

## 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3に示すものを用いる。

0.5 mol/Lリン酸緩衝液（pH 7.0） 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（pH 7.0）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 (pH 7.0) 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 µL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 µL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 30 m、膜厚 0.25 µm

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
BHC	BHC等試験法
DDT	BHC等試験法
XMC	アルジカルブ等試験法

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

(別表)GC/MSによる農薬等の一斉試験法(農産物)

品目名	分析対象化合物	保持指標	主なイオン(m/z)						定量限界(mg/kg)
BHC	β-BHC	1757	219*	183	181*				0.01
	δ-BHC	1829	219*	183	181*				0.01
γ-BHC	γ-BHC	1776	219*	183	181*				0.01**
アセトクロール	アセトクロール	1882	223*	162	146*				0.01
アルジカルブ及びアルドキシカルブ	アルジカルブ(分解物)	899	115*	100*					0.01**
イソプロカルブ	イソプロカルブ	1538	136*	121*					0.01
イマザリル	イマザリル	2173	215*	173*					0.01**
イミベンコナゾール	イミベンコナゾール脱ベンジル体	2216	270	235*					0.01
エスフェンバレレート	エスフェンバレレート(異性体-1)	2953	419*	167*	125				0.01**
	エスフェンバレレート(異性体-2)	2983	419*	167*	125				
エスプロカルブ	エスプロカルブ	1968	222*	162*	91*	71			0.01
エタルフルラリン	エタルフルラリン	1647	316	276*	292				0.01
エチクロゼート	エチクロゼート	2073	238*	165*					0.01
エンドスルファン	エンドスルファンスルフェート	2364	422*	387*	272*	239*	229		0.01**
オキサジアゾン	オキサジアゾン	2188	344*	302*	258	175*			0.01
オキサジキシル	オキサジキシル	2283	163*	132					0.01**
オルトフェニルフェノール	オルトフェニルフェノール	1531	170*	141	115*				0.01
キザロホップエチル	キザロホップエチル	2856	372*	244*					0.01
キントゼン	キントゼン	1766	295*	249	237*	214	142		0.01
クロゾリネート	クロゾリネート	2060	331*	259					0.01**
クロマゾン	クロマゾン	1760	204*	127	125*				0.01**
クロルタールジメチル	クロルタールジメチル	1990	332	301*	299				0.01
クロルデン	cis-クロルデン	2150	375	373*	272	237			0.01**
	trans-クロルデン	2123	375	373	272	267			0.01**
	オキシクロルデン	2073	389	387*	237	185	115*		0.01
クロルブファム	クロルブファム	1752	223*	164	129				0.01
クロロネブ	クロロネブ	1511	208*	193*					0.01
2,6-ジイソプロピルナフタレン	2,6-ジイソプロピルナフタレン	1739	212*	197*	155				0.01
ジクロシメット	ジクロシメット(異性体-1)	2085	277*	173					0.01
	ジクロシメット(異性体-2)	2118	277*	173					
ジクロホップメチル	ジクロホップメチル	2400	340*	253					0.01
ジスルホトン	ジスルホトン	1815	274*	142	88*				0.01**
ジフェニルアミン	ジフェニルアミン	1635	169*	168*	167	77			0.01
シプロジニル	シプロジニル	2051	225	224*	210				0.01
ジメテナミド	ジメテナミド(RS体)	1879	230*	154					0.01
ジメトモルフ	ジメトモルフ(異性体-1)	3107	387*	301*					0.01
	ジメトモルフ(異性体-2)	3149	387*	301*					
ジメピペレート	ジメピペレート	2094	145*	119*					0.01
ダイアレート	ダイアレート(異性体-1)	1698	236	234*	128	86			0.01
	ダイアレート(異性体-2)	1716	236	234*	128	86			
チオベンカルブ	チオベンカルブ	1985	257	100*	125	72			0.01
チオメトン	チオメトン	1724	246*	158	125	88*	60*		0.01
テフルトリン	テフルトリン	1816	383	197	177*				0.01
トリアジメホン	トリアジメホン	2002	210	208*	181				0.01**
トリシクラゾール	トリシクラゾール	2182	189*	162*	161				0.01**
トリフルミゾール	トリフルミゾール代謝物	1757	201*	167*					0.01**
ニトロタールイソプロピル	ニトロタールイソプロピル	2007	254*	236*	212	194			0.01
ピペロニルブトキシド	ピペロニルブトキシド	2413	176*	149*					0.01**
ピリプチカルブ	ピリプチカルブ	2438	181	165*	108	93			0.01
ピリプロキシフェン	ピリプロキシフェン	2582	226*	136*					0.01
ピロキロン	ピロキロン	1801	229*	214	173*	130			0.01
ピンクロゾリン	ピンクロゾリン	1893	285*	212	198	187	178		0.01
フェノキサプロップエチル	フェノキサプロップエチル	2675	361*	288*					0.01**
フェノブカルブ	フェノブカルブ	1610	150*	121*					0.01
フェンプロピモルフ	フェンプロピモルフ	1995	303	129	128*				0.01**
フラメピル	フラメピル	2529	298*	157					0.01**
フルリドン	フルリドン	2908	328*	310*					0.01
プロバクロール	プロバクロール	1613	176*	169	136	120*			0.01
プロバジン	プロバジン	1762	229*	214*	201*	167			0.01
プロバニル	プロバニル	1874	217*	161*					0.01
プロピザミド	プロピザミド	1787	255*	240	175	173*	145		0.01**
プロメトリン	プロメトリン	1921	226	184*	241				0.01
プロモブチド	プロモブチド代謝物(deBr-プロモブチド)	1694	233*	120	119*				0.01
プロモホスエチル	プロモホスエチル	2114	359*	303*					0.01
ヘキサコナゾール	ヘキサコナゾール	2170	214*	175					0.01**
ベノキサコール	ベノキサコール	1856	259*	120*					0.01

品目名	分析対象化合物	保持指標	主なイオン(m/z)						定量限界(mg/kg)
ヘプタクロル	ヘプタクロル	1921	337*	272*	237	100			0.01
	ヘプタクロルエポキシド(異性体A)	2082	353*	253*	217*	183*	81		0.01
	ヘプタクロルエポキシド(異性体B)	2074	357	353*	263	253	81		0.01
ペンコナゾール	ペンコナゾール	2062	248*	161*	159				0.01**
ペンディメタリン	ペンディメタリン	2048	281*	252*	220	162	161		0.01**
ベンフレセート	ベンフレセート	1876	256*	163*					0.01
ボスカリド	ボスカリド	2834	342*	140*					0.01
メカルバム	メカルバム	2072	329*	296*	159	131*	97*		0.01**
メタラキシル及びメフェノキサム	メフェノキサム	1917	249+	206					0.01**
メキシクロール	メキシクロール	2496	227*	212*					0.01
メトラクロール	S-メトラクロール	1975	238*	162*					0.01
メトリブジン	メトリブジン	1890	198*	144*					0.01
レスメトリン	レスメトリン(異性体-1)	2400	171*	143	123*				0.01**
	レスメトリン(異性体-2)	2415	171*	143	123*				

1) 分析対象化合物を品目名の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、分析対象化合物欄に保持時間順に示した。

2) 保持指標はn-アルカンの保持時間を基準とした値であり、検討機関の平均値で示した。

3) 主なイオンのうち各機関で定量に使用したイオンに『\*』を付けて示した。

4) 添加濃度0.01 ppmでの添加回収試験における添加試料中の分析対象化合物のピークのS/Nが、1食品でも10以上の値が得られた場合には、定量限界は0.01 mg/kgとした。添加濃度0.01 ppmでの添加回収試験の結果がない場合には、マトリックス添加標準溶液を用いて試料中0.01 mg/kgに相当する分析対象化合物のピークのS/Nが、1食品でも10以上の値が得られた場合には、定量限界の推定値を0.01 mg/kgとし『\*\*』を付けて示した。