

## 別添方法 6 固相抽出－誘導体化－ガスクロマトグラフ－質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする農薬は、ベンタゾン、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸(2,4-D)、トリクロピル及びメコプロップ(MCPP)である。

### 1 試薬

- (1) アスコルビン酸ナトリウム
- (2) 塩酸(1+10)
- (3) 水酸化ナトリウム溶液(20w/v%)
- (4) メチル-*t*-ブチルエーテル  
測定対象成分を含まないもの
- (5) ジクロロメタン  
測定対象成分を含まないもの
- (6) アセトン  
測定対象成分を含まないもの
- (7) メチルアルコール  
測定対象成分を含まないもの
- (8) ジアゾメタン溶液  
検査方法告示の別表第17の1(5)の例による。
- (9) 内部標準原液  
別添方法5の1(5)の例による。
- (10) 内部標準液  
別添方法5の1(6)の例による。  
この溶液1mlは、9-ブロモアントラセン、アントラセン-d<sub>10</sub>、クリセン-d<sub>12</sub>をそれぞれ0.001mg含む。
- (11) 農薬標準原液  
ベンタゾン、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸(2,4-D)、トリクロピル及びメコプロップ(MCPP)のそれぞれ100mgを別々のメスフラスコに採り、それぞれをアセトンに溶かして100mlとしたもの  
これらの溶液1mlは、それぞれの農薬を1mg含む。  
これらの溶液は、冷凍保存する。
- (12) 農薬混合標準液  
それぞれの農薬標準原液の等量ずつをメスフラスコに採り、ジクロロメタンで100倍に薄めたもの  
この溶液1mlは、それぞれの農薬を0.01mg含む。  
この溶液は、使用の都度調製する。

### 2 器具及び装置

- (1) 固相カラム  
別添方法5の2(1)の例による。

(2) ガスクロマトグラフー質量分析計

ア 試料導入部

別添方法5の2(2)アの例による。

イ 分離カラム

別添方法5の2(2)イの例による。

ウ 分離カラムの温度

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、50℃を1分間保持し、毎分10℃の速度で上昇させて120℃とし、続いて25℃の速度で上昇させ、300℃に5分間保持できるもの

エ 検出器

検査方法告示の別表第14の2(4)ウの例による。

オ イオン化電圧

検査方法告示の別表第14の2(4)エの例による。

カ キャリアーガス

検査方法告示の別表第14の2(4)オの例による。

**3 試料の採取及び保存**

別添方法5の3の例による。

**4 試験操作**

(1) 前処理

固相カラムにジクロロメタン5ml、メチルアルコール5ml及び精製水5mlを順次注入する。次に、検水500ml(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.001mg/Lを超える場合には、0.00002~0.001mg/Lとなるように精製水を加えて500mlに調製したものを塩酸(1+10)でpH値を3.5に調整し、毎分10~20mlで流した後、30分間以上空気又は窒素ガスを通気して固相カラムを乾燥させる。次いで、固相カラムの上端からジクロロメタン3mlを緩やかに流し、試験管に採る。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて0.5ml以下に濃縮し、これにジアゾメタン溶液0.5mlを加え、10分間静置する。静置後、窒素ガスを緩やかに吹き付けて0.5ml以下に濃縮し、これに内部標準液0.5mlを加え、更にジクロロメタンを加えて1mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量をガスクロマトグラフー質量分析計に注入し、表1に示すそれぞれの農薬と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記(3)で求めた空試験のピーク高さ又はピーク面積の比を差し引いた後、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

(3) 空試験

精製水500mlを採り、以下上記(1)及び(2)と同様に操作してピーク高さ又はピーク面積の比を求める。

表1 フラグメントイオン

農 薬 名		フラグメントイオン(m/z) (イオン強度順)
17	ベンタゾン	212、254、105
19	2,4-ジクロロフェノキシ酢酸(2,4-D)	199、234、175
20	トリクロピル	210、212、271
45	メコプロップ(MCPP)	169、228、143
—	9-ブロモアントラセン ※	256、258、176
—	アントラセン-d <sub>10</sub> ※	188、160、189
—	クリセン-d <sub>12</sub> ※	240、236、241

※印は内部標準物質である。

## 5 検量線の作成

農薬混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれにジクロロメタンを加えて100mlとする。それぞれの溶液0.5mlを試験管に採り、ジアゾメタン溶液0.5mlを加え、10分間静置した後、窒素ガスを緩やかに吹き付けて0.5ml以下に濃縮し、内部標準液0.5mlを加え、更にジクロロメタンを加えて1mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの農薬と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、それぞれの農薬の濃度との関係を求める。

# 別添方法 7 パージ・トラップーガスクロマトグラフ 質量分析法

ここで対象とする農薬は、1,3-ジクロロプロペン(D-D)である。ただし、1,3-ジクロロプロペン(D-D)には、シス及びトランスの異性体があるのでそれぞれ測定する。

## 1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(3) 塩酸(1+10)

(4) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(5) 内部標準原液

検査方法告示の別表第14の1(4)の例による。

(6) 内部標準液

検査方法告示の別表第14の1(5)の例による。

この溶液1mlは、フルオロベンゼン又は4-ブロモフルオロベンゼンをA液では0.125mg、B液では0.0125mg含む。

(7) 農薬標準原液

シス-1,3-ジクロロプロペン及びトランス-1,3-ジクロロプロペンのそれぞれ500mgについて、少量のメチルアルコールを入れた別々のメスフラスコに採り、それぞれにメチルアルコールを加えて10mlとしたもの

これらの溶液1mlは、シス-1,3-ジクロロプロペン及びトランス-1,3-ジクロロプロペンをそれぞれ50mg含む。

これらの溶液は、調製後直ちに液体窒素等で冷却しながら1~2mlのアンフルに小分けし、封入して冷凍保存する。

(8) 農薬混合標準液

シス-1,3-ジクロロプロペン及びトランス-1,3-ジクロロプロペンのそれぞれの農薬標準原液1mlずつをメチルアルコール10mlを入れたメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて100mlとしたもの

この溶液1mlは、シス-1,3-ジクロロプロペン及びトランス-1,3-ジクロロプロペンをそれぞれ0.5mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

## 2 器具及び装置

検査方法告示の別表第14の2(1)~(4)の例による。

## 3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第14の3の例による。

## 4 試験操作

検水(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.01mg/Lを超える場合には、0.0001～0.01mg/Lとなるように精製水を加えて調製したもの)をパージ容器に採り、内部標準液Bを検水5mlに対して2 $\mu$ lの割合で注入する。次いで、パージ・トラップ装置及びガスクロマトグラフー質量分析計を操作し、表1に示すそれぞれの農薬と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記5により作成した検量線から検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

ただし、シス-1,3-ジクロロプロペン及びトランス-1,3-ジクロロプロペンのそれぞれの濃度を合計して1,3-ジクロロプロペン(D-D)としての濃度を算定する。

表1 フラグメントイオン

農 薬 名	フラグメントイオン(m/z) (イオン強度順)
シス-1,3-ジクロロプロペン	75、77、49
トランス-1,3-ジクロロプロペン	75、77、49
フルオロベンゼン ※	96、70
4-ブロモフルオロベンゼン ※	95、174、176

※印は内部標準物質である。

## 5 検量線の作成

農薬混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに内部標準液Aを1ml加え、更にメチルアルコールを加えて10mlとする。精製水を上記4と同様に採り、これに段階的に調製した溶液を精製水5mlに対して2 $\mu$ lの割合で注入する。以下上記4と同様に操作して、それぞれの農薬と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、それぞれの農薬の濃度との関係を求める。

## 別添方法 8 ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析法

ここで対象とする農薬は、1,3-ジクロロプロペン(D-D)である。ただし、1,3-ジクロロプロペン(D-D)には、シス及びトランスの異性体があるのでそれぞれ測定する。

### 1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) 精製水

別添方法 7 の 1 (2) の例による。

(3) 塩酸(1+10)

(4) 塩化ナトリウム

測定対象成分を含まないもの

(5) メチルアルコール

別添方法 7 の 1 (4) の例による。

(6) 内部標準原液

検査方法告示の別表第15の1(5)の例による。

(7) 内部標準液

検査方法告示の別表第15の1(6)の例による。

この溶液1mlは、フルオロベンゼン又は4-ブロモフルオロベンゼンをA液では0.125mg、B液では0.0125mg含む。

(8) 農薬標準原液

別添方法 7 の 1 (7) の例による。

(9) 農薬混合標準液

別添方法 7 の 1 (8) の例による。

この溶液1mlは、シス-1,3-ジクロロプロペン及びトランス-1,3-ジクロロプロペンをそれぞれ0.5mg含む。

### 2 器具及び装置

検査方法告示の別表第15の2(1)～(9)の例による。

### 3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第14の3の例による。

### 4 試験操作

(1) 前処理

バイアルに塩化ナトリウムを検水量10mlに対して3gを入れた後、検水(検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.01mg/Lを超える場合には、0.0001～0.01mg/Lとなるように精製水を加えて調製したもの)をバイアル容量に対して0.70～0.85となるように採り、内部標準液Bを検水10mlに対して2 $\mu$ lの割合で注入する。直ちにポリテトラフルオロエチレンシート、セプタム、アルミキャップをのせ、アルミキャップ締め器で固定する。次いで、バイアルを振り混ぜた後、恒温槽で30分以上静置し、これ

を試験溶液とする。

## (2) 分 析

上記(1)で得られた試験溶液の気相の一定量をガスクロマトグラフ質量分析計に注入し、別添方法7の表1に示すそれぞれの農薬と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

ただし、シス-1,3-ジクロロプロペン及びトランス-1,3-ジクロロプロペンのそれぞれの濃度を合計して1,3-ジクロロプロペン(D-D)としての濃度を算定する。

## 5 検量線の作成

農薬混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに内部標準液Aを1ml加え、更にメチルアルコールを加えて10mlとする。精製水を上記4(1)と同様に採り、これに段階的に調製した溶液を精製水10mlに対して2 $\mu$ lの割合で注入する。以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して、それぞれの農薬と内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、それぞれの農薬の濃度との関係を求める。

## 別添方法 9 固相抽出—高速液体クロマトグラフによる一斉分析法

ここで対象とする農薬は、イプロジオン、アシュラム、チオファネートメチル及びシデュロンである。

### 1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(3) リン酸緩衝液(0.05mol/L)

リン酸二水素カリウム6.8gを精製水1Lで溶かし、リン酸でpH値を3.0に調整したもの

(4) EDTA溶液

エチレンジアミン四酢酸2ナトリウム(2水塩)10gを精製水に溶かして100mlとしたもの

(5) 硝酸(1+10)

(6) 塩酸

(7) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(8) 農薬標準原液

イプロジオン100mg、アシュラム100mg及びシデュロン200mgをそれぞれ別々のメスフラスコに採り、それぞれをアセトニトリルに溶かして100mlとしたもの

これらの溶液1mlは、イプロジオン及びアシュラムをそれぞれ1mg、シデュロンを2mg含む。

これらの溶液は、冷凍保存する。

(9) チオファネートメチル標準原液

チオファネートメチル20mgをメスフラスコに採り、アセトニトリルに溶かして10mlとしたもの

この溶液1mlは、チオファネートメチル2mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(10) 農薬混合標準液

イプロジオン、アシュラム、シデュロン及びチオファネートメチルのそれぞれの標準原液5mlずつをメスフラスコに採り、アセトニトリルを加えて100mlとしたもの

この溶液1mlは、イプロジオン及びアシュラムをそれぞれ0.05mg、シデュロン及びチオファネートメチルをそれぞれ0.1mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

### 2 器具及び装置

(1) 固相カラム

スチレンジビニルベンゼン共重合体を充填したもの又はこれと同等以上の性能を有

するもの

## (2) 高速液体クロマトグラフ

### ア 分離カラム

内径3～6mm、長さ15～25cmのステンレス管にポリマー系ゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

### イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、アセトニトリルとリン酸緩衝液(0.05mol/L)を体積比で55:45の割合で混合したもの

### ウ 検出器

紫外吸収検出器を使用する場合は、アシュラムが溶出するまでは270nmで、その後は230nmで測定し、フォトダイオードアレイ検出器を使用する場合は200～400nmの範囲で測定する。

## 3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

## 4 試験操作

### (1) 前処理

固相カラムにアセトニトリル5ml及び精製水5mlを順次注入する。次に、検水500ml(検水に含まれるイプロジオン及びアシュラムの濃度が0.05mg/Lを超える場合には、0.0005～0.05mg/Lとなるように、またチオフアネートメチル及びシデュロンの濃度が0.1mg/Lを超える場合には、0.002～0.1mg/Lとなるように精製水を加えて500mlに調製したもの)にEDTA溶液10mlを加え、硝酸(1+10)でpH値を3.5に調整した後、毎分10～20mlの流量で固相カラムに流す。次に、固相カラムを精製水10mlで洗浄した後、1分間の通気又は遠心分離等によって固相カラムを乾燥させる。次いで、固相カラムの上端からアセトニトリル3mlを緩やかに流して試験管に採る。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて1ml以下にした後、アセトニトリルを加えて1mlとし、これを試験溶液とする。

### (2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を高速液体クロマトグラフに注入し、紫外吸収検出器又はフォトダイオードアレイ検出器で測定し、それぞれの農薬の保持時間に相当するピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

## 5 検量線の作成

農薬混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれにアセトニトリルを加えて10mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの農薬の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

## 別添方法10 固相抽出—高速液体クロマトグラフ法

ここで対象とする農薬は、カルバリル(NAC)である。

### 1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(3) カルバリル標準原液

カルバリル(NAC)10mgをメスフラスコに採り、アセトニトリルに溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、カルバリル(NAC)0.1mgを含む。

この溶液は、冷凍保存する。

(4) カルバリル標準液

カルバリル標準原液をアセトニトリルで10倍に薄めたもの

この溶液1mlは、カルバリル(NAC)0.01mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

### 2 器具及び装置

(1) 固相カラム

オクタデシルシランを化学結合したシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の性能を有するもの

(2) 高速液体クロマトグラフ

ア 分離カラム

内径3~5mm、長さ15~25cmのステンレス管にオクタデシルシリル基を化学結合したシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、アセトニトリルと精製水を体積比で30:70の割合で混合したもの

ウ 検出器

蛍光検出器で、励起波長を279nm、測定波長を307nmに設定したもの

### 3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

### 4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにアセトニトリル10ml及び精製水20mlを順次注入する。次に、検水500ml(検水に含まれるカルバリル(NAC)の濃度が0.01mg/Lを超える場合には、0.0005~0.01mg/Lとなるように精製水を加えて500mlに調製したもの)を毎分10~20mlの流量で固相カラムに流した後、15分間の通気又は遠心分離等によって固相カラムを乾燥させる。次いで、固相カラムの上端からアセトニトリル3mlを緩やかに流して試験管に採る。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて1ml以下にした後、アセトニト

リルを加えて1mlとし、これを試験溶液とする。

(2) 分 析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を高速液体クロマトグラフに注入し、蛍光検出器で測定し、カルバリルの保持時間に相当するピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のカルバリルの濃度を求め、検水中のカルバリルの濃度を算定する。

**5 検量線の作成**

カルバリル標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれにアセトニトリルを加えて10mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、カルバリルの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

# 別添方法11 固相抽出—高速液体クロマトグラフ法

ここで対象とする農薬は、ジクワットである。

## 1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(3) 水酸化ナトリウム溶液(1mol/L)

(4) 塩酸(0.1mol/L)

(5) 溶離液

リン酸13.5ml、1-ペンタンスルホン酸ナトリウム3.0g及びジエチルアミン10mlを精製水に溶かして1Lとしたもの

(6) ジクワット標準原液

ジクワット100mgをメスフラスコに採り、溶離液に溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、ジクワット1mgを含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(7) ジクワット標準液

ジクワット標準原液を溶離液で50倍に薄めたもの

この溶液1mlは、ジクワット0.02mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

## 2 器具及び装置

(1) 器具及び容器

ポリテトラフルオロエチレン製のもの

(2) 固相カラム

オクタデシル基を化学結合したシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の性能を有するもの

(3) 高速液体クロマトグラフ

ア 分離カラム

別添方法10の2(2)アの例による。

イ 移動相

上記1(5)を使用する。

ウ 検出器

紫外吸収検出器で、測定波長を313nmに設定したもの

## 3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。ただし、ガラス瓶の代わりにポリテトラフルオロエチレン製の容器を使用する。

## 4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにメチルアルコール5ml及び精製水20mlを順次注入する。次に、検水500

ml(検水に含まれるジクワットの濃度が0.04mg/Lを超える場合には、0.001~0.04mg/Lとなるように精製水を加えて500mlに調製したもの)を水酸化ナトリウム溶液(1mol/L)でpH値を10.5に調整した後、固相カラムの上端にポリテトラフルオロエチレン管を接続し、吸引により毎分5ml程度の流量で固相カラムに流す。次いで、固相カラムの上端から塩酸(0.1mol/L)4.5mlを毎分2.5mlの流量で流して試験管に採る。試験管の溶出液に塩酸(0.1mol/L)を加えて5mlとし、これを試験溶液とする。

## (2) 分 析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を高速液体クロマトグラフに注入し、紫外部吸収検出器で測定し、ジクワットの保持時間に相当するピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のジクワットの濃度を求め、検水中のジクワットの濃度を算定する。

## 5 検量線の作成

ジクワット標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに塩酸(0.1mol/L)を加えて100mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、ジクワットの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

## 別添方法12 誘導体化－高速液体クロマトグラフ法

ここで対象とする農薬は、グリホサートである。なお、グリホサートの代謝物であるアミノメチルリン酸(AMPA)も測定するものとする。

### 1 試 薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) リン酸二水素カリウム緩衝液(0.05mol/L)

リン酸二水素カリウム6.8gを精製水1Lで溶かし、リン酸でpH値を2.5に調整したものの

(3) 水酸化ナトリウム溶液(10w/v%)

(4) ホウ酸緩衝液

ホウ酸12.36gをビーカーに採り、精製水約140mlを加え、水酸化ナトリウム溶液(10w/v%)でpH値を9.5に調整し、更に精製水を加えて200mlとしたもの

(5) FMOC 溶液

クロロギ酸9-フルオレニルメチル0.1gをアセトンに溶かして100mlとしたもの

(6) 酢酸エチル

測定対象成分を含まないもの

(7) 農薬標準原液

グリホサート及びアミノメチルリン酸(AMPA)のそれぞれ10mgを別々のメスフラスコに採り、精製水に溶かして100mlとしたもの

これらの溶液1mlは、グリホサート及びアミノメチルリン酸(AMPA)をそれぞれ0.1mg含む。

これらの溶液は、冷蔵保存する。

(8) 農薬混合標準液

グリホサート及びアミノメチルリン酸(AMPA)のそれぞれの農薬標準原液1mlずつをメスフラスコに採り、精製水を加えて100mlとし、更にこの溶液を精製水で10倍に薄めたもの

この溶液1mlは、グリホサート及びアミノメチルリン酸(AMPA)をそれぞれ0.0001mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

### 2 器具及び装置

(1) 共栓付き試験管

容量20mlのもの

(2) 高速液体クロマトグラフ

ア 分離カラム

別添方法10の2(2)アの例による。

イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、リン酸二水素カリウム緩衝液(0.05mol/L)とアセトニトリルを体積比で5

0:50の割合に混合したもの

#### ウ 検出器

蛍光検出器であって、励起波長を255nm及び測定波長を300nmに設定したもの、又は励起波長を270nm及び測定波長を315nmに設定したもの

### 3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

### 4 試験操作

#### (1) 前処理

検水10ml(検水に含まれるグリホサート及びアミノメチルリン酸(AMPA)の濃度が0.2mg/Lを超える場合には、0.0005~0.2mg/Lとなるように精製水を加えて10mlに調製したもの)を共栓付き試験管に採り、ホウ酸緩衝液0.5ml及びFMOC溶液2.6mlを加えて5分間振盪し、30分間静置する。次いで、酢酸エチル5mlを加え、5分間振盪後、水層を分離し、水層を試験溶液とする。

#### (2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を高速液体クロマトグラフに注入し、蛍光検出器で測定し、それぞれの農薬の保持時間に相当するピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

ただし、アミノメチルリン酸(AMPA)の濃度をグリホサートに換算し、グリホサートの濃度と合計してグリホサートとしての濃度を算定する。

### 5 検量線の作成

農薬混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて100mlとする。以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して、グリホサート及びアミノメチルリン酸(AMPA)のそれぞれの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

## 別添方法13 誘導体化－高速液体クロマトグラフ法

ここで対象とする農薬は、ポリカーバメートである。

### 1 試薬

- (1) アスコルビン酸ナトリウム
- (2) アセトニトリル  
測定対象成分を含まないもの
- (3) アセトン  
測定対象成分を含まないもの
- (4) エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム  
エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム(2水塩)で測定対象成分を含まないもの
- (5) L-システイン塩酸塩  
L-システイン塩酸塩(1水塩)で測定対象成分を含まないもの
- (6) 水酸化ナトリウム溶液(12mol/L)
- (7) 硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液(0.4mol/L)  
測定対象成分を含まないもの
- (8) 塩酸(2mol/L)
- (9) ヨウ化メチル含有ジクロロメタン溶液(0.05mol/L)  
ヨウ化メチル0.229mlをジクロロメタンに溶かして100mlとしたもの  
測定対象成分を含まないもの
- (10) ヨウ化メチル含有ジクロロメタン及びヘキサン混液  
ヨウ化メチル含有ジクロロメタン溶液(0.05mol/L)とヘキサンを体積比で3:1の割合に混合したもの  
測定対象成分を含まないもの
- (11) ポリエチレングリコールアセトン溶液(1v/v%)  
ポリエチレングリコール400(平均分子量400)1mlをアセトンに溶かして100mlとしたもの  
測定対象成分を含まないもの
- (12) アセトニトリル溶液  
アセトニトリルと精製水を体積比で30:70の割合に混合したもの
- (13) ジメチルスルホキシド  
測定対象成分を含まないもの
- (14) ポリカーバメート標準原液  
ポリカーバメート100mgをメスフラスコに採り、ジメチルスルホキシドに溶かして100mlとしたもの  
この溶液1mlは、ポリカーバメート1mgを含む。  
この溶液は、冷凍保存する。
- (15) ポリカーバメート標準液  
ポリカーバメート標準原液をジメチルスルホキシドで100倍に薄めたものを更に精

製水で5倍に薄めたもの

この溶液1mlは、ポリカーバメート0.002mgを含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

## 2 器具及び装置

(1) 振盪機

(2) 減圧濃縮器

すり合わせのもの

(3) C18シリカゲルミニカラム

内径15mm、長さ65mmのカラムにカラムクロマトグラフ用C18シリカゲル360mgを充填したもの又はこれと同等以上の性能を有するもの

(4) アルミナミニカラム

内径10mm、長さ25mmのカラムにカラムクロマトグラフ用中性アルミナ1710mgを充填したもの又はこれと同等以上の性能を有するもの

(5) 高速液体クロマトグラフ

ア 分離カラム

内径2～6mm、長さ15～30cmのステンレス管にオクタデシルシランを化学結合したシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、アセトニトリルと精製水を体積比で30：70の割合で混合したもの

ウ 検出器

紫外分光光度検出器であって、270nmに設定したもの

## 3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

## 4 試験操作

(1) 前処理

検水200ml(検水に含まれるポリカーバメートの濃度が0.05mg/Lを超える場合には、0.002～0.05mg/Lとなるように精製水を加えて200mlに調製したもの)を採り、エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム15g及びL-システイン塩酸塩21.75gを加えた後、水酸化ナトリウム溶液(12mol/L)を加えてpH値を9.6～10に調整する。60分間静置後、硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液(0.4mol/L)5mlを加えた後、塩酸(2mol/L)を加えてpH値を7.5～7.8に調整する。ヨウ化メチル含有ジクロロメタン及びヘキサン混液70mlを加え、振盪機を用いて5分間激しく振り混ぜ、静置後、有機溶媒層を分取する。水層には、新たにヨウ化メチル含有ジクロロメタン及びヘキサン混液70mlを加え、同様に振盪機を用いて5分間激しく振り混ぜ、静置後、有機溶媒層を先の有機溶媒層に合わせる。有機溶媒溶液に無水硫酸ナトリウム20gを加え、30分間静置後、ろ過する。ろ液にL-システイン塩酸塩0.15g及びポリエチレングリコールアセトン溶液(1v/v%)0.5mlを加え、減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。乾固直前の残留物に精製

水5mlを加えて溶かした後、あらかじめアセトニトリル5ml及び精製水5mlで順次洗浄を行ったC18シリカゲルミニカラムに流し、続いて精製水5mlを流し、流出してくる溶液は捨てる。次いで、アセトニトリル5mlを流し、溶出液を採る。次に、あらかじめアセトニトリル5mlで洗浄を行ったアルミナミニカラムにアセトニトリル溶出液を流し、続いてアセトニトリル30mlを流し、溶出液を採る。この溶液にL-システイン塩酸塩0.15g及びポリエチレングリコールアセトン溶液(1v/v%)0.5mlを加え、減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。乾固直前の残留物をアセトニトリル溶液で溶かして2mlとし、これを試験溶液とする。

## (2) 分 析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を高速液体クロマトグラフに注入し、ポリカーバメートから誘導されるジメチルジチオカルバミンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のポリカーバメートの濃度を求め、検水中のポリカーバメートの濃度を算定する。

## 5 検量線の作成

ポリカーバメート標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて200mlとする。以下上記4(1)及び(2)と同様に操作して、ポリカーバメートから誘導されるジメチルジチオカルバミンの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

## 別添方法14 高速液体クロマトグラフィーポストカラムによる一斉分析法

ここで対象とする農薬は、カルボフラン(カルボスルファン代謝物)、カルバリル(NAC)及びメソミルである。

### 1 試薬

- (1) アスコルビン酸ナトリウム
- (2) 水酸化ナトリウム溶液(0.05mol/L)
- (3) 四ホウ酸ナトリウム溶液(0.05mol/L)
- (4) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

- (5) 2-メルカプトエチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

- (6) *o*-フタルアルデヒド溶液

*o*-フタルアルデヒド0.2gをメチルアルコール2.5mlに溶かし、四ホウ酸ナトリウム溶液(0.05mol/L)で250mlとし、超音波処理等で脱気した後、2-メルカプトエチルアルコール0.5mlを加えたもの

この溶液は、使用の都度調製する。

- (7) 農薬標準原液

カルボフラン(カルボスルファン代謝物)、カルバリル(NAC)及びメソミルのそれぞれ10mgを別々のメスフラスコに採り、メチルアルコールに溶かして100mlとしたもの  
これらの溶液1mlは、それぞれの農薬を0.1mg含む。

これらの溶液は、冷凍保存する。

- (8) 農薬混合標準液

カルボフラン(カルボスルファン代謝物)、カルバリル(NAC)及びメソミルの農薬標準原液1mlずつをメスフラスコに採り、メチルアルコールを加えて100mlとし、更にこの溶液をメチルアルコールで10倍に薄めたもの

この溶液1mlは、それぞれの農薬を0.0001mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

### 2 器具及び装置

- (1) 高速液体クロマトグラフィーポストカラム装置

機器構成及び流路の例を図1に示す。

#### ア 分離カラム

別添方法10の2(2)アの例による。

#### イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、2-プロピルアルコールと精製水を体積比で8:92の割合で混合したもの

#### ウ 反応部

分離カラムで分離された液と二つの反応試薬が別々に混合できるもので、反応温

度等が対象物質の最適反応条件に設定できるもの

例えば、水酸化ナトリウム溶液(0.05mol/L)を毎分0.5~0.7mlの流量で注入して80~100℃で反応させた後、*o*-フタルアルデヒド溶液を毎分0.5~0.7mlの流量で注入して反応させることができるもの

#### エ 検出器

蛍光検出器で、励起波長を339nm、測定波長を455nmに設定したもの

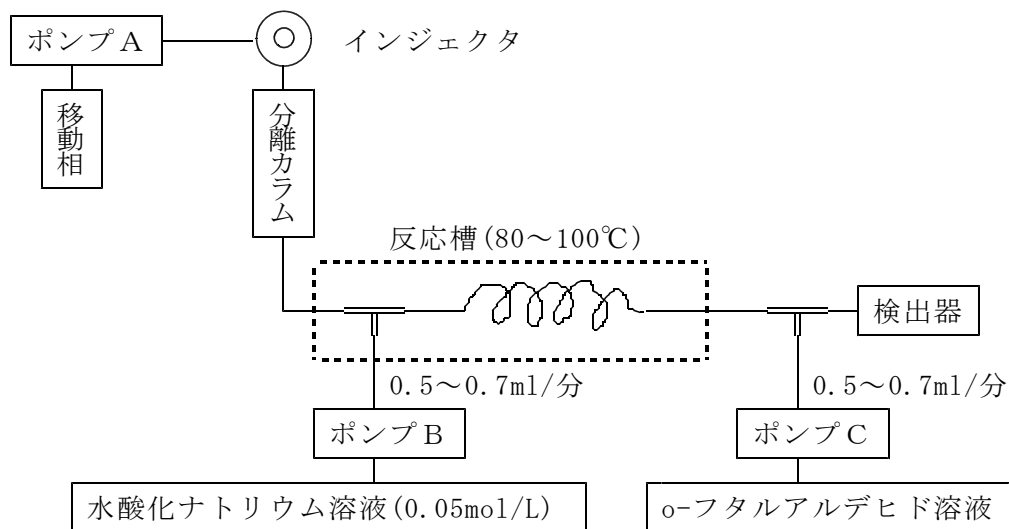


図1 高速液体クロマトグラフーポストカラム装置の例

### 3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

### 4 試験操作

検水0.5ml(検水に含まれるカルボフラン(カルボスルファン代謝物)、カルバリル(NAC)及びメソミルの濃度が0.005mg/Lを超える場合には、0.0001~0.005mg/Lとなるように精製水を加えて0.5mlに調製したもの)を高速液体クロマトグラフに注入し、それぞれの農薬のピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

### 5 検量線の作成

農薬混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて100mlとする。以下上記4と同様に操作して、それぞれの農薬の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

## 別添方法15 高速液体クロマトグラフィーポストカラム法

ここで対象とする農薬は、グリホサートである。なお、グリホサートの代謝物であるアミノメチルリン酸(AMPA)も測定するものとする。

### 1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) 次亜塩素酸ナトリウム溶液

水酸化ナトリウム0.4gをビーカーに採り、精製水約800mlを加えた後、リン酸二水素カリウム1.4g、塩化ナトリウム11.6g及び次亜塩素酸ナトリウム液(5%)0.2mlを加え、更に精製水で1Lとし、超音波処理等で十分に脱気したもの

(3) 四ホウ酸ナトリウム溶液(0.05mol/L)

(4) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(5) 2-メルカプトエチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(6) *o*-フタルアルデヒド溶液

別添方法14の1(6)の例による。

(7) 農薬標準原液

別添方法12の1(7)の例による。

(8) 農薬混合標準液

別添方法12の1(8)の例による。

この溶液1mlは、グリホサート及びアミノメチルリン酸(AMPA)をそれぞれ0.0001mg含む。

### 2 器具及び装置

(1) 高速液体クロマトグラフィーポストカラム装置

機器構成及び流路の例を別添方法14の図1に示す。

ア 分離カラム

内径3~10mm、長さ15~25cmのステンレス管に陰イオン交換基を被覆したポリマー系充填剤を充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、リン酸を精製水で薄めて0.05v/v%溶液にしたもの

ウ 反応部

分離カラムで分離された液と二つの反応試薬が別々に混合できるもので、反応温度等が対象物質の最適反応条件に設定できるもの

例えば、次亜塩素酸ナトリウム溶液を毎分0.4ml程度の流量で注入して30~40℃で反応させた後、*o*-フタルアルデヒド溶液を毎分0.5ml程度の流量で注入して反応させることができるもの

エ 検出器

蛍光検出器で、励起波長を339nm、測定波長を455nmに設定したもの

### 3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

### 4 試験操作

検水0.2ml(検水に含まれるグリホサート及びアミノメチルリン酸(AMPA)の濃度が0.04mg/Lを超える場合には、0.002~0.04mg/Lとなるように精製水を加えて0.2mlに調製したもの)を高速液体クロマトグラフに注入し、それぞれの農薬のピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

ただし、アミノメチルリン酸(AMPA)の濃度をグリホサートに換算し、グリホサートの濃度と合計してグリホサートとしての濃度を算定する。

### 5 検量線の作成

農薬混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて100mlとする。以下上記4と同様に操作して、グリホサート及びアミノメチルリン酸(AMPA)のそれぞれの濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

# 別添方法16 固相抽出—高速液体クロマトグラフィーポスト カラム法

ここで対象とする農薬は、イミノクタジン酢酸塩である。

## 1 試薬

- (1) アスコルビン酸ナトリウム
- (2) 酢酸  
測定対象成分を含まないもの
- (3) メチルアルコール  
測定対象成分を含まないもの
- (4) アンモニア・メチルアルコール溶液  
アンモニア水(25v/v%)2ml及びメチルアルコール80mlに精製水を加えて100mlとしたもの
- (5) 酢酸・メチルアルコール溶液  
酢酸2mlにメチルアルコールを加えて100mlとしたもの
- (6) 水酸化ナトリウム溶液(0.5mol/L)
- (7) 過塩素酸ナトリウム溶液  
過塩素酸ナトリウム14.1g、水酸化ナトリウム400mg及び乳酸1.8mlを精製水に溶かして1Lとしたもの
- (8) アセトニトリル  
測定対象成分を含まないもの
- (9) 過塩素酸ナトリウム・アセトニトリル混液  
過塩素酸ナトリウム溶液とアセトニトリルを体積比で17:5の割合に混合したもの
- (10) ニンヒドリン溶液  
ニンヒドリン3gを精製水に溶かして1Lとしたもの
- (11) イミノクタジン酢酸塩標準原液  
イミノクタジン三酢酸塩100mgをメスフラスコに採り、過塩素酸ナトリウム・アセトニトリル混液に溶かして100mlとしたもの  
この溶液1mlは、イミノクタジン三酢酸塩1mgを含む。  
この溶液は、ポリプロピレン製容器に入れて冷凍保存する。
- (12) イミノクタジン酢酸塩標準液  
イミノクタジン酢酸塩標準原液を過塩素酸ナトリウム・アセトニトリル混液で10倍に薄めたもの  
この溶液1mlは、イミノクタジン三酢酸塩0.1mgを含む。  
この溶液は、使用の都度調製する。

## 2 器具及び装置

- (1) 器具及び容器  
別添方法11の2(1)の例による。

## (2) 固相カラム

別添方法5の2(1)の例による。

## (3) 高速液体クロマトグラフーポストカラム装置

機器構成及び流路の例は別添方法14の図1による。

### ア 分離カラム

内径2~6mm、長さ15~30cmのステンレス管にオクタデシルシリル基を化学結合したシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

### イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、過塩素酸ナトリウム・アセトニトリル混液を超音波処理等で十分脱気したもの

### ウ 反応部

分離カラムで分離された液と二つの反応試薬が別々に混合できるもので、反応温度等が対象物質の最適反応条件に設定できるもの

例えば、水酸化ナトリウム溶液(0.5mol/L)を毎分0.1~0.3mlの流量で注入して80~100℃で反応させた後、ニンヒドリン溶液を毎分0.05~0.2mlの流量で注入して反応させることができるもの。

### エ 検出器

蛍光検出器で、励起波長を395nm、測定波長を500nmに設定したもの

## 3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。ただし、ガラス瓶の代わりにポリテトラフルオロエチレン製の容器を使用する。

## 4 試験操作

### (1) 前処理

固相カラムにメチルアルコール5ml及び精製水5mlを順次緩やかに注入する。次に、検水500ml(検水に含まれるイミノクタジン酢酸塩の濃度が0.5mg/Lを超える場合には、0.005~0.5mg/Lとなるように精製水を加えて500mlに調製したもの)を毎分10~20mlの流量で固相カラムに流した後、30分間以上通気又は窒素ガスを吹き付けて固相カラムを乾燥させる。次いで、アンモニア・メチルアルコール溶液3mlを緩やかに流した後、30分間以上通気又は窒素ガスを吹き付けて固相カラムを乾燥させる。次に、固相カラムに酢酸・メチルアルコール溶液3mlを緩やかに流して試験管に採る。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて濃縮乾固した後、過塩素酸ナトリウム・アセトニトリル混液で溶かして1mlとし、これを試験溶液とする。

### (2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を高速液体クロマトグラフに注入し、蛍光検出器で測定し、イミノクタジン酢酸塩の保持時間に相当する位置のピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のイミノクタジン酢酸塩の濃度を求め、検水中のイミノクタジン酢酸塩の濃度を算定する。

## 5 検量線の作成

イミノクタジン酢酸塩標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに過塩素酸ナトリウム・アセトニトリル混液を加えて100mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、イミノクタジン酢酸塩の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

# 別添方法17 溶媒抽出—高速液体クロマトグラフィーポスト カラム法

ここで対象とする農薬は、イミノクタジン酢酸塩である。

## 1 試薬

- (1) アスコルビン酸ナトリウム
- (2) トリエチルアミン  
純度99%以上で、測定対象成分を含まないもの
- (3) 水酸化ナトリウム  
測定対象成分を含まないもの
- (4) ブチルアルコール  
測定対象成分を含まないもの
- (5) ヘキサン  
測定対象成分を含まないもの
- (6) ブチルアルコール・ヘキサン混液  
ブチルアルコールとヘキサンを体積比で1:1の割合で混合したもの
- (7) 硫酸(1mol/L)
- (8) リン酸一カリウム溶液  
リン酸二水素一カリウム2.713gを精製水に溶かして1000mlとしたもの
- (9) 水酸化ナトリウム溶液(0.1mol/L)
- (10) リン酸緩衝液  
リン酸一カリウム溶液40mlに水酸化ナトリウム溶液(0.1mol/L)を加えてpH値を6に調整したもの
- (11) メチルアルコール  
別添方法16の1(3)の例による。
- (12) 塩酸・メチルアルコール溶液  
塩酸にメチルアルコールを加えて0.1mol/Lになるように調製したもの
- (13) 過塩素酸ナトリウム溶液  
別添方法16の1(7)の例による。
- (14) アセトニトリル  
別添方法16の1(8)の例による。
- (15) 過塩素酸ナトリウム・アセトニトリル混液  
別添方法16の1(9)の例による。
- (16) 水酸化ナトリウム溶液(0.5mol/L)
- (17) ニンヒドリン溶液  
別添方法16の1(10)の例による。
- (18) イミノクタジン酢酸塩標準原液  
別添方法16の1(11)の例による。

(19) イミノクタジン酢酸塩標準液

別添方法16の1(12)の例による。

この溶液1mlは、イミノクタジン三酢酸塩0.1mgを含む。

## 2 器具及び装置

(1) 器具及び容器

別添方法11の2(1)の例による。

(2) 振盪機

(3) 減圧濃縮器

すり合わせのもの

(4) シリカゲルカラム

内径15mm、長さ65mmのガラス製カラムに、カラムクロマトグラフ用のカルボキシメチル基を結合したシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の性能を有するもの

(5) 高速液体クロマトグラフーポストカラム装置

機器構成及び流路の例は別添方法14の図1による。

ア 分離カラム

別添方法16の2(3)アの例による。

イ 移動相

別添方法16の2(3)イの例による。

ウ 反応部

別添方法16の2(3)ウの例による。

エ 検出器

別添方法16の2(3)エの例による。

## 3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。ただし、ガラス瓶の代わりにポリテトラフルオロエチレン製の容器を使用する。

## 4 試験操作

(1) 前処理

検水400ml(検水に含まれるイミノクタジン酢酸塩の濃度が0.5mg/Lを超える場合には、0.005~0.5mg/Lとなるように精製水を加えて400mlに調製したもの)を採り、トリエチルアミン0.15ml、水酸化ナトリウム5g及びブチルアルコール・ヘキサン混液200mlを加え、振盪機を用いて5分間振り混ぜ、静置後、有機溶媒層を分取する。残った溶液にブチルアルコール・ヘキサン混液200mlを加えて同様の操作を繰り返し、有機溶媒層を先の有機溶媒層に合わせる。有機溶媒層に精製水30ml及び硫酸(1mol/L)2mlを加え、振盪機を用いて5分間振り混ぜ、静置後、水層を分取する。残った溶液に精製水30ml及び硫酸(1mol/L)2mlを加えて同様の操作を繰り返し、水層を先の水層に合わせる。水層を減圧濃縮器に入れ、40℃以下の温度で2mlに濃縮する。この濃縮液にリン酸緩衝液5mlを加え、更に水酸化ナトリウム溶液(0.1mol/L)を加えてpH値を6に調整する。あらかじめメチルアルコール5ml及び精製水5mlで順次洗浄したシリカゲルカ

ラムにpH値を調整した濃縮液を流し、次いでリン酸緩衝液5mlを流し、流出液を捨てる。シリカゲルカラムに塩酸・メチルアルコール溶液10mlを流し、溶出液を採る。溶出液を減圧濃縮器に入れ、40℃以下の温度で濃縮する。濃縮残留物を過塩素酸ナトリウム・アセトニトリル混液で溶かして2mlとし、これを試験溶液とする。

## (2) 分 析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を高速液体クロマトグラフに注入し、蛍光検出器で測定し、イミノクタジン酢酸塩の保持時間に相当するピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のイミノクタジン酢酸塩の濃度を求め、検水中のイミノクタジン酢酸塩の濃度を算定する。

## 5 検量線の作成

イミノクタジン酢酸塩標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに過塩素酸ナトリウム・アセトニトリル混液を加えて100mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、イミノクタジン酢酸塩の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

## 別添方法18 固相抽出—液体クロマトグラフ—質量分析計 による一斉分析法

ここでポジティブモードで対象とする農薬は、チウラム、ベンタゾン、カルボフラン(カルボスルファン代謝物)、イプロジオン、オキシシン銅、アシュラム、ベンスリド(SAP)、カルバリル(NAC)、カルプロパミド、ジウロン(DCMU)、フェンチオン(MPP)、メソミル、ベノミル、プロベナゾール、ダイムロン、ベンスルフロロンメチル、トリシクラゾール、アゾキシストロビン、ハロスルフロロンメチル、フラザスルフロロン、チオジカルブ及びシデュロンである。ただし、ベノミルはメチル-2-ベンツイミダゾールカルバメート(MBC)に変化することから、メチル-2-ベンツイミダゾールカルバメート(MBC)として測定する。また、フェンチオン(MPP)については、その酸化物であるMPPスルホキシド、MPPスルホン、MPPオキソン、MPPオキシソンスルホキシド及びMPPオキシソンスルホンをそれぞれ測定する。

ここでネガティブモードで対象とする農薬は、ベンタゾン、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸(2,4-D)、トリクロピル、アシュラム、ベンスリド(SAP)、メコプロップ(MCPP)、カルプロパミド、ジウロン(DCMU)、ダイムロン、ベンスルフロロンメチル、ハロスルフロロンメチル、フラザスルフロロン、シデュロン及びフィプロニルである。

### 1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(3) ぎ酸(0.1~0.2v/v%)

(4) 酢酸(0.15v/v%)

(5) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(6) EDTA溶液

別添方法9の1(4)の例による。

(7) 硝酸(1+10)

(8) 農薬標準原液

チウラム、ベンタゾン、カルボフラン(カルボスルファン代謝物)、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸(2,4-D)、トリクロピル、イプロジオン、アシュラム、ベンスリド(SAP)、メコプロップ(MCPP)、カルバリル(NAC)、カルプロパミド、ジウロン(DCMU)、フェンチオン(MPP)、メソミル、プロベナゾール、ダイムロン、ベンスルフロロンメチル、トリシクラゾール、アゾキシストロビン、ハロスルフロロンメチル、フラザスルフロロン、チオジカルブ、シデュロン、フィプロニル、MPPスルホキシド、MPPスルホン、MPPオキソン、MPPオキシソンスルホキシド及びMPPオキシソンスルホンのそれぞれ100mgを別々のメスフラスコに採り、それぞれをアセトニトリルに溶かして100mlとしたもの

これらの溶液1mlは、それぞれの農薬を1mg含む。

これらの溶液は、冷凍保存する。

(9) M B C 標準原液

メチル-2-ベンツイミダゾールカルバメート (MBC) 10mg をメスフラスコに採り、メチルアルコールに溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、メチル-2-ベンツイミダゾールカルバメート (MBC) 0.1mg を含む。

この溶液は、冷凍保存する。

(10) オキシシン銅標準原液

オキシシン銅100mg をメスフラスコに採り、少量の塩酸で溶かした後、アセトニトリルを加えて100mlとしたもの

この溶液1mlは、オキシシン銅1mg を含む。

この溶液は、冷凍保存する。

(11) 農薬混合標準液

チウラム、ベンタゾン、カルボフラン(カルボスルファン代謝物)、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸(2,4-D)、トリクロピル、イプロジオン、アシュラム、ベンスリド(SAP)、メコプロップ(MCPP)、カルバリル(NAC)、カルプロパミド、ジウロン(DCMU)、フェンチオン(MPP)、メソミル、プロベナゾール、ダイムロン、ベンスルフロンメチル、トリシクラゾール、アゾキシストロビン、ハロスルフロンメチル、フラザスルフロン、チオジカルブ、シデュロン、フィプロニル、MPPスルホキシド、MPPスルホン、MPPオキシソン、MPPオキシソンスルホキシド及びMPPオキシソンスルホンのそれぞれの農薬標準原液5mlずつとM B C 標準原液50ml をメスフラスコに採り、アセトニトリルを加えて250mlとしたもの

この溶液1mlは、それぞれの農薬を0.02mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(12) オキシシン銅標準液

オキシシン銅標準原液をアセトニトリルで50倍に薄めたもの

この溶液1mlは、オキシシン銅0.02mg を含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

## 2 器具及び装置

(1) 固相カラム

ジビニルベンゼン-メタクリレート共重合体又はこれと同等以上の性能を有するもの

(2) 液体クロマトグラフ-質量分析計

ア 分離カラム

内径2.1~4.6mm、長さ15~25cmのステンレス管にオクタデシル基を化学結合したシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ 移動相

最適条件に調製したもの

例えば、A液はアセトニトリル、B液はぎ酸(0.1~0.2v/v%)又は酢酸(0.15v/v%)のもの

#### ウ 移動相流量

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、A液及びB液の容量の比が5:95のものを、A液の容量比を毎分2.5%で上昇させて100%にできるもの

#### エ イオン化法

エレクトロスプレー法で、ポジティブモード又はネガティブモードのもの

#### オ 検出器

検査方法告示の別表第14の2(4)ウの例による。

#### カ フラグメントを得るための電圧

最適条件に設定できるもの

### 3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

### 4 試験操作

#### (1) 前処理

固相カラムにアセトニトリル10ml、メチルアルコール10ml及び精製水10mlを順次注入する。次に、EDTA溶液10mlを加え、硝酸(1+10)でpH値を3.5に調整した検水500ml(検水に含まれるそれぞれの農薬の濃度が表1及び表2に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲となるように精製水を加えて500mlに調製したものを)を毎分10~20mlの流量で固相カラムに流した後、窒素ガスを吹き付けて固相カラムを乾燥させる。次いで、固相カラムの上端からアセトニトリル5mlを緩やかに流し、試験管に採る。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて0.2ml以下に濃縮した後、精製水を加えて1mlとし、これを試験溶液とする。

#### (2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を液体クロマトグラフィー質量分析計に注入し、ポジティブモードは表1に示すそれぞれの農薬のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

ただし、メチル-2-ベンツイミダゾールカルバメート(MBC)の濃度をベノミルに換算し、ベノミルの濃度とする。また、フェンチオン(MPP)は、その酸化物であるMPPスルホキシド、MPPスルホン、MPPオキソン、MPPオキシンスルホキシド及びMPPオキシンスルホンのそれぞれの濃度を原体に換算し、それらの濃度と原体濃度とを合計してフェンチオン(MPP)としての濃度を算定する。

また、ネガティブモードは表2に示すそれぞれの農薬のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

表1 ポジティブモードのモニターイオン及び濃度範囲

	農薬名	モニターイオン(m/z)	濃度範囲(mg/L)
1	チウラム	241	0.0002 ~ 0.02

17	ベнтаゾン	241	0.00005 ~0.005
18	カルボフラン	222	0.000004~0.0004
26	イプロジオン	330	0.0002 ~0.02
28	オキシソ銅	146	0.00008 ~0.008
36	アシュラム	231	0.0001 ~0.01
42	ベンスリド	356	0.00003 ~0.003
48	カルバリル	202	0.00002 ~0.002
58	カルプロパミド	334、336	0.00003 ~0.003
68	ジウロン	233	0.0001 ~0.01
71	フェンチオン(MPP)	279	0.00002 ~0.002
	MPPスルホキシド	295	0.00000004 ~0.00001
	MPPスルホン	311	0.0000004 ~0.00004
	MPPオキソン	263	0.0000001 ~0.00002
	MPPオキシソンスルホキシド	279	0.0000004 ~0.00004
	MPPオキシソンスルホン	295	0.0000002 ~0.00004
74	メソミル	163	0.0002 ~0.02
75	メチル-2-ベンツイミダ ゾールカルバメート(MB C) ※	192	0.00002 ~0.002
82	プロベナゾール	224	0.0002 ~0.02
84	ダイムロン	269	0.00005 ~0.005
86	ベンスルフロメチル	411	0.00001 ~0.001
87	トリシクラゾール	190	0.000003~0.0003
90	アゾキシストロビン	372	0.00002 ~0.002
94	ハロスルフロメチル	435	0.00005 ~0.005
95	フラザスルフロ	408	0.000002~0.0002
96	チオジカルブ	355	0.00005 ~0.005
98	シデュロン	233	0.00002 ~0.002

※印はベノミルの代謝物である。

注) ここに示すモニターイオンは一例である。

表2 ネガティブモードのモニターイオン及び濃度範囲

	農 薬 名	モニターイオン(m/z)	濃度範囲(mg/L)
17	ベнтаゾン	239	0.000002~0.0002
19	2,4-D	161、219	0.00005 ~0.005
20	トリクロピル	196	0.00002 ~0.002
36	アシュラム	229	0.00001 ~0.001
42	ベンスリド	213	0.00001 ~0.001

45	メコプロップ	213	0.00002 ~0.002
58	カルプロパミド	334	0.00005 ~0.005
68	ジウロン	231	0.0001 ~0.01
84	ダイムロン	267	0.00005 ~0.005
86	ベンスルフロンメチル	409	0.00001 ~0.001
94	ハロスルフロンメチル	433	0.00001 ~0.001
95	フラザスルフロン	406	0.000002~0.0002
98	シデュロン	277	0.00002 ~0.002
102	フィプロニル	435、437	0.000005 ~0.0005

注) ここに示すモニターイオンは一例である。

## 5 検量線の作成

農薬混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて10mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの農薬のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、それぞれの農薬の濃度との関係を求める。

別に、オキシシン銅標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて10mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、オキシシン銅のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、オキシシン銅の濃度との関係を求める。

## 別添方法19 固相抽出ー液体クロマトグラフー質量分析法

ここで対象とする農薬は、チオファネートメチル及びベンフラカルブである。

### 1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(3) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(4) ぎ酸(0.1~0.2v/v%)

(5) 酢酸(0.15v/v%)

(6) 農薬標準原液

チオファネートメチル及びベンフラカルブのそれぞれ100mgを別々のメスフラスコに採り、それぞれをアセトニトリルに溶かして100mlとしたもの

これらの溶液1mlは、それぞれの農薬を1mg含む。

これらの溶液は、冷凍保存する。

(7) 農薬混合標準液

チオファネートメチル及びベンフラカルブのそれぞれの標準原液の等量ずつをメスフラスコに採り、アセトニトリルで50倍に薄めたもの

この溶液1mlは、それぞれの農薬を0.02mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

### 2 器具及び装置

(1) 固相カラム

別添方法18の2(1)の例による。

(2) 液体クロマトグラフー質量分析計

ア 分離カラム

別添方法18の2(2)アの例による。

イ 移動相

別添方法18の2(2)イの例による。

ウ 移動相流量

別添方法18の2(2)ウの例による。

エ イオン化法

エレクトロスプレー法で、ポジティブモードのもの

オ 検出器

検査方法告示の別表第14の2(4)ウの例による。

カ フラグメントを得るための電圧

最適条件に設定できるもの

### 3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

#### 4 試験操作

##### (1) 前処理

固相カラムにアセトニトリル10ml、メチルアルコール10ml及び精製水10mlを順次注入する。次に、検水500ml(検水に含まれるそれぞれの農薬の濃度が表1に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲となるように精製水を加えて500mlに調製したものを)を毎分10~20mlの流量で固相カラムに流した後、窒素ガスを吹き付けて固相カラムを乾燥させる。次いで、固相カラムの上端からアセトニトリル5mlを緩やかに流し、試験管に採る。試験管の溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて0.2ml以下に濃縮した後、精製水を加えて1mlとし、これを試験溶液とする。

##### (2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を液体クロマトグラフ質量分析計に注入し、表1に示すそれぞれの農薬のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記(3)で求めた空試験のピーク高さ又はピーク面積を差し引いた後、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

##### (3) 空試験

精製水500mlを採り、以下上記(1)及び(2)と同様に操作してそれぞれの農薬のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求める。

表1 モニターイオン及び濃度範囲

	農薬名	モニターイオン(m/z)	濃度範囲(mg/L)
55	チオファネートメチル	343	0.00002 ~0.002
76	ベンフラカルブ	222	0.000004~0.0004

注) ここに示すモニターイオンは一例である。

#### 5 検量線の作成

農薬混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて10mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの農薬のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、それぞれの農薬の濃度との関係を求める。

## 別添方法20 液体クロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

ここでポジティブモードで対象とする農薬は、アセフェート及びオキシシン銅である。

ここでネガティブモードで対象とする農薬は、ダラポン及びホセチルである。

### 1 試薬

(1) アスコルビン酸ナトリウム

(2) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(3) ぎ酸(0.1~0.2v/v%)

(4) 酢酸(0.15v/v%)

(5) アセフェート標準原液

アセフェート100mgをアセトニトリルに溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、アセフェート1mgを含む。

この溶液は、冷凍保存する。

(6) オキシシン銅標準原液

別添方法18の1(10)の例による。

(7) ダラポン標準原液

ダラポン100mgをメスフラスコに採り、精製水に溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、ダラポン1mgを含む。

この溶液は、冷蔵保存する。

(8) ホセチル標準原液

ホセチル100mgをメスフラスコに採り、精製水に溶かして100mlとしたもの

この溶液1mlは、ホセチル1mgを含む。

この溶液は、冷蔵保存する。

(9) 農薬混合標準液

アセフェート、オキシシン銅及びダラポンのそれぞれの標準原液0.1mlずつ、ホセチル標準原液1mlをメスフラスコに採り、精製水を加えて100mlとしたもの

この溶液1mlは、アセフェート、オキシシン銅及びダラポンをそれぞれ0.001mg、ホセチルを0.01mg含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

### 2 器具及び装置

(1) メンブランフィルターろ過装置

検査方法告示の別表第12の2(1)の例による。

(2) 液体クロマトグラフー質量分析計

ア 分離カラム

別添方法18の2(2)アの例による。

イ 移動相

別添方法18の2(2)イの例による。

ウ 移動相流量

別添方法18の2(2)ウの例による。

エ イオン化法

別添方法18の2(2)エの例による。

オ 検出器

検査方法告示の別表第14の2(4)ウの例による。

カ フラグメントを得るための電圧

最適条件に設定できるもの

### 3 試料の採取及び保存

別添方法5の3の例による。

### 4 試験操作

#### (1) 前処理

検水100ml(検水に含まれるそれぞれの農薬の濃度が表1及び表2に示す濃度範囲の上限値を超える場合には、同表に示す濃度範囲となるように精製水を加えて100mlに調製したものを)をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約10mlは捨て、次のろ液を試験溶液とする。

#### (2) 分析

上記(1)で得られた試験溶液の一定量を液体クロマトグラフィー質量分析計に注入し、ポジティブモードは表1に示すそれぞれの農薬のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記(3)で求めた空試験のピーク高さ又はピーク面積を差し引いた後、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

また、ネガティブモードは表2に示すそれぞれの農薬のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記(3)で求めた空試験のピーク高さ又はピーク面積を差し引いた後、下記5により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの農薬の濃度を求め、検水中のそれぞれの農薬の濃度を算定する。

#### (3) 空試験

精製水100mlを採り、以下上記(1)及び(2)と同様に操作してそれぞれの農薬のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求める。

表1 ポジティブモードのモニターイオン及び濃度範囲

	農薬名	モニターイオン(m/z)	濃度範囲(mg/L)
21	アセフェート	184	0.0008~0.08
28	オキシシン銅	146	0.0004~0.04

注) ここに示すモニターイオンは一例である。

表2 ネガティブモードのモニターイオン及び濃度範囲

	農 薬 名	モニターイオン(m/z)	濃度範囲(mg/L)
64	ダラポン	141	0.001 ~0.1
92	ホセチル	109	0.02 ~2

注) ここに示すモニターイオンは一例である。

## 5 検量線の作成

農薬混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて10mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、それぞれの農薬のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、それぞれの農薬の濃度との関係を求める。

別紙1 水質管理目標設定項目の測定精度

水質検査の実施に当たっては、目標値の10分の1まで測定すること。この場合において、目標値の10分の1付近における値の変動が、下表の変動係数で示す値以下となるよう精度を確保すること。

項	目	目 標 値	検 査 方 法	変動係数
1	アンチモン及びその化合物	アンチモンの量に関して、0.015mg/L以下	水素化物発生-原子吸光光度法 水素化物発生-ICP法 ICP-MS法	10% 10% 10%
2	ウラン及びその化合物	ウランの量に関して、0.002mg/L以下(暫定)	ICP-MS法 固相抽出-ICP法	10% 10%
3	ニッケル及びその化合物	ニッケルの量に関して、0.01mg/L(暫定)	フレイムレス-原子吸光光度法 ICP法 ICP-MS法	10% 10% 10%
4	亜硝酸態窒素	0.05mg/L以下(暫定)	イオンクロマトグラフ法	10%
5	1,2-ジクロロエタン	0.004mg/L以下	PT-GC-MS法 HS-GC-MS法	20% 20%
6	削除	削除	削除	削除
7	削除	削除	削除	削除
8	トルエン	0.2mg/L以下	PT-GC-MS法 HS-GC-MS法	20% 20%
9	フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)	0.1mg/L以下	溶媒抽出-GC-MS法	20%
10	亜塩素酸	0.6mg/L以下	イオンクロマトグラフ法 イオンクロマトグラフ-ポストカラム 吸光光度法	10% 10%
11	削除	削除	削除	削除
12	二酸化塩素	0.6mg/L以下	イオンクロマトグラフ法 イオンクロマトグラフ-ポストカラム 吸光光度法	10% 10%
13	ジクロロアセトニトリル	0.01mg/L以下(暫定)	溶媒抽出-GC-MS法	20%
14	抱水クロラール	0.02mg/L以下(暫定)	溶媒抽出-GC-MS法	20%
15	農薬類	検出値と目標値の比の和として、1以下	農薬ごとに定められた方法による	-
16	残留塩素	1mg/L以下	ジエチル-p-フェニレンジアミン法 電流法 吸光光度法 連続自動測定機器による吸光光度法 ポーラログラフ法	10% 10% 10% 10% 10%
17	カルシウム、マグネシウム等(硬度)	10mg/L以上 100mg/L以下	フレイム-原子吸光光度法 ICP法 イオンクロマトグラフ法 滴定法	10% 10% 10% 10%
18	マンガン及びその化合物	マンガンの量に関して、0.01mg/L以下	フレイムレス-原子吸光光度法 ICP法 ICP-MS法	10% 10% 10%

項 目		目 標 値	検 査 方 法	変動係数
19	遊離炭酸	20mg/L以下	滴定法	10%
20	1,1,1-トリクロロエタン	0.3mg/L以下	P T - G C - M S 法 H S - G C - M S 法	20% 20%
21	メチル-t-ブチルエーテル	0.02mg/L以下	P T - G C - M S 法 H S - G C - M S 法	20% 20%
22	有機物等（過マンガン酸カリウム消費量）	3mg/L以下	滴定法	10%
23	臭気強度（TON）	3以下	官能法	—
24	蒸発残留物	30mg/L以上 200mg/L以下	重量法	—
25	濁度	1度以下	比濁法 透過光測定法 連続自動測定機器による透過光測定法 積分球式光電光度法 連続自動測定機器による積分球式光電光度法 散乱光測定法 透過散乱法	— 10% 10% 10% 10% 10% 10%
26	pH値	7.5程度	ガラス電極法 連続自動測定機器によるガラス電極法	— —
27	腐食性（ランゲリア指数）	—1程度以上とし、 極力0に近づける	計算法	—
28	従属栄養細菌	1mlの検水で形成される集落数が2,000以下（暫定）注）	R 2 A 寒天培地法	—
29	1,1-ジクロロエチレン	0.1mg/L以下	P T - G C - M S 法 H S - G C - M S 法	20% 20%
30	アルミニウム及びその化合物	アルミニウムの量に関して、0.1mg/L以下	フレイムレス—原子吸光光度法 I C P 法 I C P - M S 法	10% 10% 10%

別紙2 農薬類（水質管理目標設定項目15）の測定精度

水質検査の実施に当たっては、原則として目標値の100分の1まで測定し、更に下表の変動係数で示す値以下となるよう精度を確保すること。なお、一般的測定機器・通常の検査方法を採用した場合の定量下限値の目安を農薬別・検査方法別に下表に併せて示す。

番号	農薬名	目標値 (mg/L)	検査方法	定量下限値 (mg/L)	変動係数
1	チウラム	0.02	固相抽出-LC-MS法(P)	0.0002	20%
2	シマジン(CAT)	0.003	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
3	チオベンカルブ	0.02	固相抽出-GC-MS法	0.00002	20%
4	1,3-ジクロロプロペン(D-D)	0.002	PT-GC-MS法 HS-GC-MS法	0.0001 0.0001	20% 20%
5	イソキサチオン	0.008	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
6	ダイアジノン	0.005	固相抽出-GC-MS法	0.00002	20%
7	フェニトロチオン(MEP)	0.003	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
8	イソプロチオラン(IPT)	0.3	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
9	クロロタロニル(TPN)	0.05	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
10	プロピザミド	0.05	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
11	ジクロロボス(DDVP)	0.008	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
12	フェノブカルブ(BPMC)	0.03	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
13	クロロニトロフェン(CNP) : 失効農薬	0.0001	固相抽出-GC-MS法	0.0001	20%
14	CNP-アミノ体	—	固相抽出-GC-MS法	0.0001	20%
15	イプロベンホス(IBP)	0.008	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
16	EPN	0.004	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
17	ベンタゾン : 失効農薬	0.2	固相抽出-誘導体化-GC-MS法 固相抽出-LC-MS法(P) 固相抽出-LC-MS法(N)	0.00001 0.00005 0.000002	20% 20% 20%
18	カルボフラン(カルボスルファン代謝物)	0.005	HPLC-ポストカラム法 固相抽出-LC-MS法(P)	0.00005 0.000005	20% 20%
19	2,4-ジクロロフェノキシ酢酸 (2,4-D)	0.03	固相抽出-誘導体化-GC-MS法 固相抽出-LC-MS法(N)	0.00001 0.00005	20% 20%
20	トリクロピル	0.006	固相抽出-誘導体化-GC-MS法 固相抽出-LC-MS法(N)	0.00001 0.00002	20% 20%
21	アセフェート	0.08	LC-MS法(P)	0.0008	20%
22	イソフェンホス : 失効農薬	0.001	固相抽出-GC-MS法	0.00003	20%
23	クロロピリホス	0.003	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
24	トリクロロホン(DEP)	0.03	固相抽出-GC-MS法	0.0002	20%
25	ピリダフェンチオン : 失効農薬	0.002	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
26	イプロジオン	0.3	固相抽出-GC-MS法 固相抽出-HPLC法 固相抽出-LC-MS法(P)	0.00002 0.001 0.0001	20% 20% 20%
27	エトリジアゾール(エクロメゾール)	0.004	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
28	オキシシン銅	0.04	固相抽出-LC-MS法(P) LC-MS法(P)	0.00005 0.0004	20% 20%
29	キャプタン	0.3	固相抽出-GC-MS法	0.0001	20%
30	クロロネブ	0.05	固相抽出-GC-MS法	0.00002	20%
31	トルクロホスメチル	0.2	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
32	フルトラニル	0.2	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
33	ペンシクロン	0.04	固相抽出-GC-MS法	0.0001	20%
34	メトラキシル	0.05	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%

番号	農 薬 名	目標値 (mg/L)	検 査 方 法	定量下限値 (mg/L)	変動 係数
35	メプロニル	0.1	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
36	アシラム	0.2	固相抽出-HPLC法 固相抽出-LC-MS法(P) 固相抽出-LC-MS法(N)	0.001 0.0001 0.0005	20% 20% 20%
37	ジチオピル	0.009	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
38	テルブカルブ(MBPMC)：失効 農薬	0.02	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
39	ナプロパミド	0.03	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
40	ピリブチカルブ	0.02	固相抽出-GC-MS法	0.00002	20%
41	ブタミホス	0.01	固相抽出-GC-MS法	0.0001	20%
42	ベンスリド(SAP)：失効農薬	0.1	固相抽出-LC-MS法(P) 固相抽出-LC-MS法(N)	0.00001 0.00001	20% 20%
43	ベンフルラリン(ベスロジン)	0.08	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
44	ペンディメタリン	0.1	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
45	メコプロップ(MCPP)	0.005	固相抽出-誘導体化-GC-MS法 固相抽出-LC-MS法(N)	0.00005 0.00002	20% 20%
46	メチルダイムロン：失効農薬	0.03	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
47	アラクロール	0.01	固相抽出-GC-MS法	0.00002	20%
48	カルバリル(NAC)	0.05	固相抽出-HPLC法 HPLC-ポストカラム法 固相抽出-LC-MS法(P)	0.0005 0.0001 0.00002	20% 20% 20%
49	エディフェンホス(エジフェ ンホス, EDDP)	0.006	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
50	ピロキロン	0.04	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
51	フサライド	0.1	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
52	メフェナセット	0.02	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
53	プレチラクロール	0.04	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
54	イソプロカルブ(MIPC)	0.01	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
55	チオファネートメチル	0.3	固相抽出-HPLC法 固相抽出-LC-MS法(P)	0.002 0.00005	20% 20%
56	テニルクロール	0.2	固相抽出-GC-MS法	0.00002	20%
57	メチダチオン(DMTP)	0.004	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
58	カルプロパミド	0.04	固相抽出-LC-MS法(P) 固相抽出-LC-MS法(N)	0.00002 0.00005	20% 20%
59	プロモブチド	0.1	固相抽出-GC-MS法	0.0001	20%
60	モリネート	0.005	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
61	プロシミドン	0.09	固相抽出-GC-MS法	0.0001	20%
62	アニロホス	0.003	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
63	アトラジン	0.01	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
64	ダラボン	0.08	LC-MS法(N)	0.001	20%
65	ジクロベニル(DBN)	0.01	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
66	ジメトエート	0.05	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
67	ジクワット	0.005	固相抽出-HPLC法	0.001	20%
68	ジウロン(DCMU)	0.02	固相抽出-LC-MS法(P) 固相抽出-LC-MS法(N)	0.0001 0.0001	20% 20%
69	エンドスルファン(ベンゾエ ピン)	0.01	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%

番号	農 薬 名	目標値 (mg/L)	検 査 方 法	定量下限値 (mg/L)	変動 係数
70	エトフェンプロックス	0.08	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
71	フェンチオン(MPP)	0.001	固相抽出-GC-MS法 固相抽出-LC-MS法(P)	0.00001 0.00002	20% 20%
72	グリホサート	2	誘導体化-HPLC法 HPLC-ポストカラム法	0.0005 0.002	20% 20%
73	マラソン (マラチオン)	0.05	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
74	メソミル	0.03	HPLC-ポストカラム法 固相抽出-LC-MS法(P)	0.0001 0.00002	20% 20%
75	ベノミル	0.02	固相抽出-LC-MS法(P)	0.00002	20%
76	ベンフラカルブ	0.04	固相抽出-LC-MS法(P)	0.000004	20%
77	シメトリン	0.03	固相抽出-GC-MS法	0.00002	20%
78	ジメピペレート：失効農薬	0.003	固相抽出-GC-MS法	0.00002	20%
79	フェントエート(PAP)	0.004	固相抽出-GC-MS法	0.00004	20%
80	ブプロフェジン	0.02	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
81	エチルチオメトン	0.004	固相抽出-GC-MS法	0.00004	20%
82	プロベナゾール	0.05	固相抽出-LC-MS法(P)	0.0001	20%
83	エスプロカルブ	0.03	固相抽出-GC-MS法	0.0001	20%
84	ダイムロン	0.8	固相抽出-LC-MS法(P) 固相抽出-LC-MS法(N)	0.00005 0.00005	20% 20%
85	ビフェノックス：失効農薬	0.2	固相抽出-GC-MS法	0.0001	20%
86	ベンスルフロンメチル	0.4	固相抽出-LC-MS法(P) 固相抽出-LC-MS法(N)	0.00001 0.00001	20% 20%
87	トリシクラゾール	0.08	固相抽出-LC-MS法(P)	0.000002	20%
88	ピペロホス：失効農薬	0.0009	固相抽出-GC-MS法	0.00005	20%
89	ジメタメトリン	0.02	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
90	アゾキシストロビン	0.5	固相抽出-LC-MS法(P)	0.00002	20%
91	イミノクタジン酢酸塩	0.006	固相抽出-HPLC-ポストカ ラム法 溶媒抽出-HPLC-ポストカ ラム法	0.005 0.005	20% 20%
92	ホセチル	2	LC-MS法(N)	0.02	20%
93	ポリカーバメート	0.03	誘導体化-HPLC法	0.002	20%
94	ハロスルフロンメチル	0.3	固相抽出-LC-MS法(P) 固相抽出-LC-MS法(N)	0.00005 0.00005	20% 20%
95	フラザスルフロン	0.03	固相抽出-LC-MS法(P) 固相抽出-LC-MS法(N)	0.000002 0.000002	20% 20%
96	チオジカルブ	0.08	固相抽出-LC-MS法(P)	0.00005	20%
97	プロピコナゾール	0.05	固相抽出-GC-MS法	0.0002	20%
98	シデュロン	0.3	固相抽出-HPLC法 固相抽出-LC-MS法(P) 固相抽出-LC-MS法(N)	0.002 0.00002 0.00002	20% 20% 20%
99	ピリプロキシフェン	0.3	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
100	トリフルラリン	0.06	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
101	カフェンストロール	0.008	固相抽出-GC-MS法	0.00001	20%
102	フィプロニル	0.0005	固相抽出-LC-MS法(N)	0.000005	20%

注) 検査方法の欄中、Pはポジティブモード、Nはネガティブモードのことである。

別添5 水質基準項目の測定精度

水質検査の実施に当たっては、基準値の10分の1（ただし、非イオン界面活性剤については4分の1）まで測定すること。この場合において、基準値の10分の1（ただし、非イオン界面活性剤については4分の1）付近における値の変動が下表の変動係数で示す値以下となるよう精度を確保すること。

項	目	基 準 値	検 査 方 法	変動係数
1	一般細菌	1mlの検水で形成される集落数が100以下であること	標準寒天培地法	—
2	大腸菌	検出されないこと	特定酵素基質培地法	—
3	カドミウム及びその化合物	カドミウムの量に関して、0.003mg/L以下	フレイムレス—原子吸光光度法 I C P 法 I C P—MS 法	10% 10% 10%
4	水銀及びその化合物	水銀の量に関して、0.0005mg/L以下	還元気化—原子吸光光度法	10%
5	セレン及びその化合物	セレンの量に関して、0.01mg/L以下	フレイムレス—原子吸光光度法 I C P—MS 法 水素化物発生—原子吸光光度法 水素化物発生—I C P 法	10% 10% 10% 10%
6	鉛及びその化合物	鉛の量に関して、0.01mg/L以下	フレイムレス—原子吸光光度法 I C P 法 I C P—MS 法	10% 10% 10%
7	ヒ素及びその化合物	ヒ素の量に関して、0.01mg/L以下	フレイムレス—原子吸光光度法 I C P—MS 法 水素化物発生—原子吸光光度法 水素化物発生—I C P 法	10% 10% 10% 10%
8	六価クロム化合物	六価クロムの量に関して、0.05mg/L以下	フレイムレス—原子吸光光度法 フレイム—原子吸光光度法 I C P 法 I C P—MS 法	10% 10% 10% 10%
9	シアン化物イオン及び塩化シアン	シアンの量に関して、0.01mg/L以下	イオンクロマトグラフ—ポストカラム吸光光度法	10%
10	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素	10mg/L以下	イオンクロマトグラフ法(陰イオン)	10%
11	フッ素及びその化合物	フッ素の量に関して、0.8mg/L以下	イオンクロマトグラフ法(陰イオン)	10%
12	ホウ素及びその化合物	ホウ素の量に関して、1.0mg/L以下	I C P 法 I C P—MS 法	10% 10%
13	四塩化炭素	0.002mg/L以下	P T—G C—M S 法 H S—G C—M S 法	20% 20%
14	1,4-ジオキサン	0.05mg/L以下	P T—G C—M S 法 H S—G C—M S 法 固相抽出—G C—M S 法	20% 20% 20%
15	シス-1,2-ジクロロエチレン及びトランス-1,2-ジクロロエチレン	0.04mg/L以下	P T—G C—M S 法 H S—G C—M S 法	20% 20%
16	ジクロロメタン	0.02mg/L以下	P T—G C—M S 法 H S—G C—M S 法	20% 20%

項 目		基 準 値	検 査 方 法	変動係数
17	テトラクロロエチレン	0.01mg/L以下	PT-GC-MS法 HS-GC-MS法	20% 20%
18	トリクロロエチレン	0.03mg/L以下	PT-GC-MS法 HS-GC-MS法	20% 20%
19	ベンゼン	0.01mg/L以下	PT-GC-MS法 HS-GC-MS法	20% 20%
20	塩素酸	0.6mg/L以下	イオンクロマトグラフ法	10%
21	クロロ酢酸	0.02mg/L以下	溶媒抽出-GC-MS法	20%
22	クロロホルム	0.06mg/L以下	PT-GC-MS法 HS-GC-MS法	20% 20%
23	ジクロロ酢酸	0.04mg/L以下	溶媒抽出-GC-MS法	20%
24	ジブロモクロロメタン	0.1mg/L以下	PT-GC-MS法 HS-GC-MS法	20% 20%
25	臭素酸	0.01mg/L以下	イオンクロマトグラフ-ポストカラム 吸光光度法	10%
26	総トリハロメタン	0.1mg/L以下	クロロホルム、ジブロモクロロメタン、 ブロモジクロロメタン及びブロモホルム ごとに23の項、25の項、29の項及び30の項に 掲げる方法	—
27	トリクロロ酢酸	0.2mg/L以下	溶媒抽出-GC-MS法	20%
28	ブロモジクロロメタン	0.03mg/L以下	PT-GC-MS法 HS-GC-MS法	20% 20%
29	ブロモホルム	0.09mg/L以下	PT-GC-MS法 HS-GC-MS法	20% 20%
30	ホルムアルデヒド	0.08mg/L以下	溶媒抽出-誘導体化-GC-MS法	20%
31	亜鉛及びその化合物	亜鉛の量に関して、 1.0mg/L以下	フレイムレス-原子吸光光度法 フレイム-原子吸光光度法 ICP法 ICP-MS法	10% 10% 10% 10%
32	アルミニウム及びその化合物	アルミニウムの量に 関して、0.2mg/L以下	フレイムレス-原子吸光光度法 ICP法 ICP-MS法	10% 10% 10%
33	鉄及びその化合物	鉄の量に関して、0.3 mg/L以下	フレイムレス-原子吸光光度法 フレイム-原子吸光光度法 ICP法 ICP-MS法	10% 10% 10% 10%
34	銅及びその化合物	銅の量に関して、1.0 mg/L以下	フレイムレス-原子吸光光度法 フレイム-原子吸光光度法 ICP法 ICP-MS法	10% 10% 10% 10%
35	ナトリウム及びその化合物	ナトリウムの量に 関して、200mg/L以下	フレイムレス-原子吸光光度法 フレイム-原子吸光光度法 ICP法 ICP-MS法 イオンクロマトグラフ法(陽イオン)	10% 10% 10% 10% 10%

項	目	基 準 値	検 査 方 法	変動係数
36	マンガン及びその化合物	マンガンの量に関して、0.05mg/L以下	フレイムレスー原子吸光光度法 フレイムー原子吸光光度法 I C P法 I C P－MS法	10% 10% 10% 10%
37	塩化物イオン	200mg/L以下	イオンクロマトグラフ法(陰イオン) 滴定法	10% 10%
38	カルシウム、マグネシウム等(硬度)	300mg/L以下	フレイムー原子吸光光度法 I C P法 I C P－MS法 イオンクロマトグラフ法(陽イオン) 滴定法	10% 10% 10% 10% 10%
39	蒸発残留物	500mg/L以下	重量法	—
40	陰イオン界面活性剤	0.2mg/L以下	固相抽出ー高速液体クロマトグラフ法	10%
41	(4 S, 4 a S, 8 a R)ーオクタヒドロー4, 8 aージメチルナフタレンー4 a (2 H)ーオール(別名ジェオスミン)	0.00001mg/L以下	P T－G C－MS法 H S－G C－MS法 固相抽出ーG C－MS法	20% 20% 20%
42	1, 2, 7, 7ーテトラメチルピシクロ [2, 2, 1] ヘプタンー2ーオール(別名2ーメチルイソボルネオール)	0.00001mg/L以下	P T－G C－MS法 H S－G C－MS法 固相抽出ーG C－MS法	20% 20% 20%
43	非イオン界面活性剤	0.02mg/L以下	固相抽出ー吸光光度法	20%
44	フェノール類	フェノールの量に換算して、0.005mg/L以下	固相抽出ー誘導体化ーG C－MS法	20%
45	有機物(全有機炭素(T O C)の量)	3mg/L以下	全有機炭素計測定法	10%
46	pH値	5.8以上8.6以下	ガラス電極法 連続自動測定機器によるガラス電極法	— —
47	味	異常でないこと	官能法	—
48	臭 気	異常でないこと	官能法	—
49	色 度	5度以下	比色法 透過光測定法 連続自動測定機器による透過光測定法	— 10% 10%
50	濁 度	2度以下	比濁法 透過光測定法 連続自動測定機器による透過光測定法 積分球式光電光度法 連続自動測定機器による積分球式光電光度法 散乱光測定法 透過散乱法	— 10% 10% 10% 10% 10% 10%