

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 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。

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°C 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°C 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>

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

(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