本品の融点は159~161℃である。

4. 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 μ mの標準網ふるいを通るように粉碎した後、その10.0gを量り採り、3%リン酸溶液20mlを加え、2時間放置する。

これにアセトン100mlを加え、3分間細砕した後、ケイソウ土を1cm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50ml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℃以下で約30mlに濃縮する。

これをあらかじめ10%塩化ナトリウム溶液100mlを入れた300mlの分液漏斗に移す。*n*-ヘキサン100ml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、*n*-ヘキサン層を300mlの三角フラスコに移す。水層に*n*-ヘキサン50mlを加え、上記と同様に操作して、*n*-ヘキサン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にろ過する。次いで*n*-ヘキサン20ml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℃以下で*n*-ヘキサンを除去する。

この残留物に*n*-ヘキサン30mlを加え、100ml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30ml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に移す。*n*-ヘキサン層に*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30ml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℃以下でアセトニトリルを除去する。この残留物に*n*-ヘキサン5mlを加えて溶かす。

② 果実、野菜、抹茶及びホップの場合

果実及び野菜の場合は、検体約1kgを精密に量り、10%リン酸溶液500mlを加え、細切均一化した後、検体20.0gに相当する量を量り採る。

抹茶の場合は、検体5.00gを量り採り、3%リン酸溶液20mlを加え、2時間

放置する。

ホップの場合は、検体を粉碎した後、5.00 g を量り採り、3%リン酸溶液20 mlを加え、2時間放置する。

これにアセトン100ml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50ml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℃以下で約30mlに濃縮する。

これをあらかじめ10%塩化ナトリウム溶液100mlを入れた300mlの分液漏斗に移す。n-ヘキサン100ml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、n-ヘキサン層を300mlの三角フラスコに移す。水層にn-ヘキサン50mlを加え、上記と同様に操作して、n-ヘキサン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にろ過する。次いでn-ヘキサン20ml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℃以下でn-ヘキサンを除去する。この残留物にn-ヘキサン5 mlを加えて溶かす。

③ 抹茶以外の茶の場合

検体9.00 g を100℃の水540mlに浸し、室温で5分間放置した後、ろ過し、冷後ろ液360mlを500mlの三角フラスコに移す。

これにリン酸30ml、アセトン100ml及び飽和酢酸鉛溶液2 mlを加え、室温で1時間放置した後、ケイソウ土を1 cmの厚さに敷いたろ紙を用いて吸引ろ過し、ろ液を1,000mlの分液漏斗に移す。次いでアセトン50ml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。洗液を上記の分液漏斗に合わせる。これに塩化ナトリウム30 g 及びn-ヘキサン100ml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300mlの三角フラスコに移す。水層にn-ヘキサン100mlを加え、上記と同様に操作して、n-ヘキサン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にろ過する。次いでn-ヘキサン20ml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℃以下でn-ヘキサンを除去する。この残留物にn-ヘキサン5 mlを加えて溶かす。

④ (1)から(3)までに掲げる食品以外の食品の場合

(1)又は(2)の場合に準じて抽出を行う。

b 精製法

内径15mm, 長さ300mm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, n-ヘキサン100mlを注入し, 流出液は捨てる。次いで酢酸エチル及び n-ヘキサンの混液 (1 : 9) 150mlを注入し, 溶出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り, 40°C以下で酢酸エチル及び n-ヘキサンを除去する。この残留物に n-ヘキサンを加えて溶かし, 正確に 5 mlとして, これを試験溶液とする。

5. 操作法

a 定性試験

次の操作条件で試験を行う。試験結果はいずれの操作条件においても標準品と一致しなければならない。

操作条件 1

カラム 内径0.25mm, 長さ10~30m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0.25 μ mの厚さでコーティングしたものを用いる。
カラム温度 50°Cで1分間保持し, その後毎分25°Cで昇温する。175°Cに到達後, 毎分10°Cで昇温し, 300°Cに到達後5分間保持する。

試験溶液注入口温度 230°C

検出器 300°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。流速を至適条件に調整する。

操作条件 2

カラム 内径0.25mm, 長さ10~30m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%フェニルーメチルシリコンを0.25 μ mの厚さでコーティングしたものを用いる。

カラム温度 50°Cで1分間保持し, その後毎分25°Cで昇温する。125°Cに到達後, 毎分10°Cで昇温し, 300°Cに到達後3分間保持する。

試験溶液注入口温度 230°C

検出器 300°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。流速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。