



食安発第0714001号
平成18年7月14日

各

都道府県知事
保健所設置市長
特別区長

 殿

厚生労働省医薬食品局食品安全部長

食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質
の試験法について（一部改正）

食品、添加物等の規格基準（昭和34年厚生省告示第370号）の第1食品の部食品一般の成分規格の項6の（1）の表の第1欄、7の（1）の表の第1欄及び9の表の第1欄に掲げる農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質（その物質が化学的に変化して生成した物質を含む。）の試験法（同表第3欄に不検出と定められているものに係るものを除く。）については、「食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法について」（平成17年1月24日付け食安発第0124001号当職通知）をもって通知したところであるが、当該通知の別添の一部について、下記のとおり改正することとしたので、関係者への周知方よろしく願います。

記

「第2章 一斉試験法」の「GC/MSによる農薬等の一斉試験法（農産物）」並びに「第3章 個別試験法」の「BHC、 γ -BHC、DDT、アルドリン及びディルドリン、エタルフルラリン、エトリジアゾール、キントゼ

ン、クロルデン、ジコホール、テクナゼン、テトラジホン、テフルトリン、トリフルラリン、ハルフェンプロックス、フェンプロパトリン、ヘキサクロロベンゼン、ヘプタクロール、ベンフルラリン並びにメトキシクロール試験法」、「E P N、アニロホス、イサゾホス、イプロベンホス、エチオン、エディフェンホス、エトプロホス、エトリムホス、カズサホス、キナルホス、クロルピリホス、クロルピリホスメチル、クロルフェンビンホス、シアノホス、ジスルホトン、ジメチルビンホス、ジメトエート、スルプロホス、ダイアジノン、チオメトン、テトラクロルビンホス、テルブホス、トリアゾホス、トリブホス、トルクロホスメチル、パラチオン、パラチオンメチル、ピペロホス、ピラクロホス、ピラゾホス、ピリダフェンチオン、ピリミホスメチル、フェナミホス、フェニトロチオン、フェンスルホチオン、フェンチオン、フェントエート、ブタミホス、プロチオホス、プロパホス、プロフェノホス、ブロモホス、ベンスリド、ホキシム、ホサロン、ホスチアゼート、ホスファミドン、ホスメット、ホレート、マラチオン、メカルバム、メタクリホス、メチダチオン及びメビンホス試験法」、「アクリナトリン、シハロトリン、シフルトリン、シペルメトリン、デルタメトリン及びトラロメトリン、ビフェントリン、ピレトリン、フェンバレレート、フルシトリネート、フルバリネート並びにペルメトリン試験法」、「アラクロール、イソプロカルブ、クレソキシムメチル、ジエトフェンカルブ、テニルクロール、テブフェンピラド、パクロブトラゾール、ビテルタノール、ピリプロキシフェン、ピリミノバックメチル、フェナリモル、ブタクロール、フルトラニル、プレチラクロール、メトラクロール、メフェナセット、メプロニル及びレナシル試験法」、「カフェンストロール、ジフェノコナゾール、シプロコナゾール、シメトリン、チフルザミド、テトラコナゾール、テブコナゾール、トリアジメノール、フルジオキシニル、プロピコナゾール、ヘキサコナゾール及びペンコナゾール試験法」並びに「クロルフェナピル及びビフェノックス試験法」について、抹茶以外の茶の場合の抽出法を明確化する等の改正を行い、別添のとおり改めたこと。なお、改正部分を下線で示す。

BHC、 γ -BHC、DDT、アルドリン及びディルドリン、エタルフルラリン、エトリジアゾール、エンドリン、キントゼン、クロルデン、ジコホール、テクナゼン、テトラジホン、テフルトリン、トリフルラリン、ハルフェンプロックス、フェンプロパトリン、ヘキサクロロベンゼン、ヘプタクロル、ベンフルラリン並びにメトキシクロール試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

農薬等の成分である物質	分析対象化合物
<u>BHC (α-BHC、β-BHC、γ-BHC 及び δ-BHC の総和をいう。)</u>	<u>α-BHC、β-BHC、γ-BHC、δ-BHC</u>
<u>γ-BHC (リンデン)</u>	<u>γ-BHC (リンデン)</u>
DDT (DDD 及び DDE を含む。)	<i>pp'</i> -DDD、 <i>pp'</i> -DDE、 <i>pp'</i> -DDT、 <i>op'</i> -DDT
アルドリン及びディルドリン(総和をいう。)	アルドリン、ディルドリン
エタルフルラリン	エタルフルラリン
エトリジアゾール	エトリジアゾール
エンドリン	エンドリン
キントゼン	キントゼン
クロルデン	<i>trans</i> -クロルデン、 <i>cis</i> -クロルデン
ジコホール	ジコホール
テクナゼン	テクナゼン
テトラジホン	テトラジホン
テフルトリン	テフルトリン
トリフルラリン	トリフルラリン
ハルフェンプロックス	ハルフェンプロックス
フェンプロパトリン	フェンプロパトリン
ヘキサクロロベンゼン	ヘキサクロロベンゼン
<u>ヘプタクロル</u>	<u>ヘプタクロル、ヘプタクロルエポキシド</u>
ベンフルラリン	ベンフルラリン
メトキシクロール	メトキシクロール

2. 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。

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の2に示すものを用いる。

α -BHC 標準品 本品は α -BHC99%以上を含む。

融点 本品の融点は157~159°Cである。

β -BHC 標準品 本品は β -BHC98%以上を含む。

融点 本品の融点は308~310°Cである。

γ -BHC 標準品 本品は γ -BHC99%以上を含む。

融点 本品の融点は112~114°Cである。

δ -BHC 標準品 本品は δ -BHC95%以上を含む。

融点 本品の融点は137~140°Cである。

pp'-DDD 標準品 本品は*pp'*-DDD98%以上を含む。

融点 本品の融点は108~110°Cである。

pp'-DDE 標準品 本品は*pp'*-DDE99%以上を含む。

融点 本品の融点は88~90°Cである。

op'-DDT 標準品 本品は*op'*-DDT98%以上を含む。

融点 本品の融点は73~75°Cである。

pp'-DDT 標準品 本品は*pp'*-DDT99%以上を含む。

融点 本品の融点は108~110°Cである。

アルドリン標準品 本品はアルドリン97%以上を含む。

融点 本品の融点は102~104°Cである。

エタルフルラリン標準品 本品はエタルフルラリン98%以上を含む。

融点 本品の融点は55~56°Cである。

エトリジアゾール標準品 本品はエトリジアゾール98%以上を含む。

融点 本品の融点は20°Cである。

キントゼン標準品 本品はキントゼン98%以上を含む。

融点 本品の融点は143~144°Cである。

trans-クロルデン標準品 本品は*trans*-クロルデン98%以上を含む。

融点 本品の融点は104~105°Cである。

cis-クロルデン標準品 本品は*cis*-クロルデン98%以上を含む。

融点 本品の融点は106~107°Cである。

ジコホール標準品 本品はジコホール95%以上を含む。

融点 本品の融点は73~76°Cである。

ディルドリン標準品 本品はディルドリン98%以上を含む。

融点 本品の融点は177~179°Cである。

テクナゼン標準品 本品はテクナゼン98%以上を含む。

融点 本品の融点は98°Cである。

テトラジホン標準品 本品はテトラジホン98%以上を含む。

融点 本品の融点は146°Cである。

テフルトリン標準品 本品はテフルトリン 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 44~45°Cである。

トリフルラリン標準品 本品はトリフルラリン 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 46~50°Cである。

ハルフェンプロックス標準品 本品はハルフェンプロックス 99%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 291°Cである。

フェンプロパトリン標準品 本品はフェンプロパトリン 99%以上を含む。

融点 本品の融点は 45~50°Cである。

ヘキサクロロベンゼン標準品 本品はヘキサクロロベンゼン 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 226°Cである。

ヘプタクロル標準品 本品はヘプタクロル 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 95~96°Cである。

ヘプタクロルエポキシド標準品 本品はヘプタクロルエポキシド 98%以上を含む。

ベンフルラリン標準品 本品はベンフルラリン 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 65~67°Cである。

メトキシクロール標準品 本品はメトキシクロール 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 89°Cである。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

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して粉砕した後、その 10.0 g を量り採り、水 20 mL を加え、2 時間放置する。

これにアセトン 100 mL 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 50 mL 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°C 以下で約 30 mL に濃縮する。

これをあらかじめ 10% 塩化ナトリウム溶液 100 mL を入れた 300 mL の分液漏斗に移す。*n*-ヘキサン 100 mL 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 300 mL の三角フラスコに移す。水層に *n*-ヘキサン 50 mL 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。*n*-ヘキサン 20 mL 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°C 以下で *n*-ヘキサンを除去する。

この残留物に *n*-ヘキサン 20 mL を加え、100 mL 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 40 mL 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 40 mL 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°C 以下でアセトニトリルを除去する。この残留物に *n*-ヘキサンを加えて溶かし、正確に 5 mL とする。

② 果実、野菜、ハーブ、抹茶及びホップの場合

果実、野菜及びハーブの場合は、検体約 1 kg を精密に量り、必要に応じ適量の水を量って加え、細切均一化した後、検体 20.0 g に相当する量を量り採る。

抹茶の場合は、検体 5.00 g を量り採り、水 20 mL を加えて 2 時間放置する。

ホップの場合は、検体を粉碎した後、その 5.00 g を量り採り、水 20 mL を加え、2 時間放置する。

これにアセトン 100 mL 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 50 mL 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°C 以下で約 30 mL に濃縮する。

これをあらかじめ 10% 塩化ナトリウム溶液 100 mL 入れた 300 mL の分液漏斗に移す。*n*-ヘキサン 100 mL 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 300 mL の三角フラスコに移す。水層に *n*-ヘキサン 50 mL 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 20 mL 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°C 以下で *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 10 mL とする。

③ 抹茶以外の茶の場合

a BHC、DDT、アルドリン及びディルドリン、エンドリン、ジコホール、テトラジホン、トリフルラリン、ハルフェンプロックス並びにフェンプロパトリンの試験を行う場合

検体 9.00 g を 100°C の水 540 mL に浸し、室温で 5 分間放置した後、ろ過し、冷後ろ液 360 mL を 500 mL の三角フラスコに移す。これにアセトン 100 mL 及び飽和酢酸鉛溶液 2 mL を加え、室温で 1 時間静置した後、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 1,000 mL の分液漏斗に移す。次いでアセトン 50 mL を用いて上記の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 100 mL 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 300 mL の三角フラスコに移す。水層

に *n*-ヘキサン 100 mL 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 20 mL 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°C 以下で *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 とする。

b キントゼン、クロルデン、テクナゼン、テフルトリン、ヘキサクロロベンゼン及びヘプタクロルの試験を行う場合

抹茶以外の茶を粉砕したものについて② 果実、野菜、ハーブ、抹茶及びホップの場合の抹茶に従って操作する。

2) 精製

内径 15 mm、長さ 300 mm 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 10 g を *n*-ヘキサンに懸濁させたもの、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 1) 抽出で得られた溶液 2 mL を注入した後、エーテル及び *n*-ヘキサン (3 : 17) 混液 200 mL を注入し、溶出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40°C 以下でエーテル及び *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 2 mL として、これを試験溶液とする。

5. 操作法

1) 定性試験

次の操作条件で試験を行う。試験結果が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。ただし、ジコホールの試験を行う場合においては、次の操作条件 1 で試験を行う。

操作条件 1

カラム：内径 0.25 mm、長さ 10~30 m 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 μm の厚さでコーティングしたもの。

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：キャリアーガスとしてヘリウムを用いる。アルドリンが約 10 分で流出する流速に調整する。

操作条件 2

カラム：内径 0.25 mm、長さ 10~30 m のケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグ

ラフィー用 14%シアノプロピルフェニルメチルシリコンを 0.25 μm の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度：80°Cで2分間保持し、その後毎分30°Cで昇温する。190°Cに到達後、毎分3.6°Cで昇温し、250°Cに到達後8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：キャリアガスとしてヘリウムを用いる。アルドリンが約10分で流出する流速に調整する。

2) 定量試験

1) 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。

3) 確認試験

1) 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。

6. 定量限界

γ -BHC(リンデン) 0.01 mg/kg

アルドリン 0.005 mg/kg

エタルフルラリン 0.01 mg/kg

エトリジアゾール 0.01 mg/kg

エンドリン 0.005 mg/kg

キントゼン 0.01 mg/kg

クロルデン 0.01 mg/kg

ディルドリン 0.005 mg/kg

テクナゼン 0.01 mg/kg

テトラジホン 0.01 mg/kg

テフルトリン 0.01 mg/kg

ヘキサクロロベンゼン 0.01 mg/kg

ヘプタクロル 0.01 mg/kg

ベンフルラリン 0.01 mg/kg

メトキシクロール 0.01 mg/kg

トリフルラリン 0.005 mg/kg

ハルフェンプロックス 0.02 mg/kg

フェンプロパトリン 0.01 mg/kg

7. 留意事項

- 1) BHC は、 α -BHC、 β -BHC、 γ -BHC 及び δ -BHC のそれぞれについて定量を行い、これらの和を分析値とすること。
- 2) DDT は、 pp' -DDD、 pp' -DDE、 pp' -DDT、 op' -DDT のそれぞれについて定量を行い、これらの和を分析値とすること。
- 3) アルドリン及びディルドリンは、アルドリン及びディルドリンのそれぞれについて定量を行い、これらの和を分析値とすること。
- 4) クロルデンは *trans*-クロルデン及び *cis*-クロルデンのそれぞれについて定量を行い、これらの和を分析値とすること。
- 5) ヘプタクロルはヘプタクロル及びヘプタクロルエポキシドのそれぞれについて定量を行い、これらの和を分析値とすること。
- 6) 定量限界は、穀類、豆類、種実類、果実、野菜及びハーブを試料とした場合の値を示したものであり、抹茶以外の茶の場合は概ね2倍、抹茶及びホップの場合は概ね4倍の値となる。基準値が定量限界より低い試料の場合は、試験溶液を濃縮する、ガスクロマトグラフへの注入量を増やすなどによって対応する。

8. 参考文献

なし

9. 類型

A

EPN、アニロホス、イサゾホス、イプロベンホス、エチオン、エディフェンホス、エトプロホス、エトリムホス、カズサホス、キナルホス、クロルピリホス、クロルピリホスメチル、クロルフェンビンホス、シアノホス、ジスルホトン、ジメチルビンホス、ジメトエート、スルプロホス、ダイアジノン、チオメトン、テトラクロルビンホス、テルブホス、トリアゾホス、トリブホス、トルクロホスメチル、パラチオン、パラチオンメチル、ピペロホス、ピラクロホス、ピラゾホス、ピリダフェンチオン、ピリミホスメチル、フェナミホス、フェニトロチオン、フェンスルホチオン、フェンチオン、フェントエート、ブタミホス、プロチオホス、プロパホス、プロフェノホス、プロモホス、ベンスリド、ホキシム、ホサロン、ホスチアゼート、ホスファミドン、ホスメット、ホレート、マラチオン、メカルバム、メタクリホス、メチダチオン及びメビンホス試験法(農産物)

1. 分析対象化合物

農薬等の成分である物質	分析対象化合物
EPN	EPN
アニロホス	アニロホス
イサゾホス	イサゾホス
イプロベンホス	イプロベンホス
エチオン	エチオン
エディフェンホス	エディフェンホス
エトプロホス	エトプロホス
エトリムホス	エトリムホス
カズサホス	カズサホス
キナルホス	キナルホス
クロルピリホス	クロルピリホス
クロルピリホスメチル	クロルピリホスメチル
クロルフェンビンホス	クロルフェンビンホス(E体)、クロルフェンビンホス(Z体)
シアノホス	シアノホス
ジスルホトン	ジスルホトン、ジスルホトンスルホン
ジメチルビンホス	ジメチルビンホス(E体)、ジメチルビンホス(Z体)
ジメトエート	ジメトエート
スルプロホス	スルプロホス
ダイアジノン	ダイアジノン

チオメトン	チオメトン
テトラクロルビンホス	テトラクロルビンホス(Z体)
テルブホス	テルブホス
トリアゾホス	トリアゾホス
トリブホス	トリブホス
トルクロホスメチル	トルクロホスメチル
パラチオン	パラチオン
パラチオンメチル	パラチオンメチル
ピペロホス	ピペロホス
ピラクロホス	ピラクロホス
ピラゾホス	ピラゾホス
ピリダフェンチオン	ピリダフェンチオン
ピリミホスメチル	ピリミホスメチル
フェナミホス	フェナミホス
フェニトロチオン	フェニトロチオン
フェンスルホチオン	フェンスルホチオン
フェンチオン	フェンチオン
フェントエート	フェントエート
ブタミホス	ブタミホス
プロチオホス	プロチオホス
プロパホス	プロパホス
プロフェノホス	プロフェノホス
プロモホス	プロモホス
ベンスリド	ベンスリド
ホキシム	ホキシム
ホサロン	ホサロン
ホスチアゼート	ホスチアゼート
ホスファミドン	ホスファミドン(E体)、ホスファミドン(Z体)
ホスメット	ホスメット
ホレート	ホレート
マラチオン	マラチオン
メカルバム	メカルバム
メタクリホス	メタクリホス
メチダチオン	メチダチオン
メビンホス	メビンホス(E体)、メビンホス(Z体)

2. 装置

アルカリ熱イオン化検出器、炎光光度型検出器（リン用干渉フィルター、波長 526 nm）又は高感度窒素・リン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。

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の 2 に示すものを用いる。

EPN 標準品 本品は EPN 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 36°Cである。

アニロホス標準品 本品はアニロホス 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 50～53°Cである。

イサゾホス標準品 本品はイサゾホス 98%以上を含む。

イプロベンホス標準品 本品はイプロベンホス 98%以上を含む。

エチオン標準品 本品はエチオン 98%以上を含む。

融点 本品の融点は-15～-12°Cである。

エディフェンホス標準品 本品はエディフェンホス 97%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 154°C（減圧・0.0013 kPa）である。

エトプロホス標準品 本品はエトプロホス 98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 86～89°C（減圧・0.027 kPa）である。

エトリムホス標準品 本品はエトリムホス 98%以上を含む。

カズサホス標準品 本品はカズサホス 95%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 112～114°C（減圧・0.11 kPa）である。

キナルホス標準品 本品はキナルホス 96%以上を含む。

融点 本品の融点は 31～32°Cである。

クロルピリホス標準品 本品はクロルピリホス 99%以上を含む。

融点 本品の融点は 41～43°Cである。

クロルピリホスメチル標準品 本品はクロルピリホスメチル 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 45～47°Cである。

クロルフェンビンホス(E体)標準品 本品はクロルフェンビンホス(E体)97%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 168～170°C（減圧・0.067 kPa）である。

クロルフェンビンホス(Z体)標準品 本品はクロルフェンビンホス(Z体)97%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 132～134°C（減圧・0.0040 kPa）である。

シアノホス標準品 本品はシアノホス 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 14～15°Cである。

ジスルホトン標準品 本品はジスルホトン 98%以上を含む。

融点 本品の融点は -25°C 以下である。

ジスルホトンスルホン標準品 本品はジスルホトンスルホン 98%以上を含む。

ジメチルビンホス(E体)標準品 本品はジメチルビンホス(E体)95%以上を含む。

ジメチルビンホス(Z体)標準品 本品はジメチルビンホス(Z体)99%以上を含む。

融点 本品の融点は $69\sim 70^{\circ}\text{C}$ である。

ジメトエート標準品 本品はジメトエート 97%以上を含む。

融点 本品の融点は $49\sim 51^{\circ}\text{C}$ である。

スルプロホス標準品 本品はスルプロホス 98%以上を含む。

ダイアジノン標準品 本品はダイアジノン 98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は $83\sim 84^{\circ}\text{C}$ (減圧・ 0.00027 kPa) である。

チオメトン標準品 本品はチオメトン 92%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 100°C (減圧・ 0.013 kPa) である。

テトラクロルビンホス標準品 本品はテトラクロルビンホス(Z体)98%以上を含む。

融点 本品の融点は $94\sim 97^{\circ}\text{C}$ である。

テルブホス標準品 本品はテルブホス 97%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 64°C (減圧・ 0.0013 kPa) である。

トリアゾホス標準品 本品はトリアゾホス 98%以上を含む。

融点 本品の融点は $0\sim 5^{\circ}\text{C}$ である。

トリブホス標準品 本品はトリブホス 98%以上を含む。

融点 本品の融点は -25°C 以下である。

トルクロホスメチル標準品 本品はトルクロホスメチル 99%以上を含む。

融点 本品の融点は $78\sim 80^{\circ}\text{C}$ である。

パラチオン標準品 本品はパラチオン 97%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 375°C である。

パラチオンメチル標準品 本品はパラチオンメチル 98%以上を含む。

融点 本品の融点は $35\sim 36^{\circ}\text{C}$ である。

ピペロホス標準品 本品はピペロホス 98%以上を含む。

ピラクロホス標準品 本品はピラクロホス 99%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 164°C (減圧・ 0.0013 kPa) である。

ピラゾホス標準品 本品はピラゾホス 98%以上を含む。

融点 本品の融点は $51\sim 52^{\circ}\text{C}$ である。

ピリダフェンチオン標準品 本品はピリダフェンチオン 98%以上を含む。

融点 本品の融点は $54\sim 56^{\circ}\text{C}$ である。

ピリミホスメチル標準品 本品はピリミホスメチル 98%以上を含む。

フェナミホス標準品 本品はフェナミホス 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 49℃である。

フェニトロチオン標準品 本品はフェニトロチオン 98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 140~141℃ (減圧・0.013 kPa) である。

フェンスルホチオン標準品 本品はフェンスルホチオン 98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 138~141℃ (減圧・0.0013 kPa) である。

フェンチオン標準品 本品はフェンチオン 98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 87℃ (減圧・0.0013 kPa) である。

フェントエート標準品 本品はフェントエート 98%以上を含む。

分解点 本品の分解点は 202~204℃である。

ブタミホス標準品 本品はブタミホス 98%以上を含む。

プロチオホス標準品 本品はプロチオホス 98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 125~128℃ (減圧・1.7 kPa) である。

プロパホス標準品 本品はプロパホス 98%以上を含む。

プロフェノホス標準品 本品はプロフェノホス 99%以上を含む。

ブロモホス標準品 本品はブロモホス 98%以上を含む。

ベンスリド標準品 本品はベンスリド 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 34℃である。

ホキシム標準品 本品はホキシム 98%以上を含む。

ホサロン標準品 本品はホサロン 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 46~48℃である。

ホスチアゼート標準品 本品はホスチアゼート (*R*, *S* 体) 98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 198℃ (減圧・0.067 kPa) である。

ホスファミドン標準品 本品はホスファミドン 98%以上を含み、*E* 体及び *Z* 体の混合物である。

ホスメット標準品 本品はホスメット 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 70~73℃である。

ホレート標準品 本品はホレート 98%以上を含む。

融点 本品の融点は-15℃以下である。

マラチオン標準品 本品はマラチオン 98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 156~157℃ (減圧・0.093 kPa) である。

メカルバム標準品 本品はメカルバム 98%以上を含む。

メタクリホス標準品 本品はメタクリホス 98%以上を含む。

メチダチオン標準品 本品はメチダチオン 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 39~40℃である。

メビンホス標準品 本品はメビンホス 98%以上を含み、*E* 体及び *Z* 体の混合物である。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 穀類、豆類及び種実類の場合

検体を $420\ \mu\text{m}$ の標準網ふるいを通して粉砕した後、その $10.0\ \text{g}$ を量り採り、水 $20\ \text{mL}$ を加え、2時間放置する。

これにアセトン $100\ \text{mL}$ を加え、3分間細砕した後、ケイソウ土を $1\ \text{cm}$ 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 $50\ \text{mL}$ 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°C 以下でアセトンを除去する。

これをあらかじめ飽和塩化ナトリウム溶液 $100\ \text{mL}$ を入れた $300\ \text{mL}$ の分液漏斗に移す。酢酸エチル及び *n*-ヘキサン (1 : 4) 混液 $100\ \text{mL}$ 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、酢酸エチル及び *n*-ヘキサンの層を $300\ \text{mL}$ の三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル及び *n*-ヘキサン (1 : 4) 混液 $50\ \text{mL}$ を加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル及び *n*-ヘキサンの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し、*n*-ヘキサン $20\ \text{mL}$ 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°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 $30\ \text{mL}$ を加え、 $100\ \text{mL}$ 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 $30\ \text{mL}$ 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 $30\ \text{mL}$ を加え、上記と同様の操作を2回繰り返し、アセトニトリル層をその減圧濃縮器中に合わせ、 40°C 以下でアセトニトリルを除去する。この残留物にアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液 $5\ \text{mL}$ を加えて溶かす。

② 果実、野菜、ハーブ、抹茶及びホップの場合

果実、野菜及びハーブの場合は、検体約 $1\ \text{kg}$ を精密に量り、必要に応じ適量の水を量って加え、細切均一化した後、検体 $20.0\ \text{g}$ に相当する量を量り採る。

抹茶の場合は、検体 $5.00\ \text{g}$ を量り採り、水 $20\ \text{mL}$ を加えて2時間放置する。

ホップの場合は、検体を粉砕した後、その $5.00\ \text{g}$ を量り採り、水 $20\ \text{mL}$ を加え、2時間放置する。

これにアセトン $100\ \text{mL}$ を加え、3分間細砕した後、ケイソウ土を $1\ \text{cm}$ 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 $50\ \text{mL}$ 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°C 以下でアセトンを除去する。

これをあらかじめ飽和塩化ナトリウム溶液 100 mL を入れた 300 mL の分液漏斗に移す。酢酸エチル及び *n*-ヘキサン (1 : 4) 混液 100 mL 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、酢酸エチル及び *n*-ヘキサンの層を 300 mL の三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル及び *n*-ヘキサン (1 : 4) 混液 50 mL を加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル及び *n*-ヘキサンの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 20 mL 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°C 以下で酢酸エチル及び *n*-ヘキサンを除去する。この残留物にアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液 5 mL を加えて溶かす。

③ 抹茶以外の茶の場合

a エチオン、クロルピリホス、ジメトエート、ダイアジノン、パラチオン、パラチオンメチル、ピラクロホス、ピリミホスメチル、フェントロチオン、フェントエート、プロチオホス、プロフェノホス、ホサロン及びメチダチオンの試験を行う場合

検体 9.00 g を 100°C の水 540 mL に浸し、室温で 5 分間放置した後、ろ過し、冷後ろ液 360 mL を 500 mL の三角フラスコに移す。これに飽和酢酸鉛溶液 5 mL を加え、室温で 1 時間静置した後、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 1,000 mL の分液漏斗に移す。次いでアセトン 50 mL を用いて上記の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 100 g 及び酢酸エチル及び *n*-ヘキサン (1 : 4) 混液 100 mL 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、酢酸エチル及び *n*-ヘキサンの層を 300 mL の三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル及び *n*-ヘキサン (1 : 4) 混液 100 mL を加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル及び *n*-ヘキサンの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 20 mL 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°C 以下で酢酸エチル及び *n*-ヘキサンを除去する。この残留物にアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液 5 mL を加えて溶かす。

b エトプロホス、キナルホス、クロルピリホスメチル、ジスルホトン、テルブホス、トリアゾホス、ピラゾホス、フェナミホス、ベンスリド、ホキシム、ホスファミドン、ホスメット、ホレート、マラチオン、メカルバム及びメタクリホスの試験を行う場合

抹茶以外の茶を粉砕したものについて② 果実、野菜、ハーブ、抹茶及びホップの場合の抹茶に従って操作する。

2) 精製

内径 15 mm, 長さ 300 mm のクロマトグラフ管にカラムクロマトグラフィー用シリカゲル (粒径 63~200 μm) 5 g をアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液に懸濁させたもの、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アセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液が残る程度までアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液を流出させる。このカラムに 1) 抽出で得られた溶液を注入した後、アセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液 100 mL を注入し、流出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40°C以下でアセトン及び *n*-ヘキサンを除去する。この残留物にアセトンを加えて溶かし、正確に 5 mL として、これを試験溶液とする。

5. 操作法

1) 定性試験

① ホキシムを除く各農薬の試験を行う場合

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 0.53 mm、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 1.5 μm の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 : 80°C で 1 分間保持し、その後毎分 8°C で昇温し、250°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 : 280°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。クロルピリホスが約 14 分で流出する流速に調整する。空気及び水素の流量を至適条件に調整する。

操作条件 2

カラム : 内径 0.32 mm、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 50%トリフルオロプロピル-メチルシリコンを 0.25 μm の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 : 70°C で 1 分間保持し、その後毎分 25°C で昇温し、125°C に到達後は毎分 10°C で昇温し、235°C に到達後 12 分間保持する。

試験溶液注入口温度 : 230°C

検出器 : 280°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。クロルピリホスが約 12 分で流出する流速に調整する。空気及び水素の流量を至適条件に調整する。

② ホキシムの試験を行う場合

次の操作条件で試験を行う。試験結果は標準品と一致しなければならない。

操作条件

カラム：内径 0.53 mm、長さ 10m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 1.5 μ m の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度：50°Cで1分間保持し、その後毎分 30°Cで昇温し、150°Cに到達後 10 分間保持する。次に毎分 30°Cで昇温し、250°Cに到達後 2分間保持する。

試験溶液注入口温度：150°C

検出器：250°C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。ホキシムが約9分で流出する流速に調整する。空気及び水素の流量を至適条件に調整する。

2) 定量試験

1) 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。

3) 確認試験

1) 定性試験と同様又は次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。

操作条件

カラム：内径 0.25 mm、長さ 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-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。

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

試験溶液注入口温度：250°C

キャリアーガス：ヘリウム

イオン化モード(電圧)：EI (70 eV)

6. 定量限界

EPN 0.02 mg/kg

アニコホス 0.025 mg/kg

イサゾホス 0.01 mg/kg

イプロベンホス 0.01 mg/kg

エチオン 0.01 mg/kg

エディフェンホス 0.02 mg/kg

エトプロホス 0.005 mg/kg
エトリムホス 0.01 mg/kg
カズサホス 0.01 mg/kg
キナルホス 0.01 mg/kg
クロルピリホス 0.01 mg/kg
クロルピリホスメチル 0.01 mg/kg
クロルフェンビンホス 0.02 mg/kg
シアノホス 0.01 mg/kg
ジスルホトン 0.01 mg/kg
ジメチルビンホス 0.04 mg/kg
ジメトエート 0.02 mg/kg
スルプロホス 0.01 mg/kg
ダイアジノン 0.01 mg/kg
チオメトン 0.01 mg/kg
テトラクロルビンホス 0.01 mg/kg
テルブホス 0.005 mg/kg
トリアゾホス 0.05 mg/kg
トリブホス 0.01 mg/kg
トルクロホスメチル 0.02 mg/kg
パラチオン 0.01 mg/kg
パラチオンメチル 0.01 mg/kg
ピペロホス 0.01 mg/kg
ピラクロホス 0.05 mg/kg
ピラゾホス 0.01 mg/kg
ピリダフェンチオン 0.03 mg/kg
ピリミホスメチル 0.01 mg/kg
フェナミホス 0.01 mg/kg
フェニトロチオン 0.01 mg/kg
フェンスルホチオン 0.02 mg/kg
フェンチオン 0.01 mg/kg
フェントエート 0.01 mg/kg
ブタミホス 0.01 mg/kg
プロチオホス 0.01 mg/kg
プロパホス 0.01 mg/kg
プロフェノホス 0.01 mg/kg
ブロモホス 0.01 mg/kg

ベンスリド 0.03 mg/kg
ホキシム 0.02 mg/kg
ホサロン 0.02 mg/kg
ホスチアゼート 0.02 mg/kg
ホスファミドン 0.01 mg/kg
ホスメット 0.01 mg/kg
ホレート 0.01 mg/kg
マラチオン 0.01 mg/kg
メカルバム 0.01 mg/kg
メタクリホス 0.01 mg/kg
メチダチオン 0.01 mg/kg
メビンホス 0.01 mg/kg

7. 留意事項

1) 分析値

クロルフェンビンホスは、クロルフェンビンホス(*E* 体)及びクロルフェンビンホス(*Z* 体)のそれぞれについて定量を行い、これらの和を分析値とすること。

ジメチルビンホスは、ジメチルビンホス(*E* 体)及びジメチルビンホス(*Z* 体)のそれぞれについて定量を行い、これらの和を分析値とすること。

ジスルホトン、ジスルホトン及びジスルホトンスルホンのそれぞれについて定量を行い、ジスルホトンスルホンの定量値に係数 0.895 を掛けたものとジスルホトンの定量値との和をジスルホトンの分析値とする。

2) たまねぎ、にんにく等に含有されている多くの有機硫黄化合物が炎光光度型検出器に感応して定性定量を妨害するときは、アルカリ熱イオン化検出器または高感度窒素・リン検出器で行うと妨害がほとんどなくなる。

3) 定量限界は、果実、野菜及びハーブを試料とした場合の値を示したものであり、穀類、豆類及び種実類の場合は概ね2倍、茶及びホップの場合は概ね4倍の値となる。基準値が定量限界より低い試料の場合は、試験溶液を濃縮する、ガスクロマトグラフへの注入量を増やすなどによって対応する。

9. 参考文献

なし

10. 類型

A

アクリナトリン、シハロトリン、シフルトリン、シペルメトリン、デルタメトリン及びトラロメトリン、ビフェントリン、ピレトリン、フェンバレレート、フルシトリネート、フルバリネート並びにペルメトリン試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

農薬等の成分である物質	分析対象化合物
アクリナトリン	アクリナトリン
シハロトリン	シハロトリン
シフルトリン	シフルトリン
シペルメトリン	シペルメトリン
<u>デルタメトリン及びトラロメトリン</u>	<u>デルタメトリン、トラロメトリン</u>
ビフェントリン	ビフェントリン
ピレトリン	ピレトリンⅠ、ピレトリンⅡ
フェンバレレート	フェンバレレート
フルシトリネート	フルシトリネート
フルバリネート	フルバリネート
ペルメトリン	ペルメトリン

2. 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。

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の2に示すものを用いる。

凝固液 塩化ナトリウム 2 g 及びリン酸 4 mL に水を加えて 400 mL とする。

アクリナトリン 本品はアクリナトリン 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 81～83℃である。

シハロトリン 本品はシハロトリン 97%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 187～190℃（減圧・0.027kPa）である。

シフルトリン 本品はシフルトリン 98%以上を含む。

シペルメトリン 本品はシペルメトリン 96%以上を含む。

融点 本品の融点は 60～80℃である。

デルタメトリン 本品はデルタメトリン 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 98～101℃である。

ビフェントリン 本品はビフェントリン 99%以上を含む。

融点 本品の融点の 69~71°Cである。

ピレトリン 本品はピレトリン I 11~12%、ピレトリン II 13~15%を含む。

フェンバレレート 本品はフェンバレレート 98%以上を含む。

フルシトリネート 本品はフルシトリネート 98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 108°C (減圧・0.047kPa) である。

フルバリネート 本品はフルバリネート 92%以上を含む。

ペルメトリン 本品はペルメトリン 97%以上を含む。

融点 本品の融点は 34~39°Cである。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

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して粉砕した後、その 10.0 g を量り採り、水 20 mL を加え、2 時間放置する。

これにアセトン 100 mL 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 50 mL 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°C 以下で約 30 mL に濃縮する。

これをあらかじめ 10% 塩化ナトリウム溶液 100 mL を入れた 300 mL の分液漏斗に移す。*n*-ヘキサン 100 mL 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 300 mL の三角フラスコに移す。水層に *n*-ヘキサン 50 mL 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 20 mL 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°C 以下で *n*-ヘキサンを除去する。

この残留物に *n*-ヘキサン 30 mL を加え、100 mL 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 30 mL 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 30 mL を加え、上記と同様の操作を 2 回繰り返し、アセトニトリル層をその減圧濃縮器中に合わせ、40°C 以下でアセトニトリルを除去する。この残留物に *n*-ヘキサンを加えて溶かし、正確に 5 mL とする。

② 果実、野菜、ハーブ及びホップの場合

果実、野菜及びハーブの場合は、検体約 1 kg を精密に量り、必要に応じ適量の水を

量って加え、細切均一化した後、検体 20.0 g に相当する量を量り採る。

ホップの場合は、検体を粉碎した後、検体 5.00 g を量り採り、水 20 mL を加え、2 時間放置する。

これにアセトン 100 mL 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 50 mL 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°C 以下で約 30 mL に濃縮する。

これをあらかじめ 10% 塩化ナトリウム溶液 100 mL を入れた 300 mL の分液漏斗に移す。*n*-ヘキサン 100 mL 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 300 mL の三角フラスコに移す。水層に *n*-ヘキサン 50 mL 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 20 mL 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°C 以下で *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 とする。

③ 抹茶の場合

検体 5.00 g を量り採り、水 20 mL を加え、2 時間放置する。これにアセトン 100 mL 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 50 mL 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°C 以下で約 30 mL に濃縮する。

これをあらかじめ 10% 塩化ナトリウム溶液 100 mL を入れた 300 mL の分液漏斗に移す。*n*-ヘキサン 100 mL 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 300 mL の三角フラスコに移す。水層に *n*-ヘキサン 50 mL 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 20 mL 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°C 以下で *n*-ヘキサンを除去する。

この残留物にアセトン 50 mL を加えて溶かし、凝固液 50 mL を加え、軽く振り混ぜた後、5 分間放置する。次いでケイソウ土 2 g を加え、軽く振り混ぜた後、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 300 mL の分液漏斗に移す。アセトン及び凝固液 (1 : 1) 混液 25 mL を用いて上記の減圧濃縮器のナス型フラスコを

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。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 10 g 及び *n*-ヘキサン 50 mL 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 300 mL の三角フラスコに移す。水層に *n*-ヘキサン 50 mL 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へろ過する。次いで *n*-ヘキサン 20 mL 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°C以下で *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 とする。

④ 抹茶以外の茶の場合

検体 9.00 g を 100°C の水 540 mL に浸し、室温で5分間放置した後、ろ過し、冷後ろ液 360 mL を 500 mL の三角フラスコに移す。これにアセトン 100 mL 及び飽和酢酸鉛溶液 2 mL を加え、室温で1時間静置した後、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 1,000 mL の分液漏斗に移す。次いでアセトン及び水 (1 : 1) 混液 50 mL 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 20 g 及び *n*-ヘキサン 100 mL 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 300 mL の三角フラスコに移す。水層に *n*-ヘキサン 100 mL 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へろ過する。次いで *n*-ヘキサン 20 mL 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°C以下で *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 とする。

2) 精製

内径 15 mm、長さ 300 mm 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 1) 抽出で得られた溶液 2 mL を注入した後、*n*-ヘキサン 50 mL を注入し、流出液は捨てる。次いでエーテル及び *n*-ヘキサン (1 : 3) 混液 150 mL を注入し、溶出液をすり合わせ減圧濃縮器 (I) 中に採る。次いでエーテル及び *n*-ヘキサン (3 : 2) 混液 100 mL を注入し、溶出液をすり合わせ減圧濃縮器 (II) 中に採り、それぞれ 40°C以下でエーテル及び *n*-ヘキサンを除去する。すり合わせ減圧濃縮器 (I) 中に採った溶出液の残留物に *n*-ヘキサンを加えて溶かし、正確に 2 mL として、アクリナトリン、シハロトリン、シフルトリン、シペルメトリン、デルタメトリン及び

トラロメトリン、ビフェントリン、フェンバレレート、フルシトリネート、フルバリネート並びにペルメトリン試験の試験溶液とする。すり合わせ減圧濃縮器（Ⅱ）中に採った溶出液の残留物に *n*-ヘキサンを加えて溶かし、正確に 2 mL として、ピレトリン試験の試験溶液とする。

5. 操作法

1) 定性試験

次の操作条件で試験を行う。試験結果は標準品と一致しなければならない。

操作条件

カラム：内径 0.25 mm、長さ 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。

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 4 分間保持する。

試験溶液注入口温度：280°C

注入方式：スプリットレス

検出器：20°C 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。デルタメトリンが約 19 分で流出する流速に調整する。メイクアップガスの窒素の流量を至適条件に調整する。

2) 定量試験

1) 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。

3) 確認試験

1) 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。

6. 定量限界

アクリナトリン 0.01 mg/kg

シハロトリン 0.02 mg/kg

シフルトリン 0.05 mg/kg

シペルメトリン 0.01 mg/kg

デルタメトリン 0.01 mg/kg

ビフェントリン 0.01 mg/kg

ピレトリン 0.2 mg/kg

フェンバレレート 0.005 mg/kg

フルシトリネート 0.005 mg/kg

フルバリネート 0.01 mg/kg

ペルメトリン 0.02 mg/kg

7. 留意事項

1) トラロメトリンは、ガスクロマトグラフの注入口でデルタメトリンに変換されるので、デルタメトリンを標準品として定量を行い、これを分析値とし、デルタメトリン及びトラロメトリンの基準値と比較する。

ピレトリンは、ピレトリン成分中のピレトリンⅠ及びピレトリンⅡの和を分析値とする。

2) 定量限界は、果実、野菜及びハーブを試料とした場合の値を示したものであり、穀類、豆類及び種実類の場合は概ね2倍、茶及びホップの場合は概ね4倍の値となる。基準値が定量限界より低い試料の場合は、試験溶液を濃縮する、ガスクロマトグラフへの注入量を増やすなどによって対応する。

8. 参考文献

なし

9. 類型

A

アラクロール、イソプロカルブ、クレソキシムメチル、ジエトフェンカルブ、テニルクロール、テブフェンピラド、パクロブトラゾール、ビテルタノール、ピリプロキシフェン、ピリミノバックメチル、フェナリモル、ブタクロール、フルトラニル、プレチラクロール、メトラクロール、メフェナセット、メプロニル及びレナシル試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

農薬等の成分である物質	分析対象化合物
アラクロール	アラクロール
イソプロカルブ	イソプロカルブ
クレソキシムメチル	クレソキシムメチル
ジエトフェンカルブ	ジエトフェンカルブ
テニルクロール	テニルクロール
テブフェンピラド	テブフェンピラド
パクロブトラゾール	パクロブトラゾール
ビテルタノール	ビテルタノール
ピリプロキシフェン	ピリプロキシフェン
ピリミノバックメチル	ピリミノバックメチル(E体)、ピリミノバックメチル(Z体)
フェナリモル	フェナリモル
ブタクロール	ブタクロール
フルトラニル	フルトラニル
プレチラクロール	プレチラクロール
メトラクロール	メトラクロール
メフェナセット	メフェナセット
メプロニル	メプロニル
レナシル	レナシル

2. 装置

アルカリ熱イオン化検出器又は高感度窒素・リン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。

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の2に示すものを用いる。

アラクロール 本品はアラクロール 98%以上を含む。
融点 本品の融点は 39~42°Cである。

イソプロカルブ 本品はイソプロカルブ 99%以上を含む。
融点 本品の融点は 88~93°Cである。

クレソキシムメチル 本品はクレソキシムメチルを 99%以上含む。
融点 本品の融点は 102°Cである。

ジエトフェンカルブ 本品はジエトフェンカルブ 98%以上を含む。
融点 本品の融点は 146~147°Cである。

テニルクロール 本品はテニルクロール 99%以上を含む。
融点 本品の融点は 75°Cである。

テブフェンピラド 本品はテブフェンピラド 98%以上を含む。
融点 本品の融点は 61~62°Cである。

パクロブトラゾール 本品はパクロブトラゾール 97%以上を含む。
融点 本品の融点は 165~166°Cである。

ビテルタノール 本品はビテルタノール 99%以上を含む。
融点 本品の融点は 110~120°Cである。

ピリプロキシフェン 本品はピリプロキシフェン 99%以上を含む。
融点 本品の融点は 45~47°Cである。

ピリミノバックメチル(E体) 本品はピリミノバックメチル(E体)99%以上を含む。
融点 本品の融点は 109~110°Cである。

ピリミノバックメチル(Z体) 本品はピリミノバックメチル(Z体)99%以上を含む。
融点 本品の融点は 71~72°Cである。

フェナリモル 本品はフェナリモル 99%以上を含む。
融点 本品の融点は 117~119°Cである。

ブタクロール 本品はブタクロールを 98%以上を含む。
沸点 本品の沸点は 156°C (減圧・0.0067kPa) である。

フルトラニル 本品はフルトラニル 99%以上を含む。
融点 本品の融点は 104~105°Cである。

プレチラクロール 本品はプレチラクロール 99%以上を含む。

メトラクロール 本品はメトラクロール 97%以上を含む。
沸点 本品の沸点は 100°C (減圧・0.00013kPa) である。

メフェナセット 本品はメフェナセット 99%以上を含む。
融点 本品の融点は 134~135°Cである。

メプロニル 本品はメプロニル 99%以上を含む。
融点 本品の融点は 94°Cである。

レナシル 本品はレナシル 99%以上を含む。
融点 本品の融点は 135°Cである。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 穀類、豆類及び種実類の場合

検体を $420\ \mu\text{m}$ の標準網ふるいを通して粉砕した後、その $10.0\ \text{g}$ を量り採り、水 $20\ \text{mL}$ を加え、2時間放置する。

これにアセトン $100\ \text{mL}$ を加え、3分間細砕した後、ケイソウ土を $1\ \text{cm}$ 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 $50\ \text{mL}$ 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°C 以下で約 $30\ \text{mL}$ に濃縮する。

これをあらかじめ 10% 塩化ナトリウム溶液 $100\ \text{mL}$ を入れた $300\ \text{mL}$ の分液漏斗に移す。酢酸エチル $100\ \text{mL}$ 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、酢酸エチル層を $300\ \text{mL}$ の三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル $50\ \text{mL}$ を加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル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。次いで酢酸エチル $20\ \text{mL}$ 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°C 以下で酢酸エチルを除去する。

この残留物に n -ヘキサン $30\ \text{mL}$ を加え、 $100\ \text{mL}$ 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 $30\ \text{mL}$ 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 $30\ \text{mL}$ を加え、上記と同様の操作を2回繰り返し、アセトニトリル層をその減圧濃縮器中に合わせ、 40°C 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 $2\ \text{mL}$ を加えて溶かす。

② 果実、野菜、ハーブ、抹茶及びホップの場合

果実、野菜及びハーブの場合は、検体約 $1\ \text{kg}$ を精密に量り、必要に応じ適量の水を量って加え、細切均一化した後、検体 $20.0\ \text{g}$ に相当する量を量り採る。

抹茶の場合は、検体 $5.00\ \text{g}$ を量り採り、水 $20\ \text{mL}$ を加え、2時間放置する。

ホップの場合は、検体を粉砕した後、その $5.00\ \text{g}$ を量り採り、水 $20\ \text{mL}$ を加え、2時間放置する。

これにアセトン $100\ \text{mL}$ を加え、3分間細砕した後、ケイソウ土を $1\ \text{cm}$ 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 $50\ \text{mL}$ 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°C 以下で約 $30\ \text{mL}$ に濃縮する。

これをあらかじめ 10% 塩化ナトリウム溶液 $100\ \text{mL}$ を入れた $300\ \text{mL}$ の分液漏斗に移す。酢酸エチル $100\ \text{mL}$ 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、酢酸エチル層を300 mLの三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル50 mLを加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル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。次いで酢酸エチル20 mL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°C以下で酢酸エチルを除去する。この残留物に*n*-ヘキサン10 mLを加え、40°C以下で*n*-ヘキサンを除去する。この残留物に*n*-ヘキサン2 mLを加えて溶かす。

③ 抹茶以外の茶の場合

a テブフェンピラドの試験を行う場合

検体9.00 gを100°Cの水540 mLに浸し、室温で5分間放置した後、ろ過し、冷後ろ液360 mLを500 mLの三角フラスコに移す。これに飽和酢酸鉛溶液2 mLを加え、室温で1時間静置した後、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1,000 mLの分液漏斗に移す。次いで水50 mL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い、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25 g及び酢酸エチル100 mL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、酢酸エチル層を300 mLの三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル100 mLを加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル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。次いで酢酸エチル20 mL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°C以下で酢酸エチルを除去する。この残留物に*n*-ヘキサン10 mLを加え、40°C以下で*n*-ヘキサンを除去する。この残留物に*n*-ヘキサン2 mLを加えて溶かす。

b クレソキシムメチル、ビテルタノール、ピリプロキシフェン及びフェナリモルの試験を行う場合

抹茶以外の茶を粉砕したものについて② 果実、野菜、ハーブ、抹茶及びホップの場合の抹茶に従って操作する。

2) 精製

内径15 mm、長さ300 mm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1)抽出で得られた溶液を注入した後、エーテル及び*n*-ヘキサン(1:99)混液50 mLを注入し、流出液は捨てる。次いでアセトン及び*n*-ヘキ

サン（3：7）混液 50 mL を注入し、溶出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40℃以下でアセトン、エーテル及び *n*-ヘキサンを除去する。この残留物にアセトンを加えて溶かし、正確に 5 mL として、これを試験溶液とする。

5. 操作法

1) 定性試験

次の操作条件で試験を行う。試験結果は標準品と一致しなければならない。

操作条件

カラム：内径 0.25 mm、長さ 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。

カラム温度：160℃で1分間保持し、その後毎分 10℃で昇温し、190℃に到達後1分間保持する。次に毎分 2℃で昇温し、210℃に到達後2分間保持する。さらに毎分 5℃で昇温し、240℃に到達後、1分間保持し、その後毎分 10℃で昇温し、260℃に到達後6分間保持する。

試験溶液注入口温度：210℃

検出器：210℃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。空気及び水素の流量を至適条件に調整する。

2) 定量試験

1) 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。

3) 確認試験

1) 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。

6. 定量限界

アラクロール 0.005 mg/kg

イソプロカルブ 0.1 mg/kg

クレソキシムメチル 0.01 mg/kg

ジエトフェンカルブ 0.01 mg/kg

テニルクロール 0.01 mg/kg

テブフェンピラド 0.01 mg/kg

パクロブトラゾール 0.005 mg/kg

ビテルタノール 0.01 mg/kg
ピリプロキシフェン 0.01 mg/kg
ピリミノバックメチル 0.01 mg/kg
フェナリモル 0.02 mg/kg
ブタクロール 0.05 mg/kg
フルトラニル 0.025 mg/kg
プレチラクロール 0.01 mg/kg
メトラクロール 0.005 mg/kg
メフェナセット 0.01 mg/kg
メプロニル 0.01 mg/kg
レナシル 0.05 mg/kg

7. 留意事項

- 1) ピリミノバックメチルは、ピリミノバックメチル(E体)及びピリミノバックメチル(Z体)のそれぞれについて定量を行い、これらの和を分析値とする。
- 2) 定量限界は、果実、野菜及びハーブを試料とした場合の値を示したものであり、穀類、豆類及び種実類の場合は概ね2倍、茶及びホップの場合は概ね4倍の値となる。基準値が定量限界より低い試料の場合は、試験溶液を濃縮する、ガスクロマトグラフへの注入量を増やすなどによって対応する。

8. 参考文献

なし

9. 類型

A

カフェンストロール、ジフェノコナゾール、シプロコナゾール、シメトリン、チフルザミド、テトラコナゾール、テブコナゾール、トリアジメノール、フルジオキシニル、プロピコナゾール、ヘキサコナゾール及びペンコナゾール試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

農薬等の成分である物質	分析対象化合物
カフェンストロール	カフェンストロール
ジフェノコナゾール	ジフェノコナゾール
シプロコナゾール	シプロコナゾール
シメトリン	シメトリン
チフルザミド	チフルザミド
テトラコナゾール	テトラコナゾール
テブコナゾール	テブコナゾール
トリアジメノール	トリアジメノール
フルジオキシニル	フルジオキシニル
プロピコナゾール	プロピコナゾール
ヘキサコナゾール	ヘキサコナゾール
ペンコナゾール	ペンコナゾール

2. 装置

アルカリ熱イオン化検出器又は高感度窒素・リン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。

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の2に示すものを用いる。

カフェンストロール 本品はカフェンストロール 99%以上を含む。

融点 本品の融点は 116℃である。

ジフェノコナゾール 本品はジフェノコナゾール 97%以上を含む。

融点 本品の融点は 76℃である。

シプロコナゾール 本品はシプロコナゾール 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 103～105℃である。

シメトリン 本品はシメトリン 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 82～83℃である。

チフルザミド 本品はチフルザミド 99%以上を含む。

融点 本品の融点は 178~179°Cである。

テトラコナゾール 本品はテトラコナゾール 97%以上を含む。

分解点 本品の分解点は 240°である。

テブコナゾール 本品はテブコナゾール 99%以上を含む。

融点 本品の融点は 102~103°Cである。

トリアジメノール 本品はトリアジメノール 99%以上を含む。

融点 本品の融点は 133~138°Cである。

フルジオキシニル 本品はフルジオキシニル 99%以上を含む。

融点 本品の融点は 199~200°Cである。

プロピコナゾール 本品はプロピコナゾール 97%以上を含む。

融点 本品の融点は 180°C(減圧・0.013kPa)である。

ヘキサコナゾール 本品はヘキサコナゾール 97%以上を含む。

融点 本品の融点は 110~112°Cである。

ペンコナゾール 本品はペンコナゾール 99%以上を含む。

融点 本品の融点は 57~61°Cである。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

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 10.0 g を量り採り、水 20 mL を加え、2 時間放置する。

これにアセトン 100 mL を加え、3 分間粉碎した後、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 50 mL 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°C 以下で約 30 mL 中に濃縮する。

これをあらかじめ 10% 塩化ナトリウム溶液 100 mL を入れた 300 mL の分液漏斗に移す。*n*-ヘキサン 100 mL 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 300 mL の三角フラスコに移す。水層に *n*-ヘキサン 50 mL 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 20 mL 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°C 以下で *n*-ヘキサンを除去する。

この残留物に *n*-ヘキサン 30 mL を加え、100 mL 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 30 mL 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 30 mL 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°C 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 5 mL を加えて溶かす。

② 果実、野菜、ハーブ、抹茶及びホップの場合

果実、野菜及びハーブの場合は、検体約 1 kg を精密に量り、必要に応じ適量の水を量って加え、細切均一化した後、検体 20.0 g に相当する量を量り採る。

抹茶の場合は、検体 5.00 g を量り採り、水 20 mL 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、その 5.00 g を量り採り、水 20 mL を加え、2 時間放置する。

これにアセトン 100 mL 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 50 mL 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°C 以下で約 30 mL に濃縮する。

これをあらかじめ 10% 塩化ナトリウム溶液 100 mL を入れた 300 mL の分液漏斗に移す。*n*-ヘキサン 100 mL 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 300 mL の三角フラスコに移す。水層に *n*-ヘキサン 50 mL 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 20 mL 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°C 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

a ジフェノコナゾール、テトラコナゾール及びプロピコナゾールの試験を行う場合

検体 9.00 g を 100°C の水 540 mL に浸し、室温で 5 分間放置した後、ろ過し、冷後ろ液 360 mL を 500 mL の三角フラスコに移す。これに飽和酢酸鉛溶液 2 mL を加え、室温で 1 時間静置した後、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 1,000 mL の分液漏斗に移す。次いでアセトン 50 mL を用いてろ紙上の残留物を洗い、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 100 g 及び *n*-ヘキサン 100 mL 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 300 mL の三角フラスコに移す。水層に *n*-ヘキサン 100 mL 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入ろ過する。次いで *n*-ヘキサン 20 mL 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°C 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。

b テブコナゾール、トリアジメノール、ヘキサコナゾール及びペンコナゾールの試験を行う場合

抹茶以外の茶を粉砕したものについて② 果実、野菜、ハーブ、抹茶及びホップの場合 の抹茶に従って操作する。

2) 精製

内径 15 mm、長さ 300 mm 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 10 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 5 g を入れ、カラム上端に少量の *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 1) 抽出 で得られた溶液を注入した後、アセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 19) 混液 100 mL を注入し、流出液は捨てる。次いでアセトン及び *n*-ヘキサン (3 : 7) 混液 100 mL を注入し、溶出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40°C 以下でアセトン及び *n*-ヘキサンを除去する。この残留物にアセトンを加えて溶かし、正確に 4 mL として、これを試験溶液とする。

5. 操作法

1) 定性試験

次の操作条件で試験を行う。試験結果は標準品と一致しなければならない。

操作条件

カラム：内径 0.25 mm、長さ 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 μm の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度：100°C で 1 分間保持し、その後毎分 30°C で昇温する。250°C に到達後、毎分 6°C で昇温し、300°C に到達後 2 分間保持する。

試験溶液注入口温度：250°C

注入方法：スプリットレス

検出器：280°C 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。カフェンストロールが約 12 分で流出する流速に調整する。空気及び水素の流量を至適条件に調整する。

2) 定量試験

1) 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。

3) 確認試験

1) 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。

6. 定量限界

カフェンストロール	0.01 mg/kg
ジフェノコナゾール	0.01 mg/kg
シプロコナゾール	0.005 mg/kg
シメトリン	0.01 mg/kg
チフルザミド	0.01 mg/kg
テトラコナゾール	0.02 mg/kg
テブコナゾール	0.005 mg/kg
トリアジメノール	0.01 mg/kg
フルジオキシニル	0.005 mg/kg
プロピコナゾール	0.01 mg/kg
ヘキサコナゾール	0.01 mg/kg
ペンコナゾール	0.01 mg/kg

7. 留意事項

1) ジフェノコナゾール及びプロピコナゾールについては、定性、定量及び確認試験において、それぞれ2本のピークとして検出されるため、両ピークの面積の合計により検量線を作成する必要がある。

2) 定量限界は、果実、野菜及びハーブを試料とした場合の値を示したものであり、穀類、豆類及び種実類の場合は概ね2倍、茶及びホップの場合は概ね4倍の値となる。基準値が定量限界より低い試料の場合は、試験溶液を濃縮する、ガスクロマトグラフへの注入量を増やすなどによって対応する。

8. 参考文献

なし

9. 類型

A

クロルフェナピル及びビフェノックス試験法 (農産物)

1. 分析対象化合物

農薬等の成分である物質	分析対象化合物
クロルフェナピル	クロルフェナピル
ビフェノックス	ビフェノックス

2. 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。

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の2に示すものを用いる。

クロルフェナピル 本品はクロルフェナピル 99%以上を含む。

融点 本品の融点は 100~101℃である。

ビフェノックス 本品はビフェノックス 99%以上を含む。

融点 本品の融点は 84~86℃である。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

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 10.0 g を量り採り、水 20 mL を加え、2 時間放置する。

これにアセトン 100 mL 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 50 mL 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に合わせ、40℃以下で約 30 mL に濃縮する。

これをあらかじめ 10% 塩化ナトリウム溶液 100 mL を入れた 300 mL の分液漏斗に移す。*n*-ヘキサン 100 mL 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 300 mL の三角フラスコに移す。水層に *n*-ヘキサン 50 mL 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 20 mL 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 30 mL を加え、100 mL 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 30 mL 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 30 mL を加え、上記と同様の操作を2回繰り返し、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*-ヘキサンを加えて溶かし、正確に 10 mL とする。

② 果実、野菜、ハーブ、抹茶及びホップの場合

果実、野菜及びハーブの場合は、検体約 1 kg を精密に量り、必要に応じて適量の水を量って加え、細切均一化した後、検体 20.0 g に相当する量を量り採る。

抹茶の場合は、検体 5.00 g を量り採り、水 20 mL 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、その 5.00 g を量り採り、水 20 mL を加え、2時間放置する。

これにアセトン 100 mL 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 50 mL 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 30 mL に濃縮する。

これをあらかじめ 10%塩化ナトリウム溶液 100 mL を入れた 300 mL の分液漏斗に移す。*n*-ヘキサン 100 mL 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 300 mL の三角フラスコに移す。水層に *n*-ヘキサン 50 mL 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 20 mL 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*-ヘキサンを加えて溶かし、正確に 10 mL とする。

③ 抹茶以外の茶の場合

a クロルフェナピルの試験を行う場合

検体 9.00 g を 100℃の水 540 mL に浸し、室温で5分間放置した後、ろ過し、冷後ろ液 360 mL を 500 mL の三角フラスコに移す。これにアセトン 100 mL 及び飽和酢酸鉛溶液 2 mL を加え、室温で1時間静置した後、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 1,000 mL の分液漏斗に移す。次いでアセトン及び水 (1 : 1) 混液 50 mL 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 100 mL 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 300 mL の三角フラスコに移す。水層に *n*-ヘキサン 100 mL 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入ろ過する。次いで *n*-ヘキサン 20 mL 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°C 以下で *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 とする。

2) 精製

内径 15 mm、長さ 300 mm 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 1) 抽出で得られた溶液 2 mL を注入した後、エーテル及び *n*-ヘキサン (3 : 17) 混液 50 mL を注入し、流出液は捨てる。次いでエーテル及び *n*-ヘキサン (2 : 3) 混液 100 mL を注入し、溶出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40°C 以下でエーテル及び *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 2 mL として、これを試験溶液とする。

5. 操作法

1) 定性試験

次の操作条件で試験を行う。試験結果は標準品と一致しなければならない。

操作条件

カラム：内径 0.25 mm、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。

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。

検出器：300°C 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。クロルフェナピルが約 14 分で流出する流速に調整する。

2) 定量試験

1) 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。

3) 確認試験

1) 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。

6. 定量限界

クロルフェナピル 0.01 mg/kg

ビフェノックス 0.01 mg/kg

7. 留意事項

なし

8. 参考文献

なし

9. 類型

A

GC/MS による農薬等の一斉試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

別表参照

2. 装置

ガスクロマトグラフ・質量分析計（GC/MS）

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の2に示すものを用いる。

0.5 mol/Lリン酸緩衝液（pH7.0） リン酸水素二カリウム（ K_2HPO_4 ）52.7 g 及びリン酸二水素カリウム（ KH_2PO_4 ）30.2 g を量り採り、水約500 mLに溶解し、1 mol/L水酸化ナトリウム又は1 mol/L塩酸を用いてpHを7.0に調整した後、水を加えて1 Lとする。

各農薬等標準品 各農薬等の純度が明らかなもの。

4. 試験溶液調製法

1) 抽出

① 穀類、豆類及び種実類の場合

試料 10.0 g に水 20 mL を加え、15 分間放置する。

これにアセトニトリル 50 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトニトリル 20 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする。

抽出液 20 mL を採り、塩化ナトリウム 10 g 及び 0.5 mol/L リン酸緩衝液（pH7.0）20 mL を加え、10 分間振とうする。静置した後、分離した水層を捨てる。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（1,000 mg）にアセトニトリル 10 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに上記のアセトニトリル層を注入し、さらに、アセトニトリル 2 mL を注入して、全溶出液を採り、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。残留物にアセトニトリル及びトルエン（3：1）混液 2 mL を加えて溶かす。

② 果実、野菜、ハーブ、茶及びホップの場合

果実、野菜及びハーブの場合は、試料 20.0 g を量り採る。茶及びホップの場合は、試料 5.00 g に水 20 mL を加え、15 分間放置する。

これにアセトニトリル 50 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトニトリル 20 mL 加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする。

抽出液 20 mL を採り、塩化ナトリウム 10 g 及び 0.5 mol/L リン酸緩衝液（pH7.0）20 mL を加え、振とうする。静置した後、分離した水層を捨てる。アセトニトリル層に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。残留物にアセトニトリル及びトルエン（3：1）混液 2 mL を加えて溶かす。

2) 精製

グラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム (500 mg/500 mg) に、アセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液 10 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに1) で得られた溶液を注入した後、アセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液 20 mL を注入し、全溶出液を 40°C以下で 1 mL 以下に濃縮する。これにアセトン 10 mL を加えて 40°C以下で 1 mL 以下に濃縮し、再度アセトン 5 mL を加えて濃縮し、溶媒を除去する。残留物をアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液に溶かして、正確に 1 mL としたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

各農薬等の標準品について、それぞれのアセトン溶液を調製し、それらを混合した後、適切な濃度範囲の各農薬等を含むアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液溶液を数点調製する。それぞれ 2 μ L を GC/MS に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液 2 μ L を GC/MS に注入し、5 の検量線で各農薬等の含量を求める。

7. 確認試験

GC/MS により確認する。

8. 測定条件

GC/MS

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

カラム温度 : 50°C (1分) - 25°C/分 - 125°C (0分) - 10°C/分 - 300°C (10分)

注入口温度 : 250°C

キャリアーガス : ヘリウム

イオン化モード(電圧) : EI (70 eV)

主なイオン (*m/z*) : 別表参照

保持時間の目安 : 別表参照

9. 定量限界

別表参照

ただし、別表は測定限界 (ng) の例を示したものである。

10. 留意事項

1) 試験法の概要

各農薬等を試料からアセトニトリルで抽出し、塩析で水を除いた後、果実、野菜等についてはそのまま、穀類、豆類及び種実類についてはオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムで精製後、いずれもグラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムで精製し、GC/MS で測定及び確認する方法である。

2) 注意点

- ① 別表は本法を適用できる化合物を五十音順に示したものであるが、規制対象となる品目には本法を適用できない代謝物等の化合物が含まれる場合があるので留意すること。また、保持時間の異なる異性体は、化合物名欄に個別に示した。また、分析中に生成する分解物を測定している場合は、「分解物」と表記した。
- ② 本試験法は別表に示した全ての化合物の同時分析を保証したものではない。化合物同士の相互作用による分解等及び測定への干渉等のおそれがあるため、分析対象とする化合物の組み合わせにおいてあらかじめこれらの点を検証する必要がある。
- ③ 装置にはガスクロマトグラフ・タンデム型質量分析計 (GC/MS/MS) の使用も可能である。
- ④ リン酸緩衝液の調製には、ナトリウム塩を使用してもよい。
- ⑤ アセトニトリル抽出液に添加する塩化ナトリウム (10 g) が多すぎる場合は、減らしてもよいが、十分に飽和する量を加える。
- ⑥ 濃縮し、溶媒を完全に除去する操作は、窒素気流を用いて穏やかに行う。
- ⑦ 正確な測定値を得るためには、マトリックス添加標準溶液又は標準添加法を用いることが必要な場合がある。
- ⑧ 定量限界は、使用する装置、試験溶液の濃縮倍率及び試験溶液注入量により異なるので、必要に応じて最適条件を検討する。
- ⑨ 抹茶以外の茶について、次の表の第1欄に掲げる農薬を試験する場合は、同表第2欄に掲げる個別試験法により分析すること。

第1欄	第2欄
<u>BHC</u>	<u>BHC 等試験法</u>
<u>DDT</u>	<u>BHC 等試験法</u>
<u>XMC</u>	<u>アルジカルブ等試験法</u>
<u>アクリナトリン</u>	<u>アクリナトリン等試験法</u>
<u>アセタミプリド</u>	<u>アセタミプリド試験法</u>
<u>アルドリン及びディルドリン</u>	<u>BHC 等試験法</u>
<u>イソキサチオン</u>	<u>EPN 等試験法</u> (注)
<u>イミベンコナゾール</u>	<u>イミベンコナゾール試験法</u>
<u>エチオン</u>	<u>EPN 等試験法</u>
<u>エトフェンプロックス</u>	<u>エトフェンプロックス試験法</u>
<u>エンドリン</u>	<u>BHC 等試験法</u>
<u>クロルピリホス</u>	<u>EPN 等試験法</u>
<u>クロルフェナピル</u>	<u>クロルフェナピル等試験法</u>
<u>ジコホール</u>	<u>BHC 等試験法</u>
<u>シハロトリン</u>	<u>アクリナトリン等試験法</u>
<u>ジフェノコナゾール</u>	<u>カフェンストロール等試験法</u>
<u>シフルトリン</u>	<u>アクリナトリン等試験法</u>
<u>シペルメトリン</u>	<u>アクリナトリン等試験法</u>
<u>ジメトエート</u>	<u>EPN 等試験法</u>
<u>ダイアジノン</u>	<u>EPN 等試験法</u>
<u>テトラコナゾール</u>	<u>カフェンストロール等試験法</u>

<u>テトラジホン</u>	<u>BHC 等試験法</u>
<u>テブフェンピラド</u>	<u>アラクロール等試験法</u>
<u>デルタメトリン及びビトラロメトリン</u>	<u>アクリナトリン等試験法</u>
<u>トリフルラリン</u>	<u>BHC 等試験法</u>
<u>パラチオン</u>	<u>EPN 等試験法</u>
<u>パラチオンメチル</u>	<u>EPN 等試験法</u>
<u>ハルフェンプロックス</u>	<u>BHC 等試験法</u>
<u>ビフェントリン</u>	<u>アクリナトリン等試験法</u>
<u>ピラクロホス</u>	<u>EPN 等試験法</u>
<u>ピリダベン</u>	<u>ピリダベン試験法</u>
<u>ピリフェノックス</u>	<u>ピリフェノックス試験法</u>
<u>ピリミホスメチル</u>	<u>EPN 等試験法</u>
<u>ピレトリン</u>	<u>アクリナトリン等試験法</u>
<u>フェニトロチオン</u>	<u>EPN 等試験法</u>
<u>フェントエート</u>	<u>EPN 等試験法</u>
<u>フェンバレレート</u>	<u>アクリナトリン等試験法</u>
<u>フェンプロパトリン</u>	<u>BHC 等試験法</u>
<u>フルシトリネート</u>	<u>アクリナトリン等試験法</u>
<u>フルバリネート</u>	<u>アクリナトリン等試験法</u>
<u>プロチオホス</u>	<u>EPN 等試験法</u>
<u>プロピコナゾール</u>	<u>カフェンストロール等試験法</u>
<u>プロフェノホス</u>	<u>EPN 等試験法</u>
<u>ペルメトリン</u>	<u>アクリナトリン等試験法</u>
<u>ホサロン</u>	<u>EPN 等試験法</u>
<u>マイクロブタニル</u>	<u>マイクロブタニル試験法</u>
<u>メチダチオン</u>	<u>EPN 等試験法</u>

(注) イソキサチオンについては EPN 等試験法の分析対象化合物には含まれないが、
抹茶以外の茶については、当該試験法中 a 法により分析すること。

11. 参考文献

- 1) Fillion, J.ら, J.AOAC Int, 83, 698~713 (2000)

12. 類型

C