

リン化水素試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

リン化水素
リン化亜鉛
リン化アルミニウム
リン化マグネシウム

2. 装置

分光光度計
分解吸収装置 図に示すものを用いる。

3. 試薬、試液

吸収液 水で冷却しながら飽和するまで水に臭素を溶かしたもの
硫酸ヒドラジン 硫酸ヒドラジン（特級）

4. 試験溶液の調製

試料200 gを分解吸収装置のフラスコに量り採り、水2 Lを加える。別に同装置の第一吸収管及び第二吸収管に、それぞれ吸収液100 mLを入れ、外部を氷水で冷却しておく。送気孔から窒素を200 mL/分の流速で30分間通した後、フラスコを加熱しながら同様の通気の操作を2時間行う。第一吸収管及び第二吸収管の吸収液を少量の水で500 mLのビーカーに洗い入れ、ホットプレートを用いて10 mLに濃縮し、ガラスフィルターを用いてろ過する。使用したビーカーを少量の水で洗い、その洗液でガラスフィルター上の残留物を洗い、洗液をろ液に合わせ、更に、5 mol/L硫酸5 mL、2.5%モリブデン酸アンモニウム溶液5 mL及び0.15%硫酸ヒドラジン溶液2 mLを加えた上、水を加えて正確に50 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

110℃で4時間加熱したリン酸一カリウム0.4394 gを水に溶かして1 Lとし、その10 mLを採り、水で1 Lに希釈する。その1、2、3、4及び5 mLを採り、それぞれに5 mol/L硫酸5 mL、2.5%モリブデン酸アンモニウム溶液5 mL及び0.15%硫酸ヒドラジン溶液2 mLを加えた上、水を加えて正確に50 mLとする。これらを100 mLの容器に移し、密栓して沸騰水浴中で10分間加熱する。冷後それぞれの溶液を、1 cmのセルに採り、5 mol/L硫酸、2.5%モリブデン酸アンモニウム溶液、0.15%硫酸ヒドラジン溶液及び水（5：5：2：38）混液を対照として分光光度計により波長820 nmにおける吸光度を測定し、縦軸に吸光度、横軸にリンの重量をとってリンの検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液を100 mLの容器に移し、密栓して沸騰水浴中で10分間加熱する。冷後、溶液を1 cmのセルに採り、5 mol/L硫酸、2.5%モリブデン酸アンモニウム溶液、0.15%硫酸ヒドラジン溶液及び水（5：5：2：38）混液を対照として分光光度計により波長820 nmにおける吸光度を測定し、5の検量線により、リンの重量を求める。別に分解吸収装置を用い、試料をフラスコ中に加えないで4と同様の操作を行って得た溶液について、試験溶液と同様の操作を行ってリンの重量を求め、この値を試験溶液について得られたリンの重量の値から減じて補正重量を求める。これに係数1.097を乗じてリン化水素の重量に換算し、これに基づき、試料中のリン化水素の濃度を算出する。

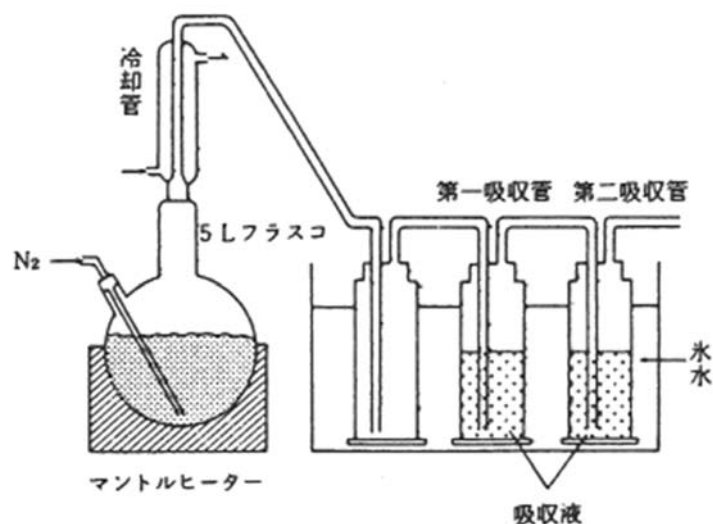


図 分解吸収装置の一例

7. 定量限界

0.01 mg/kg

8. 留意事項

1) 試験法の概要

試料を加熱し、リン化水素を蒸発させて飽和臭素水で捕集、酸化し、リン酸とする。リン酸イオンをモリブデン酸と反応させ、さらに還元して生成するモリブデンプルーを吸光光度法で測定する。

2) 注意点

(1) リン酸一カリウム0.4394 gを水に溶かして1 Lとし、その10 mLを採り、水で1 Lに希釈した溶液は、リンとして1 mg/Lの溶液である。

9. 類型

A（環境省告示第55号「リン化アルミニウム試験法」昭和53年9月22日）