

食安発第1129004号
平成18年11月29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
の試験法の一部改正について

食品、添加物等の規格基準の一部を改正する件（平成18年厚生労働省告示第643号）が本日公布され、その内容については本日付け食安発第1129001号当職通知をもって通知したところである。

これに関連して、「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。以下「試験法通知」という。）の別添の一部を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。

なお、改正後の試験法を実施するに際しては、試験法通知別添の第1章総則部分を参考とされたい。

記

1. 目次を別添1のとおり改める。なお、改正部分を下線で示す。
2. 第1章総則の別紙を別添2のとおり改める。なお、改正部分を下線で示す。
3. 第2章一斉試験法について「LC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅱ（農産物）」を別添3のとおり改める。なお、改正部分を下線で示す。
4. 第3章個別試験法について、「シアゾファミド試験法」を別添4のとおり改めるとともに、別添5の「オキシテトラサイクリン試験法（農産物）」、「ジヒドロストレプトマイシン及びストレプトマイシン試験法（農産物）」、及び「メトコナゾール試験法」を加える。

目 次

第1章 総則

第2章 一斉試験法

- ・ GC/MS による農薬等の一斉試験法（農産物）
- ・ LC/MS による農薬等の一斉試験法 I（農産物）
- ・ LC/MS による農薬等の一斉試験法 II（農産物）
- ・ GC/MS による農薬等の一斉試験法（畜水産物）
- ・ LC/MS による農薬等の一斉試験法（畜水産物）
- ・ HPLC による動物用医薬品等の一斉試験法 I（畜水産物）
- ・ HPLC による動物用医薬品等の一斉試験法 II（畜水産物）

第3章 個別試験法

- ・ BHC、 γ -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、ヘプタクロル、ペンフルラリン並びにメトキシクロール試験法
- ・ 2, 4-D、2, 4-DB 及びクロプロップ試験法
- ・ 2, 2-DPA 試験法
- ・ DCIP 試験法
- ・ DBEDC 試験法
- ・ 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、フェントロチオン、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
- ・ EPTC 試験法
- ・ MCPA 及びジカンバ試験法
- ・ Seebach アミン試験法
- ・ 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
- ・ アシベンゾラル S メチル試験法
- ・ アジムスルフロンの、ハロスルフロンのメチル及びフラザスルフロンの試験法
- ・ アシュラム試験法
- ・ アセキノシル試験法
- ・ アセタミプリド試験法

- ・ アセフェート、オメトエート及びメタミドホス試験法
- ・ アゾキシストロビン試験法
- ・ アニラジン試験法
- ・ アミトラス試験法
- ・ 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
- ・ アラニカルブ試験法
- ・ アルジカルブ、エチオフェンカルブ、オキサミル、カルバリル、ピリミカーブ、フェノブカルブ及びベンダイオカルブ試験法
- ・ アルベンダゾール、オキシベンダゾール、チアベンダゾール、フルベンダゾール及びメベンダゾール試験法
- ・ アンプロリウム及びデコキネート試験法
- ・ イオドスルフロメチル、エタメツルフロメチル、エトキシスルフロメチル、シノスルフロメチル、スルホスルフロメチル、トリアスルフロメチル、ニコスルフロメチル、ピラズスルフロメチル、プリミスルフロメチル、プロスルフロメチル及びリムスルフロメチル試験法
- ・ イソウロン、ジウロン、テブチウロン、トリフルムロン、フルオメツロン及びリニューロン試験法
- ・ イソフェンホス試験法
- ・ イソメタミジウム試験法
- ・ イナベンフィド試験法
- ・ イプロジオン試験法
- ・ イベルメクチン、エプリノメクチン及びモキシデクチン試験法
- ・ イマザモックスアンモニウム塩試験法
- ・ イマザリル試験法
- ・ イマズスルフロメチル及びベンスルフロメチル試験法
- ・ イミノクタジン試験法
- ・ イミベンコナゾール試験法
- ・ インダノファン試験法
- ・ ウニコナゾールP試験法
- ・ エスプロカルブ、クロルプロファミン、チオベンカルブ、ピリブチカルブ及びペンディメタリン試験法
- ・ エチクロゼート試験法
- ・ エチプロール試験法
- ・ エテホン試験法
- ・ エトキサゾール試験法
- ・ エトキシキン試験法
- ・ エトフェンプロックス試験法
- ・ エトベンザニド試験法
- ・ エマメクチン安息香酸塩試験法
- ・ オキサジクロメホン及びフェノキサニル試験法
- ・ オキシテトラサイクリン試験法（農産物）
- ・ オキシテトラサイクリン、クロルテトラサイクリン及びテトラサイクリン試験法

- ・ オキサポコナゾールフマル酸塩試験法
- ・ オキサリニック酸試験法
- ・ オクスフェンダゾール、フェバンテル及びフェンベンダゾール試験法
- ・ オリサストロビン試験法
- ・ オルメトプリム、ジアベリジン、トリメトプリム及びピリメタミン試験法
- ・ 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
- ・ カルタップ、ベンスルタップ及びチオシクラム試験法
- ・ カルプロパミド試験法
- ・ カルベンダジム、チオファネート、チオファネートメチル及びベノミル試験法
- ・ カルボスルファン、カルボフラン、フラチオカルブ及びベンフラカルブ試験法
- ・ カンタキサンチン試験法
- ・ キザロホップエチル試験法
- ・ キノメチオネート試験法
- ・ キャプタン、クロルベンジレート、クロロタロニル及びホルペット試験法
- ・ キンクロラック試験法
- ・ クミルロン試験法
- ・ グリホサート試験法
- ・ グルホシネート試験法
- ・ クレトジム試験法
- ・ クロサンテル試験法
- ・ クロジナホッププロパルギル試験法
- ・ クロチアニジン試験法
- ・ クロピラリド試験法
- ・ クロフェンテジン試験法
- ・ クロリムロンエチル及びトリベヌロンメチル試験法
- ・ クロルスルフロン及びメトスルフロンメチル試験法
- ・ クロルフェナピル及びビフェノックス試験法
- ・ クロルフルアズロン、ジフルベンズロン、テブフェノジド、テフルベンズロン、フルフェノクスロン、ヘキサフルムロン及びルフェヌロン試験法
- ・ クロルメコート試験法
- ・ ゲンタマイシン試験法
- ・ サラフロキサシン及びダノフロキサシン試験法
- ・ 酸化フェンブタズ試験法
- ・ シアゾファミド試験法
- ・ シアナジン試験法
- ・ ジアフェンチウロン試験法
- ・ シアン化水素試験法
- ・ ジクラズリル及びナイカルバジン試験法
- ・ シクロキシジム試験法
- ・ ジクロシメット試験法
- ・ シクロスルファムロン試験法
- ・ ジクロフルアニド試験法

- ・ ジクロベニル試験法
- ・ ジクロメジン試験法
- ・ ジクロルボス及びトリクロルホン試験法
- ・ ジクワット、パラコート及びメピコートクロリド試験法
- ・ ジチアノン試験法
- ・ ジチオピル及びチアゾピル試験法
- ・ ジノカップ試験法
- ・ ジノテフラン試験法
- ・ シハロホップブチル及びジメテナミド試験法
- ・ ジヒドロストレプトマイシン及びストレプトマイシン試験法（農産物）
- ・ ジヒドロストレプトマイシン、ストレプトマイシン、スペクチノマイシン及びネオマイシン試験法
- ・ ジフェンゾコート試験法
- ・ ジフルフェニカン試験法
- ・ シプロジニル試験法
- ・ ジメチピン試験法
- ・ ジメトモルフ試験法
- ・ シモキサニル試験法
- ・ 臭素試験法
- ・ シラフルオフエン試験法
- ・ シロマジン試験法（農産物）
- ・ シロマジン試験法（畜産物）
- ・ シンメチリン試験法
- ・ スピノサド試験法
- ・ スピラマイシン試験法
- ・ スルファキノキサリン、スルファジアジン、スルファジミジン、スルファジメトキシム、スルファメトキサゾール、スルファメトキシピリダジン、スルファメラジン、スルファモノメトキシム及びスルフィソゾール試験法
- ・ スルファジミジン試験法
- ・ セトキシジム試験法
- ・ セフチオフル試験法
- ・ ゼラノール試験法
- ・ ダイムロン試験法
- ・ ダゾメット、メタム及びメチルイソチオシアネート試験法
- ・ ターバシル試験法
- ・ チアジニル試験法
- ・ チアベンダゾール及び5-プロピルスルホニル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン試験法
- ・ チオジカルブ及びメソミル試験法
- ・ チルミコシン試験法
- ・ テクロフタラム試験法
- ・ デスメディファム試験法
- ・ テプラロキシジム試験法
- ・ テレフタル酸銅試験法

- ・ トリクラベンダゾール試験法
- ・ トリクラミド試験法
- ・ トリクロロ酢酸ナトリウム塩試験法
- ・ トリシクラゾール試験法
- ・ トリネキサバックエチル試験法
- ・ トリフルミゾール試験法
- ・ トリブロムサラン及びビチオノール試験法
- ・ トルフェンピラド試験法
- ・ 鉛試験法
- ・ ニコチン試験法
- ・ ニテンピラム試験法
- ・ ノバルロン試験法
- ・ バミドチオン試験法
- ・ ビオレスメトリン試験法
- ・ ピクロラム試験法
- ・ ビスピリバックナトリウム塩試験法
- ・ ヒ素試験法
- ・ ビフェナゼート試験法
- ・ ヒメキサゾール試験法
- ・ ピメトロジン試験法
- ・ ピラクロストロビン試験法
- ・ ピラゾキシフェン試験法
- ・ ピラフルフェンエチル試験法
- ・ ピリダベン試験法
- ・ ピリダリル試験法
- ・ ピリチオバックナトリウム塩試験法
- ・ ピリデート試験法
- ・ ピリフェノックス試験法
- ・ ピリミジフェン試験法
- ・ ピリメタニル試験法
- ・ ピルリマイシン試験法
- ・ ファモキサドン試験法
- ・ フィプロニル試験法
- ・ フェノキサプロップエチル試験法
- ・ フェンアミドン試験法
- ・ フェントラザミド試験法
- ・ フェンピロキシメート試験法
- ・ フェンヘキサミド試験法
- ・ フェンチン試験法
- ・ ブチレート試験法
- ・ フラメトピル試験法
- ・ フルアジナム試験法
- ・ フルアジホップ試験法
- ・ フルオルイミド試験法

- ・ フルカルバズンナトリウム塩試験法
- ・ フルシラゾール試験法
- ・ フルスルファミド試験法
- ・ フルベンダゾール試験法
- ・ フルミオキサジン試験法
- ・ プロクロラズ試験法
- ・ プロシミドン試験法
- ・ フロニカミド試験法
- ・ プロパモカルブ試験法
- ・ プロヒドロジャスモン試験法
- ・ プロヘキサジオンカルシウム塩試験法
- ・ ヘキシチアゾクス試験法
- ・ ペンシクロン試験法
- ・ ベンジルペニシリン試験法
- ・ ベンゾビシクロン試験法
- ・ ペンタゾン試験法
- ・ ペントキサゾン試験法
- ・ ベンフレセート試験法
- ・ ボスカリド試験法（農産物）
- ・ ボスカリド試験法（畜産物）
- ・ ホセチル試験法
- ・ マレイン酸ヒドラジド試験法
- ・ ミクロブタニル試験法
- ・ メタベンズチアズロン試験法
- ・ メタミトロン試験法
- ・ メチオカルブ試験法
- ・ メトコナゾール試験法
- ・ メトプレン試験法
- ・ メトリブジン試験法
- ・ メパニピリム試験法
- ・ モリネート試験法
- ・ ラクトパミン試験法
- ・ リン化水素試験法
- ・ レバミゾール試験法

(参考) 食品、添加物等の規格基準（昭和34年厚生省告示第370号）に規定する試験法

- ・ 2, 4, 5-T試験法
- ・ アゾシクロチン及びシヘキサチン試験法
- ・ アミトロール試験法
- ・ アルドリン、エンドリン及びディルドリン試験法
- ・ カプタホール試験法
- ・ カルバドックス試験法

- クマホス試験法
- クレンブテロール試験法
- クロラムフェニコール試験法
- クロルプロマジン試験法
- ジエチルスチルベストロール試験法
- ジメトリダゾール、メトロニダゾール及びロニダゾール試験法
- ダミノジッド試験法
- デキサメタゾン試験法
- トリアゾホス及びパラチオン試験法
- α -トレンボロン及び β -トレンボロン試験法
- 二臭化エチレン試験法
- ニトロフラン類試験法
- プロファム試験法

(別紙)

アクリルアミド共重合体結合グリセリルプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (360mg)
内径 8～9 mm のポリエチレン製のカラム管に、アクリルアミド共重合体結合グリセリルプロピルシリル化シリカゲル 360 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

アセトニトリル アセトニトリル 300 mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、アセトニトリルを除去する。この残留物を *n*-ヘキサン 5 mL に溶かし、その 5 μ L を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の *n*-ヘキサン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} g の γ -BHC が示すピークの高さ以下でなければならない。

アセトン アセトン 300 mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、アセトンを除去する。この残留物を *n*-ヘキサン 5 mL に溶かし、その 5 μ L を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の *n*-ヘキサン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} g の γ -BHC が示すピークの高さ以下でなければならない。

アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (360mg) 内径 8～9 mm のポリエチレン製のカラム管に、アミノプロピルシリル化シリカゲル 360 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (500mg) 内径 8～9 mm のポリエチレン製のカラム管に、アミノプロピルシリル化シリカゲル 500 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000mg) 内径 12～13 mm のポリエチレン製のカラム管に、アミノプロピルシリル化シリカゲル 1,000 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

亜硫酸ナトリウム 亜硫酸ナトリウム (特級)

亜硫酸カリウム 亜硫酸カリウム (特級)

アルゴン 純度 99.998v/v%以上のものを用いる。

イソプロピルエーテル イソプロピルエーテル (特級)

エタノール エタノール 300 mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、エタノールを除去する。この残留物を *n*-ヘキサン 5 mL に溶かし、その 5 μ L を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の *n*-ヘキサン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} g の γ -BHC が示すピークの高さ以下でなければならない。

エチルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000mg) 内径 12～13 mm のポリエチレン製のカラム管に、エチルシリル化シリカゲル 1,000 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

3 mol/L エチルマグネシウムブロミド・エーテル溶液 3 mol/L エチルマグネシウムブロミド・エーテル溶液

エチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲルミニカラム (500mg) 内径 8～9 mm のポリエチレン製のカラム管に、エチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲル 500 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

エーテル エチルエーテル 300 mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、エチルエーテルを除去する。この残留物を *n*-ヘキサン 5 mL に溶かし、その 5 μ L を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の *n*-ヘキサン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} g の γ -BHC が示すピークの高さ以下でなければならない。

塩化第一鉄 塩化第一鉄 (特級)

塩化ナトリウム 塩化ナトリウム (特級)。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質

を含む場合には、*n*-ヘキサン等の溶媒で洗浄したものを用いる。

塩基性アルミナミニカラム (1,710mg) 内径 8～9 mm のポリエチレン製のカラム管に、塩基性アルミナ 1,710 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

塩酸グアニジン 塩酸グアニジン (特級)

塩酸ピリジン 塩酸ピリジン (特級)。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含む場合には、*n*-ヘキサン等の溶媒で洗浄したものを用いる。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (360mg) 内径 8～9 mm のポリエチレン製のカラム管に、オクタデシルシリル化シリカゲル 360 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (500mg) 内径 8～9 mm のポリエチレン製のカラム管に、オクタデシルシリル化シリカゲル 500 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (850mg) 内径 8～9 mm のポリエチレン製のカラム管に、オクタデシルシリル化シリカゲル 850 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000mg) 内径 12～13 mm のポリエチレン製のカラム管に、オクタデシルシリル化シリカゲル 1,000 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (遮光、1,000mg) 光の透過を防ぐ包装を施した内径 12～13 mm のポリエチレン製のシリンジ型カラム管に、オクタデシルシリル化シリカゲル 1,000 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (5,000mg) 内径 19 mm のポリエチレン製のシリンジ型カラム管に、オクタデシルシリル化シリカゲル 5,000 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

オルトギ酸トリメチル オルトギ酸トリメチル (1 級)

オルト酢酸トリメチル 純度 98% 以上の試薬を用いる。

過塩素酸ナトリウム 過塩素酸ナトリウム (特級)

過酸化ナトリウム 過酸化ナトリウム (特級)

活性炭 活性炭 (クロマトグラフ用)

ガラス繊維ろ紙 化学分析用ガラス繊維ろ紙

カラムクロマトグラフィー用アルミナ (塩基性) カラムクロマトグラフィー用に製造したアルミナ (塩基性, 粒径 50～200 μm) を用いる。

カラムクロマトグラフィー用アルミナ (中性) カラムクロマトグラフィー用に製造した活性アルミナ (中性, 粒径 63～200 μm) を用いる。

カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム カラムクロマトグラフィー用に製造した合成ケイ酸マグネシウム (粒径 150～250 μm) を 130°C で 12 時間以上加熱した後、デシケーター中で放冷する。

カラムクロマトグラフィー用シリカゲル (粒径 63～200 μm) カラムクロマトグラフィー用に製造したシリカゲル (粒径 63～200 μm) を 130°C で 12 時間以上加熱した後、デシケーター中で放冷する。

カラムクロマトグラフィー用シリカゲル (粒径 150～425 μm) カラムクロマトグラフィー用に製造したシリカゲル (粒径 150～425 μm) を 130°C で 12 時間以上加熱した後、デシケーター中で放冷する。

カラム担体 ガスクロマトグラフィー用に製造したケイソウ土 (粒径 150～177 μm) を酸処理及びシラン処理したものを用いる。

カルボキシジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム (150mg)

内径 8～9 mm のポリエチレン製のカラムにカルボキシジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体 150mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

いる。

カルボキシメチルシリル化シリカゲルミニカラム(1,000mg) 内径 10~12 mm のポリエチレン製のカラム管に、カルボキシメチルシリル化シリカゲル 1,000 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

クエン酸アンモニウム クエン酸アンモニウム (第二) (特級)

クエン酸三カリウム クエン酸三カリウム (特級)

グラファイトカーボンミニカラム(500mg) 内径 12~13 mm のポリエチレン製のカラム管に、グラファイトカーボン 500 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

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(500mg/500mg) 内径 12~13 mm のポリエチレン製のカラム管に、グラファイトカーボン及びアミノプロピルシリル化シリカゲル各 500 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

グリセリルプロピルシリル化シリカゲルミニカラム(360mg) 内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、グリセリルプロピルシリル化シリカゲル 360 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

β -グルコシダーゼ 1 mg 当たり 37°C, pH5.0 で 1 分間にサリシンからグルコースを 4~12 μ mol 遊離させる力価のものを用いる。

m-クロロ過安息香酸 純度 70%以上の試薬を用いる。

クロロホルム クロロホルム 300 mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、クロロホルムを除去する。この残留物を *n*-ヘキサン 5 mL に溶かし、その 5 μ L を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の *n*-ヘキサン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} g の γ -BHC が示すピークの高さ以下でなければならない。

ケイソウ土 化学分析用ケイソウ土を用いる。

高純度窒素 純度 99.999v/v%以上のものを用いる。

合成ケイ酸マグネシウムミニカラム(900mg) 内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、合成ケイ酸マグネシウム 900 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

合成ゼオライト 細孔径 0.3 nm の合成ゼオライトを用いる。

酢酸アンモニウム 純度 97%以上の試薬を用いる。

酢酸エチル 酢酸エチル 300 mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、酢酸エチルを除去する。この残留物を *n*-ヘキサン 5 mL に溶かし、その 5 μ L を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の *n*-ヘキサン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} g の γ -BHC が示すピークの高さ以下でなければならない。

三フッ化ホウ素エーテル錯体 純度 99%以上の試薬を用いる。

ジエチレングリコール 純度 98%以上の試薬を用いる。

ジエチレングリコールモノエチルエーテル 純度 99%以上の試薬を用いる。

シクロヘキシルシリル化シリカゲルミニカラム(遮光、1,000mg) 光の透過を防ぐ包装を施した内径 12~13 mm のポリエチレン製のカラム管に、シクロヘキシルシリル化シリカゲル 1,000 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

シクロヘキシルシリル化シリカゲルミニカラム(2,000mg) 内径 15~16 mm のポリエチレン製のカラム管に、シクロヘキシルシリル化シリカゲル 2,000 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

シクロヘキシルシリル化シリカゲルミニカラム(遮光、2,000mg) 光の透過を防ぐ包装を施した内径 15~16 mm のポリエチレン製のカラム管に、シクロヘキシルシリル化シリカゲル 2,000 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

ジクロロメタン ジクロロメタン 300 mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、ジクロ

ロメタンを除去する。この残留物を *n*-ヘキサン 5 mL に溶かし、その 5 μ L を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の *n*-ヘキサン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} g の γ -BHC が示すピークの高さ以下でなければならない。

ジクロロメタン(特級) ジクロロメタン (特級)

ジクロロジメチルシラン 純度 98%以上の試薬を用いる。

ジブチルヒドロキシトルエン ジブチルヒドロキシトルエン (特級)

***p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド** *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド (特級)

消泡用シリコン シリコンを消泡用に製造したものをを用いる。

シリカゲルミニカラム(500mg) 内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、カラムクロマトグラフィー用に製造したシリカゲル 500 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものをを用いる。

シリカゲルミニカラム(690mg) 内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、カラムクロマトグラフィー用に製造したシリカゲル 690 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものをを用いる。

シリカゲルミニカラム(遮光、690mg) 光の透過を防ぐ包装を施した内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、カラムクロマトグラフィー用に製造したシリカゲル 690 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものをを用いる。

シリカゲルミニカラム(1,000mg) 内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、カラムクロマトグラフィー用に製造したシリカゲル 1,000 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものをを用いる。

水酸化ホウ素ナトリウム 純度 98%以上の試薬を用いる。

スチレンジビニルベンゼン共重合体カラム 内径 20 mm、長さ 300 mm のステンレス製のカラム管に、ゲル浸透クロマトグラフィー用に製造したスチレンジビニルベンゼン共重合体を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものをを用いる。

スチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラム(265mg) 内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、スチレンジビニルベンゼン共重合体 265 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものをを用いる。

スチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラム(500mg) 内径 12~13mm のポリエチレン製のカラム管に、スチレンジビニルベンゼン共重合体 500 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものをを用いる。

スルファミン酸 スルファミン酸 (特級)

セルラーゼ 1 mg 当たり 37°C、pH5.0 で 1 分間にセルロースからグルコースを 29 μ mol 遊離させる力価のものをを用いる。

多孔性ケイソウ土カラム(20mL 保持用) 内径 20~30 mm のポリエチレン製のカラム管に、20 mL を保持することができる量のカラムクロマトグラフィー用に製造した顆粒状多孔性ケイソウ土を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものをを用いる。

中性アルミナミニカラム(1,710mg) 内径 9~10 mm のポリエチレン製のカラム管に、中性アルミナ 1,710 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものをを用いる。

テトラヒドロフラン テトラヒドロフラン (特級)

ドデシル硫酸ナトリウム 純度 85%以上の試薬を用いる。

トリエチルアミン トリエチルアミン (特級)

トリナトリウムペンタンシアノアミンフェロエート トリナトリウムペンタンシアノアミンフェロエート (特級)

2,2,2-トリフルオロエタノール 2,2,2-トリフルオロエタノール (特級)

トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム(500mg) 内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル 500 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものをを用いる。

トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム(1,000mg) 内径 6~9 mm のポ

リエチレン製のカラム管に、トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル 1,000 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル及びベンゼンスルホン酸シリル化シリカゲル混合ミニカラム (200mg) 内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル及びベンゼンスルホン酸シリル化シリカゲルの混合物 200 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

ナトリウムベンゼンチオラート 純度 98%以上の試薬を用いる。

o-ニトロベンズアルデヒド o-ニトロベンズアルデヒド (特級)

乳酸 乳酸 (特級)

フェノールフタレイン試液 フェノールフタレイン 1 g をエタノール 100 mL に溶かす。

o-フタルアルデヒド 純度 99%以上の試薬を用いる。

フッ化カリウム フッ化カリウム (特級)

プロピルスルホニルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000mg) 内径 12~13 mm のポリエチレン製のカラム管に、プロピルスルホニルシリル化シリカゲル 1,000 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

フルオレスカミン 純度 98%以上の試薬を用いる。

9-フルオレニルメチルククロホルマート 9-フルオレニルメチルククロホルマート (特級)

n-ヘキサン n-ヘキサン 300 mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて 5 mL に濃縮し、この 5 μ L を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の n-ヘキサン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} g の γ -BHC が示すピークの高さ以下でなければならない。

ヘプタフルオロ酪酸 ヘプタフルオロ-n-酪酸

ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム (特級)

ペルオキシ二硫酸カリウム ペルオキシ二硫酸カリウム (1級)

ベンゼンスルホニルプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (500mg) 内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、ベンゼンスルホニルプロピルシリル化シリカゲル 500 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

3-ペンタノン 3-ペンタノン (特級)

n-ペンタン 純度 99%以上の試薬を用いる。

水 蒸留水を用いる。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含む場合には、n-ヘキサン等の溶媒で洗浄したものを用いる。

無水ククロ酢酸 純度 99%以上の試薬を用いる。

無水フルオロ酢酸 純度 99%以上の試薬を用いる。

無水硫酸ナトリウム 無水硫酸ナトリウム (特級)。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含む場合には、n-ヘキサン等の溶媒で洗浄したものを用いる。

メタノール メタノール 300 mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、メタノールを除去する。この残留物を n-ヘキサン 5 mL に溶かし、その 5 μ L を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の n-ヘキサン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} g の γ -BHC が示すピークの高さ以下でなければならない。

メチルイソブチルケトン メチルイソブチルケトン (特級)

1-メチルイミダゾール 純度 99%以上の試薬を用いる。

メチルオレンジ試液 メチルオレンジ 0.1 g を水 100 mL に溶かす。

N-メチル-N-ニトロソ-p-トルエンスルホンアミド 純度 98%以上の試薬を用いる。

N-メチルビストリフルオロアセトアミド 純度 95%以上の試薬を用いる。

2-メルカプトエタノール 純度 99%以上の試薬を用いる。

3-メルカプトプロピオン酸 純度 98%以上の試薬を用いる。

モノエタノールアミン モノエタノールアミン (特級)

モレキュラーシーブス 天然のアルカリ金属ケイ酸ナトリウム又はアルカリ度類金属ケイ酸ナトリウム

ヨウ化カリウム・デンプン紙 ヨウ化カリウム・デンプン紙

ヨードトリメチルシラン 純度 95%以上の試薬を用いる。

四ホウ酸ナトリウム 四ホウ酸ナトリウム (特級)

ラウリル硫酸ナトリウム ラウリル硫酸ナトリウム (特級)

リン酸水素一カリウム リン酸水素一カリウム (特級)

リン酸水素二カリウム リン酸水素二カリウム (特級)

リン酸テトラ-*n*-ブチルアンモニウム リン酸テトラ-*n*-ブチルアンモニウム (特級)

LC/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

液体クロマトグラフ・質量分析計 (LC/MS) 又は液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計 (LC/MS/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。

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

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 0.01 mol/L 塩酸 20 mL を加え、15 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 以下で濃縮し、溶媒を除去する。残留物にアセトン、トリエチルアミン及び *n*-ヘキサン (20 : 0.5 : 80) 混液 2 mL を加えて溶かす。

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 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 0.01 mol/L 塩酸 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 以下で濃縮し、溶媒を除去する。残留物にアセトン、トリエチルアミン及び *n*-ヘキサン (20 : 0.5 : 80) 混液 2 mL を加えて溶かす。

2) 精製

シリカゲルミニカラム (500 mg) に、メタノール、アセトン各 5 mL を順次注入し、各流出

液は捨てる。さらに *n*-ヘキサン 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、アセトン、トリエチルアミン及び *n*-ヘキサン (20 : 0.5 : 80) 混液 10 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトン及びメタノール (1 : 1) 混液 2 mL で 1) で得られた溶液が入っていた容器を洗い、洗液をシリカゲルミニカラムに注入し、さらにアセトン及びメタノール (1 : 1) 混液 18 mL を注入する。全溶出液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。残留物をメタノールに溶かして、正確に 4 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、それぞれのアセトニトリル溶液を調製し、それらを混合した後、適切な濃度範囲の各農薬等を含むメタノール溶液を数点調製する。それぞれ 5 μ L を LC/MS 又は LC/MS/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 5 μ L を LC/MS 又は LC/MS/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

LC/MS 又は LC/MS/MS により確認する。

8 . 測定条件

カラム:オクタデシルシリル化シリカゲル(粒径3~3.5 μ m) 内径2~2.1 mm、長さ150 mm

カラム温度:40

移動相:A液及びB液について下の表の濃度勾配で送液する。

移動相流量:0.20 mL/分

A液:5 mmol/L 酢酸アンモニウム水溶液

B液:5 mmol/L 酢酸アンモニウムメタノール溶液

| 時間(分) | A液(%) | B液(%) |
|-------|-------|-------|
| 0 | 85 | 15 |
| 1 | 60 | 40 |
| 3.5 | 60 | 40 |
| 6 | 50 | 50 |
| 8 | 45 | 55 |
| 17.5 | 5 | 95 |
| 30 | 5 | 95 |
| 30 | 85 | 15 |

イオン化モード:ESI

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、酸性条件下で塩析する。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、いずれもシリカゲルミニカラムで精製し、LC/MS 又は LC/MS/MS で測定及び確認する方法である。

2) 注意点

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。

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。

アセトニトリル抽出液に添加する塩化ナトリウム（10g）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。また、極性が高い農薬を対象とするため、十分に振とうして塩化ナトリウムを溶解させる。

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。

アセトン、トリエチルアミン及び *n*-ヘキサン（20：0.5：80）混液に溶けにくい農薬があるため、シリカゲルミニカラムによる精製においては洗浄操作の後、溶出溶媒であるアセトン及びメタノール（1：1）混液 2 mL でカラムに洗い込む。

__ LC/MS 又は LC/MS/MS の感度によっては、試験溶液をさらにメタノールで希釈する。

__ 特にメタノール溶液中では不安定な農薬等があるため、測定は試験溶液の調製後速やかに行う。検量線用溶液は用時調製する。常温のオートサンプラーラック中に試験溶液を長時間置かない。

__ 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。

__ 定量限界は、使用する機器、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。

11. 参考文献

なし

12. 類型

C

(別表)LC/MSによる農薬等の一斉試験法 (農産物)

| 品目名 | 分析対象化合物名 | 相対保持時間 | LC/MS 測定イオン(m/z) | | | | LC/MS/MS 測定イオン(m/z) | | | | | | | 測定限界 (ng) | | | | |
|---------------|---------------|--------|------------------|-----|---------|------|---------------------|-------|-------|---------|-------|-------|-----|-----------|-------|-------|----------|-------|
| | | | ポジティブ測定 | | ネガティブ測定 | | ポジティブ測定 | | | ネガティブ測定 | | | | | | | | |
| | | | 定量 | 定性 | 定量 | 定性 | 親 | 子(定量) | 子(定性) | 親 | 子(定量) | 子(定性) | 親 | 子(定量) | 子(定性) | LC/MS | LC/MS/MS | |
| 2,4-D | 2,4-D | 0.73 | | | -161 | | -163 | | | | | | | | | | 0.025 | 0.150 |
| MCPA | MCPA | 0.73 | | | -141 | | -199 | | | | | | | | | | 0.007 | 0.118 |
| MCPB | MCPB | 0.97 | | | -227 | -141 | | | | | | | | | | | 0.278 | 0.012 |
| アイオキシニル | アイオキシニル | 0.73 | | | -370 | -126 | | | | | | | | | | | 0.001 | 0.003 |
| アシフルオルフェン | アシフルオルフェン | 1.04 | | | -360 | -316 | | | | | | | | | | | 0.031 | 0.023 |
| アジムスルフロン | アジムスルフロン | 0.52 | | | -423 | | -424 | 425 | | 182 | | 139 | | | | | 0.116 | 0.005 |
| イオドスルフロンメチル | イオドスルフロンメチル | 0.72 | 508 | 509 | | | | 508 | | 167 | | 508 | | | | | 0.011 | 0.004 |
| イマザキン | イマザキン | 0.54 | 312 | 267 | | | | 312 | | 267 | 199 | 128 | 86 | | | | 0.001 | 0.001 |
| イマゾスルフロン | イマゾスルフロン | 0.54 | | | -411 | -413 | | 415 | | 156 | | 78 | | | | | 0.017 | 0.079 |
| エタメツルフロメチル | エタメツルフロメチル | 0.66 | 411 | 412 | | | | 411 | | 196 | | 168 | | | | | 0.001 | 0.003 |
| エトキシスルフロン | エトキシスルフロン | 0.83 | 399 | 400 | | | | 399 | | 261 | | 218 | | | | | 0.002 | 0.002 |
| クロジナホップ酸 | クロジナホップ酸 | 0.90 | | | -310 | | -238 | 312 | | 266 | | 238 | | | | | 0.007 | 0.016 |
| クロフェンセット | クロフェンセット | 0.60 | 279 | 261 | | | | 279 | | 261 | | 166 | | | | | 0.004 | 0.024 |
| クロブロッブ | クロブロッブ | 0.64 | | | -199 | -127 | | | | | | | | | | | 0.088 | 0.023 |
| クロランスラムメチル | クロランスラムメチル | 0.81 | 430 | 398 | | | | 430 | | 398 | 370 | 153 | | | | | 0.008 | 0.006 |
| クロリムロンエチル | クロリムロンエチル | 0.80 | | | -413 | | -415 | 415 | | 186 | | 83 | | | | | 0.018 | 0.003 |
| クオルスルフロン | クオルスルフロン | 0.55 | 358 | 360 | | | | 358 | | 141 | | 167 | | | | | 0.008 | 0.005 |
| 4-クロロフェノキシ酢酸 | 4-クロロフェノキシ酢酸 | 0.55 | | | -185 | -127 | | | | | | | | | | | 0.117 | 0.011 |
| シクラニリド | シクラニリド | 0.92 | | | -272 | -160 | | | | | | | | | | | 0.005 | 0.002 |
| ジクロスラム | ジクロスラム | 0.84 | 406 | 161 | | | | 406 | | 161 | | 378 | | | | | 0.017 | 0.003 |
| シクロスルファミロン | シクロスルファミロン | 0.99 | 422 | 444 | | | | 422 | | 261 | 139 | 218 | 69 | | | | 0.008 | 0.002 |
| ジクロメジン | ジクロメジン | 1.21 | 255 | 257 | | | | 257 | 255 | 140 | 89 | 158 | 75 | | | | 0.255 | 0.087 |
| ジクロルブロッブ | ジクロルブロッブ | 0.86 | | | -233 | -161 | | | | | | | | | | | 0.057 | 0.012 |
| シノスルフロン | シノスルフロン | 0.48 | 414 | 436 | | | | 414 | | 183 | | 157 | 83 | | | | 0.011 | 0.002 |
| ジベレリン | ジベレリン | 0.48 | | | -345 | -143 | | | | | | | | | | | 0.066 | 0.055 |
| スルフェントラゾン | スルフェントラゾン | 0.85 | | | -387 | | -385 | 387 | | 307 | | 146 | | | | | 0.017 | 0.146 |
| スルホスルフロン | スルホスルフロン | 0.59 | | | -469 | | -470 | 471 | | 211 | | 261 | | | | | 0.001 | 0.007 |
| チジアズロン | チジアズロン | 0.84 | | | -219 | -100 | | 221 | | 102 | | 128 | | | | | 0.002 | 0.002 |
| チフェンスルフロンメチル | チフェンスルフロンメチル | 0.50 | 388 | 167 | | | | 388 | | 167 | | 126 | 56 | | | | 0.013 | 0.001 |
| トリアスルフロン | トリアスルフロン | 0.62 | 402 | 404 | | | | 402 | | 167 | | 141 | | | | | 0.008 | 0.009 |
| トリクロピル | トリクロピル | 0.81 | | | -254 | -196 | | | | | | | | | | | 0.132 | 0.006 |
| トリフルスルフロンメチル | トリフルスルフロンメチル | 0.92 | 493 | 264 | | | | 493 | | 264 | | 96 | | | | | 0.005 | 0.001 |
| トリフロキシスルフロン | トリフロキシスルフロン | 0.72 | | | -436 | | -437 | 438 | | 182 | | 257 | | | | | 0.007 | 0.003 |
| トリベヌロンメチル | トリベヌロンメチル | 0.56 | 396 | 418 | | | | 396 | | 181 | 155 | 364 | | | | | 0.058 | 0.003 |
| ナブタラム | ナブタラム | 0.66 | | | -290 | -246 | | 292 | | 144 | | 149 | | | | | 0.020 | 0.016 |
| 1-ナフタレン酢酸 | 1-ナフタレン酢酸 | 0.63 | | | -185 | -141 | | | | | | | | | | | 0.486 | 0.073 |
| ハロキシホップ | ハロキシホップ | 1.08 | 362 | 316 | | | | 362 | | 316 | | 288 | 91 | | | | 0.010 | 0.002 |
| ハロスルフロンメチル | ハロスルフロンメチル | 0.69 | | | -433 | -435 | | 435 | | 182 | | 83 | | | | | 0.020 | 0.005 |
| ピラゾスルフロンエチル | ピラゾスルフロンエチル | 0.66 | 415 | 437 | | | | 415 | | 182 | 181 | 139 | 83 | | | | 0.029 | 0.002 |
| フェンヘキサミド | フェンヘキサミド | 1.18 | 302 | 304 | | | | 302 | | 97 | 96 | 55 | | | | | 0.037 | 0.005 |
| フラザスルフロン | フラザスルフロン | 0.54 | 408 | 430 | | | | 408 | | 182 | 181 | 227 | 139 | | | | 0.011 | 0.001 |
| ブリミスルフロンメチル | ブリミスルフロンメチル | 0.93 | | | -467 | | | 491 | | 264 | | 250 | | | | | 0.009 | 0.008 |
| フルアジホップ | フルアジホップ | 0.91 | 328 | 350 | | | | 328 | | 283 | 282 | 255 | 254 | | | | 0.027 | 0.023 |
| フルメツラム | フルメツラム | 0.44 | 326 | 129 | | | | 326 | | 129 | | 326 | 109 | | | | 0.008 | 0.005 |
| フルロキシビル | フルロキシビル | 0.48 | | | -253 | -195 | | | | | | | | | | | 0.421 | 0.116 |
| プロスルフロン | プロスルフロン | 0.84 | | | -418 | | | 420 | | 167 | | 141 | | | | | 0.009 | 0.006 |
| プロボキシカルバゾンNa塩 | プロボキシカルバゾンNa塩 | 0.55 | 399 | 416 | | | | 421 | 399 | 180 | 115 | 264 | 134 | | | | 0.047 | 0.007 |

シアゾファミド試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

シアゾファミド

2. 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ（HPLC-UV）

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC/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。

シアゾファミド標準品 本品はシアゾファミド99%以上を含み、融点は152～153℃である。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

穀類及び豆類の場合は、試料10.0 gに水20 mLを加え、2時間放置する。種実類及び茶の場合は、試料5.00 gに水20 mLを加え、2時間放置する。果実及び野菜の場合は、試料20.0 gを量り採る。その他のハーブの場合は、試料5.00 gを量り採る。

これにアセトニトリル100 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50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせて、40℃以下で約30 mLまで濃縮する。これに10%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、*n*-ヘキサン100 mL及び50 mLで2回振とう抽出する。抽出液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℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に*n*-ヘキサン5 mLを加えて溶かす。

2) 精製

① 合成ケイ酸マグネシウムカラムクロマトグラフィー

クロマトグラフ管（内径15 mm）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*-ヘキサンに懸濁させて充てんし、無水硫酸ナトリウム約5 gを積層する。このカラムに1)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（3：17）混液50 mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン5 mLを加えて溶かす。

② グラファイトカーボンカラムクロマトグラフィー

グラファイトカーボンミニカラム（500 mg）にアセトン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、アセトン5 mLを注入する。全溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にエーテル及び*n*-ヘキサン（3：17）混液5 mLを加えて溶かす。

③ シリカゲルカラムクロマトグラフィー

シリカゲルミニカラム（690 mg）にエーテル及び*n*-ヘキサン（3：17）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、さらに、エーテル及び*n*-ヘキサン（3：17）混液10 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（3：7）混液20 mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトニトリルに溶解し、種実類、茶及びその他のハーブの場合は正確に1 mL、穀類及び豆類の場合は正確に2 mL、果実及び野菜の場合は正確に4 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

シアゾファミド標準品の0.05～1 mg/Lアセトニトリル溶液を数点調製し、それぞれ20 μ LをHPLC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20 μ LをHPLCに注入し、5の検量線でシアゾファミドの含量を求める。

7. 確認試験

LC/MSにより確認する。

8. 測定条件

1) HPLC

検出器：UV（波長280 nm）

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径5 μ m）、内径4.6 mm、長さ250 mm

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル及び水（3：2）混液

保持時間の目安：12分

2) LC/MS

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径5 μ m）、内径2～2.1 mm、長さ150 mm

カラム温度：40℃

移動相：0.002 mol/L酢酸アンモニウム溶液及びメタノール混液（7：3）から（1：9）

までの濃度勾配を8分間で行い、（1：9）で6分間保持する。

イオン化モード：ESI

主なイオン（ m/z ）：正イオンモード325、負イオンモード216

注入量：1 μ L

保持時間の目安：14分

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

シアゾファミドを試料からアセトニトリルで抽出し、*n*-ヘキサンに転溶する。合成ケイ酸マグネシウムカラム、グラファイトカーボンミニカラム及びシリカゲルミニカラムにより精製し、HPLC-UVで測定し、LC/MSで確認する方法である。

2) 注意点

- ① 標準溶液及び試料溶液中のシアゾファミドは、室温で徐々に分解するため、冷蔵で保存する。
- ② HPLC測定時において試料由来の夾雑成分のピークが、シアゾファミドの溶出位置に認められた場合、HPLCのカラムを変更することにより、シアゾファミドを試料由来の夾雑成分のピークから分離することができる。通常用いているオクタデシルシリル化シリカゲルからトリアコンチルシリル化シリカゲル（C₃₀）あるいはフェニルシリル化シリカゲル（Ph）などの充てん剤を用いたカラムに変更することが有効である。
- ③ グラファイトカーボンミニカラムクロマトグラフィーは、夾雑物の少ない試料では、省略することもできる。
- ④ 精製が不十分な場合、アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム（360 mg）による追加精製が可能である。

酢酸及び *n*-ヘキサン (0.1 : 100) 混液10 mLで予備洗浄を行う。試料溶液を酢酸及び *n*-ヘキサン混液 (0.1 : 100) 10 mLで負荷し、流出液を捨てた後、エーテル、酢酸及び *n*-ヘキサン (10 : 0.1 : 90) 混液30 mL で溶出させる。

- ⑤ シアゾファミドはLC/MSでの測定において正イオン $m/z : 325[M+H]^+$ または負イオン $m/z : 216[M-SO_2N(CH_3)_2]^-$ で測定が可能であるが、後者の方が感度も良く、選択性に優れている。
- ⑥ HPLC分析において、試料由来の妨害成分の影響等で定量が困難な場合はLC/MSを用いて測定を行う。

1 1. 参考文献

平成13年環境省告示第31号「シアゾファミド試験法」

1 2. 類型

A

オキシテトラサイクリン試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

オキシテトラサイクリン

2. 装置

蛍光検出器付き高速液体クロマトグラフ（HPLC-FL）

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC/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。

メタノール 高速液体クロマトグラフ用に製造されたもの。

イミダゾール イミダゾール（特級）

イミダゾール緩衝液 イミダゾール 68.08 g、エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム 0.37 g 及び酢酸マグネシウム 10.72 g を水に溶かして 800 mL とする。これに酢酸を加えて pH7.2 に調整し、水を加えて 1,000 mL とする。

エチレンジアミン四酢酸含有クエン酸緩衝液 第1液：クエン酸 21.0 g を水に溶かして 1,000 mL とする。第2液：リン酸二ナトリウム 71.6 g を水に溶かして 1,000 mL とする。

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム 1.86 g に第1液 307 mL と第2液 193 mL を混和したものを加えて溶かす。

塩酸オキシテトラサイクリン標準品 本品 1.000 mg はオキシテトラサイクリン 0.850 mg 力価以上を含む。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 穀類、豆類及び種実類の場合

試料 10.0 g を量り採り、水 20 mL を加え、2時間放置する。これにエチレンジアミン四酢酸含有クエン酸緩衝液 50 mL を加え、3分間ホモジナイズした後、毎分 3,000 回転で 10 分間遠心分離を行い、水層を採る。残留物にエチレンジアミン四酢酸含有クエン酸緩衝液 20 mL を加え、1分間ホモジナイズした後、上記と同様に遠心分離を行い、水層を採り、先の水層に合わせ、吸引ろ過し、ろ液にエチレンジアミン四酢酸含有クエン酸緩衝液を加え、正確に 100 mL とする。

② 果実及び野菜の場合

試料 20.0 g を量り採り、エチレンジアミン四酢酸含有クエン酸緩衝液 50 mL を加え、3分間ホモジナイズした後、毎分 3,000 回転で 10 分間遠心分離を行い、水層を採る。残留物にエチレンジアミン四酢酸含有クエン酸緩衝液 20 mL を加え、1分間ホモジナイズした後、上記と同様に遠心分離を行い、水層を採り、先の水層に合わせ、吸引ろ過し、ろ液にエチレンジアミン四酢酸含有クエン酸緩衝液を加え、正確に 100 mL とする。

2) 精製

スチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラム (500 mg) に、メタノール 10 mL、水 10 mL、飽和エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液 5 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。また、カルボキシメチルシリル化シリカゲルミニカラム (250 mg) に、メタノール 10 mL、2% ギ酸溶液 10 mL、水 20 mL、メタノール 5 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。スチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラムに 1) で得られた溶液 20 mL を注入した後、流出液は捨てる。さらに、水 30 mL を注入し、流出液は捨てる。その後、スチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラムの下にカルボキシメチルシリル化シリカゲルミニカラムを接続し、メタノール 5 mL を注入し、流出液は捨てる。スチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラムを分離し、カルボキシメチルシリル化シリカゲルミニカラムにギ酸及びメタノール (1 : 1) 混液 5 mL を注入し、溶出液を窒素気流下で濃縮し溶媒を除去する。この残留物に 1.36% リン酸一カリウム溶液を加えて溶かし、1.0 mL としたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

オキシテトラサイクリン 10.0 mg (力価) に相当する標準品をメタノールに溶解して 10 mL としたものを標準原液とする。これを 1.36% リン酸一カリウムで希釈して、0.02~1 mg/L 溶液を数点調製し、それぞれ 10 μ L を HPLC 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 10 μ L を HPLC に注入し、5 の検量線でオキシテトラサイクリンの含量を求める。

7. 確認試験

LC/MS により確認する。

8. 測定条件

1) HPLC

検出器 : FL (励起波長 380 nm、蛍光波長 520 nm)

カラム : オクタデシルシリル化シリカゲル (粒径 5 μ m) 内径 4.6 mm、長さ 150~250 mm

カラム温度 : 30°C

移動相 : イミダゾール緩衝液及びメタノール (17 : 3) 混液

保持時間の目安 : 5 分

2) LC/MS

カラム : オクタデシルシリル化シリカゲル (粒径 3~5 μ m) 内径 2.0~4.6 mm、長さ 150~250 mm

カラム温度 : 40°C

移動相 : アセトニトリル、0.1% ギ酸溶液及び水 (4 : 15 : 1) 混液

イオン化モード：ESI (+)
主なイオン (m/z)：461、443
保持時間の目安：2.5 分

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

オキシテトラサイクリンを試料からエチレンジアミン四酢酸含有クエン酸緩衝液で抽出し、スチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラム及びカルボキシメチルシリル化シリカゲルミニカラムにより精製して、HPLC-FL で測定、LC/MS で確認する方法である。

2) 注意点

- ① 遠心分離は、4℃で行う。
- ② カラム溶出液の濃縮操作はドラフトなどの排気設備内で行う。
- ③ キウイーなど抽出液の粘性が高い試料については、セライトを 5 g ほど添加して抽出操作を行うことで、回収率を向上させることが出来る場合がある。
- ④ 妨害が見られる時は、カラム温度を 40℃にするなど、同じ移動相でもカラム温度を変えることで分離測定ができる。
- ⑤ 8 の 2) に示した測定条件では、低濃度時においてトータルイオンクロマトグラム上でピークが確認できない場合があるので、試験溶液をさらに濃縮して測定する等の方法で対応する。

11. 参考文献

- 1) 厚生労働省通知第 0124001 号「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」（オキシテトラサイクリン、クロルテトラサイクリン及びテトラサイクリン試験法）（平成 17 年 1 月 24 日）
- 2) Yoshida K., Uemori H., *Chromatography*, 26, 67-69 (2005)

12. 類型

C

ジヒドロストレプトマイシン及びストレプトマイシン試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

ジヒドロストレプトマイシン
ストレプトマイシン

2. 装置

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC/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。

クエン酸緩衝液（pH 3）クエン酸（一水和物）16.6 g とリン酸二ナトリウム（十二水和物）14.8 g を量り、水を加えて1,000 mL とする。

リン酸緩衝液（pH 7）リン酸一カリウム 2.713 g を量り、水を加えて1,000 mL とし、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液を加えてpH 7に調整する。

硫酸ジヒドロストレプトマイシン標準品 本品1.000 mgはジヒドロストレプトマイシン0.720 mg力価以上を含む。

硫酸ストレプトマイシン標準品 本品1.000 mgはストレプトマイシン0.718 mg力価以上を含む。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料20.0 g を量り採り、1%メタリン酸溶液100 mL及びジクロロメタン50 mLを加え、ホモジナイズした後、毎分3,000回転で遠心分離を行う。水層を採り、ジクロロメタン層及び残留物に1%メタリン酸溶液50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様に遠心分離を行う。よく振り混ぜた後、上記と同様に遠心分離を行う。得られた水層を先の水層に合わせ、これをろ過した後、1%メタリン酸溶液を加えて正確に200 mLとする。

2) 精製

① オクタデシルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（360 mg）にメタノール及び1%メタリン酸溶液各5 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに1)で得られた抽出溶液の20 mLを注入した後、1%メタリン酸溶液5 mLを注入する。全溶出液に1 mol/L水酸化ナトリウム溶液を加えてpH 7に調整する。

② カルボキシジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体カラムクロマトグラフィー

カルボキシジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（150 mg）にn-ヘキサン、メタノール及びリン酸緩衝液（pH 7）各5 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに①で得られた溶液を注入した後、さらにリン酸緩衝液（pH 7）及びメタノール各10 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。次いでクエン酸緩衝液（pH 3）10 mLを

注入する。この溶出液に0.1 mol/Lヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液 2 mLを加える。

③ オクタデシルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (360 mg) にメタノール 5 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで0.1 mol/Lヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液及び水 (1 : 5) 混液 6 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに②で得られた溶液を注入した後、水 10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いでメタノール 10 mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトニトリル及び0.005 mol/Lヘプタフルオロ酪酸溶液 (1 : 9) 混液に溶解し、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

ジヒドロストレプトマイシン10.0 mg (力価) に相当する硫酸ジヒドロストレプトマイシン標準品及びストレプトマイシン10.0 mg (力価) に相当する硫酸ストレプトマイシン標準品をそれぞれ水に溶解して100 mLとしたものを標準原液とする。これらをアセトニトリル及び0.005 mol/Lヘプタフルオロ酪酸溶液 (1 : 9) 混液で希釈し、0.02~0.4 mg/L混合溶液を数点調製し、それぞれ 5 μ LをLC/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 5 μ LをLC/MSに注入し、5 の検量線でジヒドロストレプトマイシン及びストレプトマイシンの含量を求め、両者の和を分析値とする。

7. 確認試験

LC/MSにより確認する。

8. 測定条件

LC/MS

カラム : オクタデシルシリル化シリカゲル (粒径 5 μ m) 、内径 2 mm、長さ 100 mm、

カラム温度 : 40℃

移動相 : アセトニトリル及び0.005 mol/Lヘプタフルオロ酪酸溶液 (1 : 9) 混液

イオン化モード : ESI (+)

主なイオン (m/z) : ジヒドロストレプトマイシン 584、263

ストレプトマイシン 582、263

保持時間の目安 : ジヒドロストレプトマイシン 18分

ストレプトマイシン 17分

9. 定量限界

各0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

ジヒドロストレプトマイシン及びストレプトマイシンを試料からメタリン酸で抽出すると同時にジクロロメタンで洗浄する。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム、カルボキシジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム及びオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムにより精製した後、LC/MSで測定及び確認する方法である。

2) 注意点

- ① カルボキシジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体カラムクロマトグラフィーでは試料溶液注入前に、*n*-ヘキサン、メタノール及びリン酸緩衝液（pH 7）各 5 mL をあらかじめ流下させ洗浄したものを使用するが、*n*-ヘキサンを流下させた後に十分吸引を行い、*n*-ヘキサンを除去した後にメタノールを流下させる。
- ② LC/MSにおいてフラグメントイオンである $m/z=263$ で測定する場合、機種によっては親イオン（ $m/z=582$ 、 584 ）に比べ低感度になることがある。その場合はフラグメンテーションを促進させるパラメータを変更する、注入量を増やす等の対応を行う。

1 1. 参考文献

厚生労働省通知第0124001号「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」（ジヒドロストレプトマイシン、ストレプトマイシン、スペクチノマイシン及びネオマイシン試験法）（平成17年1月24日）

1 2. 類型

C

メトコナゾール試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

メトコナゾール（シス体及びトランス体）

2. 装置

アルカリ熱イオン化検出器付きガスクロマトグラフ（GC-FTD）又は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ（GC-NPD）

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。

メトコナゾール（シス体）標準品 本品はメトコナゾール（シス体）98%以上を含み、融点は110～113℃である。

メトコナゾール（トランス体）標準品 本品はメトコナゾール（トランス体）98%以上を含み、融点は110～113℃である。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 穀類の場合

試料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、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、アセトン50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせて40℃以下で約30 mLまで濃縮する。これに10%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：1）混液100 mL及び50 mLで2回振とう抽出する。抽出液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、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。

この残留物に*n*-ヘキサン50 mLを加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル50 mLずつで3回振とう抽出する。抽出液を合わせ、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン5 mLを加えて溶かす。

② 果実の場合

果実（みかんの果皮を除く）の場合は、試料20.0 gを量り採る。みかんの果皮の場合は、試料10.0 gを量り採る。

これにアセトン100 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、アセトン50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせて40℃以下で約30 mLまで濃縮する。これに10%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：1）混液100 mL及び50 mLで2回振とう抽出する。抽出液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、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン5 mLを加えて溶かす。

2) 精製

① グラファイトカーボンカラムクロマトグラフィー

グラファイトカーボンミニカラム (500 mg) にアセトン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、さらにアセトン15 mLを注入する。全溶出液を40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 9) 混液 5 mLを加えて溶かす。

② アミノプロピルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (360 mg) に酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 9) 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、流出液は捨てる。さらに、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 9) 混液10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 1) 混液15 mLを注入し、溶出液を40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトンに溶解し、正確に 2 mL (穀類の場合は 1 mL、みかんの果皮の場合は10 mL) としたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

メトコナゾール (シス体) 標準品及びメトコナゾール (トランス体) 標準品の各0.05 ~1.0 mg/Lアセトンの混合標準溶液を数点調製し、それぞれ 2 μ LをGC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に注入し、5 の検量線でメトコナゾール (シス体) 及びメトコナゾール (トランス体) の含量を求め、メトコナゾール (シス体) 及びメトコナゾール (トランス体) の和としてメトコナゾールの含量を求める。

7. 確認試験

GC/MSにより確認する。

8. 測定条件

1) GC

検出器 : FTD又はNPD

カラム : メチルシリコン、内径 0.53 mm、長さ 30m、膜厚 1 μ m

カラム温度 : 150°C (1分) - 10°C/分 - 280°C (1分)

注入口温度 : 280°C

検出器温度 : 320°C

キャリアーガス : ヘリウム

保持時間の目安 : メトコナゾール (シス体) 11.4分、メトコナゾール (トランス体)

11.7分

2) 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：150°C (1分) - 10°C/分 - 300°C (1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 (70eV)

主なイオン (m/z)：319、250、125 (シス体及びトランス体とも共通)

注入量：1 μ L

保持時間の目安：メトコナゾール (シス体) 13.5分、メトコナゾール (トランス体) 13.8分

9. 定量限界

メトコナゾール (シス体) 及びメトコナゾール (トランス体) の総和として0.01 mg/kg (みかんの果皮の場合は、0.1 mg/kg)

10. 留意事項

1) 試験法の概要

メトコナゾール (シス体) 及びメトコナゾール (トランス体) を試料からアセトンで抽出し、酢酸エチル及び n -ヘキサン混液に転溶する。果実はそのまま、穀類はアセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂した後、グラファイトカーボンミニカラム及びアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラムで精製した後、GC (FTD又はNPD) で測定し、GC/MSで確認する方法である。

2) 注意点

- ① 液々分配においてエマルジョン等により分配が不良となる場合は、多孔性ケイソウ土カラム (試料20 mL用) を利用する方法に変更するとよい。操作概要：試料抽出液を約20 mLまで濃縮し、カラムに負荷した後、 n -ヘキサン120 mLで溶出する。
- ② 精製が不十分な場合は、フロリジルミニカラム (910 mg) による精製を追加するとよい。操作概要：残留物をアセトン及び n -ヘキサン (1 : 9) 混液 5 mLに溶解し、カラムに負荷した後、アセトン及び n -ヘキサン (1 : 9) 混液10 mLで洗浄、アセトン及び n -ヘキサン (3 : 7) 混液15 mLで溶出する。

11. 参考文献

なし

12. 類型

C