

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

アニロホス 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。

ジスルホトンは、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