

カプタホール試験法（畜水産物）

1. 装置

電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフを用いる。

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。

アセトニトリル 当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含まないものを用いる。

アセトン 当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含まないものを用いる。

エーテル ジエチルエーテル。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含まないものを用いる。

塩化ナトリウム 当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含まないものを用いる。

グラファイトカーボンミニカラム（250mg） 内径8～9mmのポリエチレン製のカラム管に、グラファイトカーボン250mgを充填したもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

合成ケイ酸マグネシウムミニカラム（910mg） 内径8～9mmのポリエチレン製のカラム管に、合成ケイ酸マグネシウム910mgを充填したもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

酢酸エチル 当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含まないものを用いる。

n-ヘキサン 当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含まないものを用いる。

水 蒸留水、精製水、純水等の化学分析に適したものを用いる。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用いる。

無水硫酸ナトリウム 当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含まないものを用いる。

3. 標準品

カプタホール標準品 本品はカプタホール97%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

a 抽出法

① 筋肉、脂肪、肝臓及び腎臓並びに魚介類の場合

脂肪の場合は、分解をできるだけ避けるために包丁等で検体を細切均一化し

た後、その5.00 gを量り採る。

脂肪以外の場合は、分解をできるだけ避けるために包丁等で検体を細切均一化した後、その10.0 gを量り採る。しじみ等の一個体が小さいものは、検体を正確に量り、重量比で1 / 2量の10vol%リン酸溶液を加え、細切均一化した後、検体10.0 gに相当する量を量り採る。

これに3 vol%リン酸溶液20ml（しじみ等の場合は水10ml）及びアセトン100 mlを加えて細砕した後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン50mlを加えて細砕した後、吸引ろ過する。得られたろ液を合わせて、40℃以下で約20mlまで濃縮する。これに10 w / v %塩化ナトリウム溶液100mlを加え、n-ヘキサン100ml及び50mlで2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にn-ヘキサン30mlを加え、n-ヘキサン飽和アセトニトリル30mlで2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン及びn-ヘキサンの混液（1 : 1）を加えて溶かし、正確に20mlとする。この溶液から正確に2 ml（脂肪の場合は正確に4 ml）を採り、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にエーテル及びn-ヘキサンの混液（1 : 4）5 mlを加えて溶かす。

② 乳、卵及びはちみつの場合

検体を均一化した後、その10.0 gを量り採る。これに3 vol%リン酸溶液20ml及びアセトン100mlを加えて細砕した後、毎分3,000回転で5分間遠心分離し、上澄液を採る。残留物にアセトン50ml（はちみつの場合は水20ml及びアセトン50ml）を加えて細砕した後、上記と同様に遠心分離する。得られた上澄液を合わせ、40℃以下で約20ml（はちみつの場合は約50ml）まで濃縮する。これに10 w / v %塩化ナトリウム溶液100mlを加え、n-ヘキサン100ml及び50mlで2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にn-ヘキサン30mlを加え、n-ヘキサン飽和アセトニトリル30mlで2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン及びn-ヘキサンの混液（1 : 1）を加えて溶かし、正確に20mlとする。この溶液から正確に2 mlを採り、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にエーテル及びn-ヘキサンの混液（1 : 4）5 mlを加えて溶かす。

b 精製法

① 合成ケイ酸マグネシウムカラムクロマトグラフィー

合成ケイ酸マグネシウムミニカラム（910mg）にn-ヘキサン5 mlを注入し、

流出液は捨てる。このカラムに a 抽出法で得られた溶液を注入した後、エーテル及び n-ヘキサンの混液（1：4）5mlを注入し、流出液は捨てる。この溶液に酢酸エチル及び n-ヘキサンの混液（1：9）30mlを注入し、溶出液を 40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル 5 mlを加えて溶かす。

② グラファイトカーボンカラムクロマトグラフィー

グラファイトカーボンミニカラム（250mg）にアセトニトリル 5 mlを注入し、流出液は捨てる。このカラムに① 合成ケイ酸マグネシウムカラムクロマトグラフィーで得られたアセトニトリル溶液を注入した後、アセトニトリル 15mlを注入し、溶出液を 40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物を n-ヘキサンの溶かし、正確に 2 mlとしたものを試験溶液とする。

5. 操作法

a 検量線の作成

カプタホール標準品をアセトンに溶かして 500mg/l とし標準原液とする。標準原液 1 mlをアセトンで正確に 25mlとし、20mg/l 溶液（アセトン）を調製する。この溶液を n-ヘキサンの希釈した溶液を数点調製し、それぞれ電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入し、ピーク高法又はピーク面積法により検量線を作成する。なお、本法に従って試験溶液を調製した場合、試料中 0.01mg/kgに相当する試験溶液中濃度は 0.005mg/l である。

b 定量試験

試験溶液を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入し、a 検量線の作成によりカプタホールの定量を行う。

c 確認試験

電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフにより確認する。

d 測定条件

① 定量試験用

カラム：5%フェニルーメチルシリコン 内径0.25mm、長さ30m、膜厚0.25 μ m

カラム温度：50℃で1分間保持し、その後毎分25℃で昇温する。125℃に到達後、毎分10℃で昇温し、300℃に到達後5分間保持する。

試験溶液注入口温度：230℃に保持する。

検出器：300℃で操作する。

ガス流量：キャリア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。

注入量：1 μ l

保持時間の目安：18分

② 確認試験用

カラム：35%フェニルメチルシリコン 内径0.25mm、長さ30m、膜厚0.25 μ m

保持時間の目安：19分

他の条件は定量試験用と同じ。