

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3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℃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℃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℃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℃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℃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℃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℃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℃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℃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℃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℃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℃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℃ (減圧・0.0067 kPa) 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℃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℃ (減圧・0.00013 kPa) 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℃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℃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℃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 µm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℃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。酢酸エチル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℃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 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2 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、検体を粉砕した後、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。酢酸エチル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℃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℃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℃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℃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℃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、ピテルタノール、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

抹茶以外の茶を粉碎したものについて(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5%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：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