



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、 $\gamma$ -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、 $\gamma$ -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 (<math>\alpha</math>-BHC、<math>\beta</math>-BHC、<math>\gamma</math>-BHC 及び <math>\delta</math>-BHC の総和をいう。)</u>	<u><math>\alpha</math>-BHC、<math>\beta</math>-BHC、<math>\gamma</math>-BHC、<math>\delta</math>-BHC</u>
<u><math>\gamma</math>-BHC (リンデン)</u>	<u><math>\gamma</math>-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。

$\alpha$ -BHC 標準品 本品は $\alpha$ -BHC99%以上を含む。

融点 本品の融点は157~159°Cである。

$\beta$ -BHC 標準品 本品は $\beta$ -BHC98%以上を含む。

融点 本品の融点は308~310°Cである。

$\gamma$ -BHC 標準品 本品は $\gamma$ -BHC99%以上を含む。

融点 本品の融点は112~114°Cである。

$\delta$ -BHC 標準品 本品は $\delta$ -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  $\mu$ 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  $\mu\text{m}$  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

$\gamma$ -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、 $\alpha$ -BHC、 $\beta$ -BHC、 $\gamma$ -BHC 及び  $\delta$ -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 $-25^{\circ}\text{C}$ 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・ $0.00027\text{ kPa}$ ) 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 $100^{\circ}\text{C}$  (減圧・ $0.013\text{ kPa}$ ) 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 $64^{\circ}\text{C}$  (減圧・ $0.0013\text{ kPa}$ ) 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 $-25^{\circ}\text{C}$ 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 $375^{\circ}\text{C}$ 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 $164^{\circ}\text{C}$  (減圧・ $0.0013\text{ kPa}$ ) 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、 $40^\circ\text{C}$ 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、 $40^\circ\text{C}$ 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、 $40^\circ\text{C}$ 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、 $40^\circ\text{C}$ 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。