

水質管理目標設定項目の検査方法

(平成 15 年 10 月 10 日付健水発第 1010001 号)

(最終改正 平成 30 年 3 月 28 日)

厚生労働省医薬・生活衛生局
水道課

－ 目 次 －

目標 1	アンチモン	1
目標 2	ウラン	3
目標 3	ニッケル	4
目標 4	削除	
目標 5	1, 2-ジクロロエタン	7
目標 6	削除	
目標 7	削除	
目標 8	トルエン	7
目標 9	フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)	9
目標 10	亜塩素酸	9
目標 11	削除	
目標 12	二酸化塩素	9
目標 13	ジクロロアセトニトリル	13
目標 14	抱水クロラール	13
目標 15	農薬類	13
目標 16	残留塩素	24
目標 17	カルシウム、マグネシウム等(硬度)	25
目標 18	マンガン	25
目標 19	遊離炭酸	26
目標 20	1, 1, 1-トリクロロエタン	28
目標 21	メチル-tert-ブチルエーテル	28
目標 22	有機物等(過マンガン酸カリウム消費量)	28
目標 23	臭気強度(TON)	29
目標 24	蒸発残留物	30
目標 25	濁度	30
目標 26	pH 値	31
目標 27	腐食性(ランゲリア指数)	31
目標 28	従属栄養細菌	33
目標 29	1, 1-ジクロロエチレン	34
目標 30	アルミニウム及びその化合物	34
別添方法 1	パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による 一斉分析法	36
別添方法 2	ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析計による 一斉分析法	38
別添方法 3	溶媒抽出ーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法	40
別添方法 4	誘導結合プラズマー質量分析装置による一斉分析法	43
別添方法 5	固相抽出ーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法	45
別添方法 5 の 2	固相抽出ーガスクロマトグラフー質量分析計による 一斉分析法	53
別添方法 6	固相抽出ー誘導体化ーガスクロマトグラフー質量分析計による	

	一斉分析法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	58
別添方法 7	パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析法・・・・・・・・	61
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・・・・・・・・	63
別添方法 9	固相抽出ー高速液体クロマトグラフによる一斉分析法・・・・・・・・	65
別添方法 10	固相抽出ー高速液体クロマトグラフ法・・・・・・・・・・・・・・・・	68
別添方法 11	固相抽出ー高速液体クロマトグラフ法・・・・・・・・・・・・・・・・	70
別添方法 12	誘導体化ー高速液体クロマトグラフ法・・・・・・・・・・・・・・・・	72
別添方法 13	誘導体化ー高速液体クロマトグラフ法・・・・・・・・・・・・・・・・	74
別添方法 14	高速液体クロマトグラフーポストカラムによる一斉分析法・・・・	77
別添方法 15	高速液体クロマトグラフーポストカラム法・・・・・・・・・・・・・・・・	79
別添方法 16	固相抽出ー高速液体クロマトグラフーポストカラム法・・・・・・・・	81
別添方法 17	溶媒抽出ー高速液体クロマトグラフーポストカラム法・・・・・・・・	84
別添方法 18	固相抽出ー液体クロマトグラフー質量分析計による一斉分析法・	87
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・・・・・・・・・・・・	92
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・・・・・・・・	94
別添方法 20 の 2	液体クロマトグラフー質量分析計による一斉分析法・・・・・・・・	97
別添方法 21	固相抽出ー液体クロマトグラフー質量分析計による一斉分析法・	108
別添方法 22	誘導体化ー固相抽出ー液体クロマトグラフー質量分析計による 一斉分析法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	111
別添方法 23	パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析法・・・・・・・・	114
別添方法 24	ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析法・・・・・・・・	116
別添方法 25	固相抽出ーガスクロマトグラフー質量分析法・・・・・・・・・・・・	118
別紙 1	水質管理目標設定項目の測定精度・・・・・・・・・・・・・・・・	120
別紙 2	農薬類（水質管理目標設定項目 15）の測定精度・・・・・・・・	122
別紙 3	水質管理設定項目の検査の信頼性確保・・・・・・・・・・・・	131
※	本紙中、「検査方法告示」は平成 15 年厚生労働省告示第 261 号（最終改正平成 30 年 厚生労働省告示第 138 号）「水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定め る方法」をいい、「残留塩素検査方法告示」は平成 15 年厚生労働省告示第 318 号（最 終改正平成 17 年厚生労働省告示第 75 号）「水道法施行規則第 17 条第 2 項の規定に基 づき厚生労働大臣が定める遊離残留塩素及び結合残留塩素の検査方法」をいう。	

目標 1 アンチモン

第 1 水素化物発生—原子吸光光度法

1 試 薬

- (1) 精製水
測定対象成分を含まないもの
- (2) 硝酸
- (3) 塩酸 (1 + 1)
- (4) 塩酸 (1 + 3)
- (5) 塩酸 (2 + 3)
- (6) ヨウ化カリウム溶液 (20w / v %)
- (7) 水素化ホウ素ナトリウム溶液
検査方法告示の別表第 8 の 1 (6) の例による。
- (8) アンチモン標準原液
別添方法 4 の 1 (9) の例による。
- (9) アンチモン標準液
アンチモン標準原液を精製水で 1000 倍に薄めたもの
この溶液 1 ml は、アンチモン 0.001mg 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) 水素化物発生装置
- (2) 原子吸光光度計及びアンチモン中空陰極ランプ
- (3) アルゴンガス
検査方法告示の別表第 3 の 2 (2) の例による。
- (4) 加熱吸収セル

3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第 3 の 3 の例による。

4 試験操作

- (1) 前処理
検水 20~100ml (検水に含まれるアンチモンの濃度が 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) を採り、塩酸 (1 + 1) 4ml 及びヨウ化カリウム溶液 (20w / v %) 2ml を加え、静かに加熱する。液量が 20ml 以下になったら加熱をやめ、冷後、精製水を加えて 20ml とし、これを試験溶液とする。
ただし、濁りがある場合はろ過し、ろ液を試験溶液とする。
- (2) 分 析
水素化物発生装置にアルゴンガスを流しながら、試験溶液、塩酸 (2 + 3) 及び水素化ホウ素ナトリウム溶液を連続的に装置内に導入し、水素化物を発生させる。発生した水素化物を加熱吸収セル—原子吸光光度計に導入し、波長 217.6nm で吸光度を測定し、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のアンチモンの濃度を求

め、検水中のアンチモンの濃度を算定する。

5 検量線の作成

アンチモン標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに塩酸（1 + 1）4 ml 及びヨウ化カリウム溶液（20 w / v %）2 ml を加え、更に精製水を加えて 20 ml とする。以下上記 4 (2) と同様に操作して、アンチモンの濃度と吸光度との関係を求める。

第 2 水素化物発生—誘導結合プラズマ発光分光分析法

1 試薬

(1) 精製水

第 1 の 1 (1) の例による。

(2) 硝酸

(3) 塩酸（1 + 1）

(4) 塩酸（1 + 3）

(5) 塩酸（2 + 3）

(6) ヨウ化カリウム溶液（20 w / v %）

(7) 水素化ホウ素ナトリウム溶液

検査方法告示の別表第 8 の 1 (6) の例による。

(8) アンチモン標準原液

別添方法 4 の 1 (9) の例による。

(9) アンチモン標準液

第 1 の 1 (9) の例による。

この溶液 1 ml は、アンチモン 0.001 mg を含む。

2 器具及び装置

(1) 水素化物発生装置

(2) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置

(3) アルゴンガス

検査方法告示の別表第 3 の 2 (2) 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 3 の 3 の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

第 1 の 4 (1) の例による。

(2) 分析

水素化物発生装置にアルゴンガスを流しながら、試験溶液、塩酸（2 + 3）及び水素化ホウ素ナトリウム溶液を連続的に装置内に導入し、水素化物を発生させる。発生した水素化物を誘導結合プラズマ発光分光分析装置のプラズマトーチに導入し、波長 217.581 nm で発光強度を測定し、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のアンチモンの濃度を求め、検水中のアンチモンの濃度を算定する。

5 検量線の作成

アンチモン標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに塩酸（1 + 1）4 ml 及

びヨウ化カリウム溶液 (20w/v%) 2ml を加え、更に精製水を加えて 20ml とする。以下上記 4 (2) と同様に操作して、アンチモンの濃度と発光強度との関係を求める。

第 3 誘導結合プラズマ—質量分析装置による一斉分析法

別添方法 4 に定める方法

目標 2 ウラン

第 1 誘導結合プラズマ—質量分析装置による一斉分析法

別添方法 4 に定める方法

第 2 固相抽出—誘導結合プラズマ発光分光分析法

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 硝酸

(3) 硝酸 (1 + 13)

(4) 硝酸 (2 + 13)

(5) 酢酸アンモニウム

(6) 酢酸アンモニウム溶液 (0.1mol/L)

(7) 水酸化ナトリウム溶液 (1mol/L)

(8) CyDTA 溶液 (0.1mol/L)

トランス-1, 2-シクロヘキサンジアミン-N, N, N', N'-四酢酸 (1 水塩) (CyDTA) 3.6 g を水酸化ナトリウム溶液 (1 mol/L) に溶かして 100ml としたもの

(9) アンモニア水

(10) 内部標準原液

検査方法告示の別表第 5 の 1 (2) の例による。

(11) 内部標準液

内部標準原液を精製水で 2000 倍に薄めたもの

この溶液 1 ml は、イットリウム 0.0005mg を含む。

(12) ウラン標準原液

この溶液 1 ml は、ウラン 0.001mg を含む。

(13) ウラン標準液

ウラン標準原液を精製水で 10 倍に薄めたもの

この溶液 1 ml は、ウラン 0.0001mg を含む。

2 器具及び装置

(1) 固相カラム

イミノ二酢酸キレート樹脂を充填したディスク若しくはミニカラム又はこれと同等以上の性能を有するもの

(2) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置

超音波噴霧装置を備えたもの

(3) アルゴンガス

検査方法告示の別表第3の2(2)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3の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムに硝酸(2+13) 20ml、精製水 50ml を2回、酢酸アンモニウム溶液(0.1mol/L) 50ml を順次注入する。次に、検水 1000ml(検水に含まれるウランの濃度が0.02mg/Lを超える場合には、0.0002~0.02mg/Lとなるように精製水を加えて1000mlに調製したもの)を採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸の量が10mlとなるように硝酸を加え、更に酢酸アンモニウム7.7gを加え、溶解させた後、CyDTA溶液(0.1mol/L) 10mlを加える。この溶液をアンモニア水を用いてpH値を5.6に調整した後、毎分50~100ml(ミニカラムの場合は毎分10~20ml)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硝酸(1+13) 5mlを2回緩やかに流し、試験管に採る。試験管の溶出液に内部標準液2mlを加え、更に精製水を加えて20ml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を誘導結合プラズマ発光分光分析装置に導入し、ウランの測定波長385.958nm及びイットリウムの測定波長371.029nmでそれぞれの発光強度を測定し、イットリウムに対するウランの発光強度比を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のウランの濃度を求め、検水中のウランの濃度を算定する。

5 検量線の作成

ウラン標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに硝酸1ml及び内部標準液10mlを加え、更に精製水を加えて100mlとする。以下上記4(2)と同様に操作して、ウランの濃度と発光強度比との関係を求める。

目標3 ニッケル

第1 フレームレス—原子吸光光度法

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 硝酸

- (3) 硝酸 (1 + 1)
- (4) 硝酸 (1 + 160)
- (5) ニッケル標準原液
別添方法 4 の 1 (11) の例による。
- (6) ニッケル標準液
ニッケル標準原液を精製水で 1000 倍に薄めたもの
この溶液 1 ml は、ニッケル 0.001mg 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) フレームレス—原子吸光光度計及びニッケル中空陰極ランプ
- (2) アルゴンガス
検査方法告示の別表第 3 の 2 (2) 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 3 の 3 の例による。

4 試験操作

- (1) 前処理
検水 10~100ml (検水に含まれるニッケルの濃度が 0.03mg/L を超える場合には、0.0003~0.03mg/L となるように精製水を加えて調製したもの) を採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸の量が 1 ml となるように硝酸を加え、静かに加熱する。液量が 10ml 以下になったら加熱をやめ、冷後、精製水を加えて 10ml とし、これを試験溶液とする。
ただし、濁りがある場合はろ過し、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をフレームレス—原子吸光光度計に注入し、波長 232.0nm で吸光度を測定し、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中のニッケルの濃度を求め、検水中のニッケルの濃度を算定する。

5 検量線の作成

ニッケル標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに硝酸 1 ml 及び精製水を加えて 10ml とする。以下上記 4 (2) と同様に操作して、ニッケルの濃度と吸光度との関係を求める。

第 2 誘導結合プラズマ発光分光分析法

1 試 薬

- (1) 精製水
第 1 の 1 (1) の例による。
- (2) 内部標準原液
検査方法告示の別表第 5 の 1 (2) の例による。
- (3) 内部標準液
検査方法告示の別表第 5 の 1 (3) の例による。
- (4) 硝酸

- (5) 硝酸（1 + 1）
- (6) 硝酸（1 + 160）
- (7) ニッケル標準原液
別添方法4の1(11)の例による。
- (8) ニッケル標準液
第1の1(6)の例による。

2 器具及び装置

- (1) 誘導結合プラズマ発光分光分析装置
超音波噴霧装置を備えたもの
- (2) アルゴンガス
検査方法告示の別表第3の2(2)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3の3の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水 50～500ml（検水に含まれるニッケルの濃度が 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）を採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸の量が 5 ml となるように硝酸を加え、静かに加熱する。液量が 45ml 以下になったら加熱をやめ、冷後、内部標準液 5 ml を加え、更に精製水を加えて 50ml とし、これを試験溶液とする。

ただし、濁りがある場合はろ過し、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を誘導結合プラズマ発光分光分析装置に導入し、表1に示す測定波長でニッケルとイットリウムの発光強度を測定し、イットリウムに対するニッケルの発光強度比を求め、下記5により作成した検量線から試験溶液中のニッケルの濃度を求め、検水中のニッケルの濃度を算定する。

表1 測定波長

金属	測定波長 (nm)
ニッケル	231.604、232.003、221.647
イットリウム ※	371.029

※印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

ニッケル標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに硝酸 5 ml 及び内部標準液 5 ml を加え、更に精製水を加えて 50ml とする。以下上記4(2)と同様に操作して、ニッケルの濃度と発光強度比との関係を求める。

第3 誘導結合プラズマ—質量分析装置による一斉分析法

別添方法4に定める方法

目標 5 1, 2-ジクロロエタン

目標 8 トルエン

第 1 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

別添方法 1 に定める方法

第 2 ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

別添方法 2 に定める方法

目標 9 フタル酸ジ (2-エチルヘキシル)

溶媒抽出ーガスクロマトグラフー質量分析法

1 試 薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アセトン

測定対象成分を含まないもの

(3) ヘキサン

測定対象成分を含まないもの

(4) 内部標準原液

フェナントレン d_{10} 0.100 g をヘキサンに溶かして 100ml としたもの

この溶液 1 ml は、フェナントレン d_{10} 1 mg を含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(5) 内部標準液

内部標準原液をヘキサンで 100 倍に薄めたもの

この溶液 1 ml は、フェナントレン d_{10} 0.01mg を含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(6) フタル酸ジ (2-エチルヘキシル) 標準原液

フタル酸ジ (2-エチルヘキシル) 0.100 g をヘキサンに溶かして 100ml としたもの

この溶液 1 ml は、フタル酸ジ (2-エチルヘキシル) 1 mg を含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(7) フタル酸ジ (2-エチルヘキシル) 標準液

フタル酸ジ (2-エチルヘキシル) 標準原液をヘキサンで 100 倍に薄めたもの

この溶液 1 ml は、フタル酸ジ（2－エチルヘキシル）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) 共栓付き比色管

容量 25ml のもので、精製水、アセトン及びヘキサンの順で洗浄したもの

(2) ガスクロマトグラフー質量分析計

ア 試料導入部

試料導入方式に応じて最適温度が設定できるもの

イ 分離カラム

内径 0.20～0.53mm、長さ 25～30m の熔融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に 10%ジメチルポリシロキサンを 0.10～0.50 μm の厚さに被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

ウ 分離カラムの温度

フタル酸ジ（2－エチルヘキシル）の最適分離条件に設定できるもの

例えば、50℃を 2 分間保持し、毎分 20℃の速度で 180℃まで上昇させ、更に毎分 4℃の速度で上昇させ、260℃を 4 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

試料は、精製水、アセトン及びヘキサンの順で洗浄したガラス瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、72 時間以内に試験する。

4 試験操作

(1) 前処理

検水 20ml（検水に含まれるフタル酸ジ（2－エチルヘキシル）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 20ml に調製したもの）を共栓付き比色管に採り、ヘキサン 2ml を加え、5 分間激しく振り混ぜる。静置後、ヘキサン層の一定量を分取し、これに内部標準液 50 μl を加え、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 に示すフタル酸ジ（2－エチルヘキシル）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フタル酸ジ（2－エチルヘキシル）の濃度を求め、検水中のフタル酸ジ（2－エチルヘキシル）濃度を算定する。

表 1 フラグメントイオン

	フラグメントイオン (m/z) (イオン強度順)
フタル酸ジ (2-エチルヘキシル)	149、167
フェナントレン d ₁₀ ※	188、160

※印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

フタル酸ジ (2-エチルヘキシル) 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 20ml とする。以下上記 4 の (1) 及び (2) と同様に操作して、フタル酸ジ (2-エチルヘキシル) 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、フタル酸ジ (2-エチルヘキシル) の濃度との関係を求める。

目標 10 亜塩素酸

目標 12 二酸化塩素

第 1 イオンクロマトグラフ法

1 試薬

- (1) 精製水
測定対象成分を含まないもの
- (2) エチレンジアミン溶液 (50mg/ml)
検査方法告示の別表第 13 の 1 (2) の例による。
- (3) 亜硝酸ナトリウム溶液 (1 w/v %)
亜硝酸ナトリウム 10 g を精製水に溶かして 1 L としたもの
この溶液は、使用の都度調製する。
- (4) 溶離液
測定対象成分が分離できるもの
- (5) 除去液
検査方法告示の別表第 13 の 1 (4) の例による。
- (6) ヨウ化カリウム溶液 (5 w/v %)
- (7) 窒素ガス
検査方法告示の別表第 16 の 2 の 1 (4) の例による。
- (8) ヨウ素酸カリウム溶液 (0.017mol/L)
検査方法告示の別表第 19 の 1 (6) の例による。
- (9) 硫酸 (1 + 5)
- (10) でんぷん溶液
検査方法告示の別表第 19 の 1 (9) の例による。

(11) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L)

検査方法告示の別表第 19 の 1 (10) の例による。

(12) 塩酸 (1 + 24)

(13) 亜塩素酸標準原液

亜塩素酸ナトリウム 1.8 g (純度 80%) を精製水に溶かして 1 L としたもの

なお、次に定める方法により含有する亜塩素酸の濃度を測定する。

共栓付き三角フラスコにヨウ化カリウム 1 g 及び塩酸 (1 + 24) 50ml を採り、これに亜塩素酸標準原液 20ml を加え、チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L) で滴定し、液の褐色が淡黄色に変わったら 1 ~ 2 ml のでんぷん溶液を指示薬として加え、液の青色が消えるまで更に滴定する。これに要したチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L) の ml 数 a から次式により溶液に含まれる亜塩素酸の濃度 (mg/ml) を算定する。

$$\text{亜塩素酸 (mg/ml)} = (a \times 1.686 \times f) / 20$$

この式において、f はチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L) のファクターを表す。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(14) 亜塩素酸標準液

亜塩素酸として 10mg に相当する亜塩素酸標準原液を採り、精製水を加えて 1 L としたもの

この溶液 1 ml は、亜塩素酸 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) 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) イオンクロマトグラフ

ア 分離カラム

内径 2 ~ 8 mm、長さ 5 ~ 25cm のもので、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

なお、懸濁物質や有機物による分離カラムの汚染を防ぐため、プレカラムが接続していること。

イ 検出器

電気伝導度検出器

3 試料の採取及び保存

(1) 二酸化塩素及び亜塩素酸

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に泡立てないように採取し、試料 1 L につきエチレンジアミン溶液 (50mg/ml) 1 ml 及び亜硝酸ナトリウム溶液 (1 w/v %) 50ml を加え、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、2 4 時間以内に試験する。

(2) 亜塩素酸

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、散気用フィルター付

きの管を用い窒素ガスで 15 分間曝気した後、試料 1 L につきエチレンジアミン溶液 (50mg / ml) 1 ml を加える。

ただし、二酸化塩素を含まない試料については、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、試料 1 L につきエチレンジアミン溶液 (50mg / ml) 1 ml を加え、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、24 時間以内に試験する。

4 試験操作

(1) 前処理

ア 二酸化塩素及び亜塩素酸

上記 3 (1) の検水 (検水に含まれる二酸化塩素及び亜塩素酸の濃度が 1.2mg / L を超える場合には、0.06 ~ 1.2mg / L となるように精製水を加えて調製したもの) 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。

イ 亜塩素酸

上記 3 (2) の検水 (検水に含まれる亜塩素酸の濃度が 1.2mg / L を超える場合には、0.06 ~ 1.2mg / L となるように精製水を加えて調製したもの) 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

ア 二酸化塩素及び亜塩素酸

上記 (1) ア で得られた試験溶液の一定量をイオンクロマトグラフに注入し、亜塩素酸のピーク高さ又はピーク面積を求める。

イ 亜塩素酸

上記 (1) イ で得られた試験溶液の一定量をイオンクロマトグラフに注入し、亜塩素酸のピーク高さ又はピーク面積を求める。

(3) 濃度の計算

ア 二酸化塩素及び亜塩素酸

上記 (2) ア で得られた亜塩素酸のピーク高さ又はピーク面積から、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中の亜塩素酸濃度を求め、上記 3 (1) で加えた亜硝酸ナトリウム (1 w / v %) の量による補正係数 1.05 を乗じて、検水中の二酸化塩素及び亜塩素酸の濃度 (b) を求める。

イ 亜塩素酸

上記 (2) イ で得られた亜塩素酸のピーク高さ又はピーク面積から、下記 5 により作成した検量線から試験溶液中の亜塩素酸濃度を求め、検水中の亜塩素酸の濃度 (c) を求める。

ウ 二酸化塩素

ア及びイで得られた濃度の差 (b - c) から、検水中の二酸化塩素の濃度を算定する。

5 検量線の作成

亜塩素酸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 (2) イ と同様に操作して、亜塩素酸の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

第2 イオンクロマトグラフィーポストカラム吸光度法

1 試薬

- (1) 精製水
第1の1(1)の例による。
- (2) エチレンジアミン溶液 (50mg/ml)
検査方法告示の別表第13の1(2)の例による。
- (3) 亜硝酸ナトリウム溶液 (1 w/v %)
第1の1(3)の例による。
- (4) 溶離液
第1の1(4)の例による。
- (5) ヨウ化カリウム溶液 (5 w/v %)
- (6) 窒素ガス
検査方法告示の別表第16の2の1(4)の例による。
- (7) 硫酸 (1 mol/L)
検査方法告示の別表第18の1(3)の例による。
- (8) 臭化カリウム-硫酸溶液
検査方法告示の別表第18の1(4)の例による。
- (9) 亜硝酸ナトリウム溶液
検査方法告示の別表第18の1(5)の例による。
- (10) ヨウ素酸カリウム溶液 (0.017mol/L)
検査方法告示の別表第19の1(6)の例による。
- (11) 硫酸 (1 + 5)
- (12) でんぷん溶液
検査方法告示の別表第19の1(9)の例による。
- (13) チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1mol/L)
検査方法告示の別表第19の1(10)の例による。
- (14) 塩酸 (1 + 24)
- (15) 亜塩素酸標準原液
第1の1(13)の例による。
- (16) 亜塩素酸標準液
第1の1(14)の例による。

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) イオンクロマトグラフ
検査方法告示の別表第18の2(2)の例による。

3 試料の採取及び保存

第1の3の例による。

4 試験操作

第1の4の例による。

5 検量線の作成

第1の5の例による。

6 その他

第1の3(2)の例により採取又は保存した試料を用いて検査方法告示の別表第18に定める方法により、臭素酸と亜塩素酸を一斉に分析することができる。

目標 13 ジクロロアセトニトリル

目標 14 抱水クロラール

溶媒抽出—ガスクロマトグラフ—質量分析計による一斉分析法

別添方法3に定める方法

目標 15 農薬類

表1に掲げる農薬ごとに、それぞれ同表に定める方法による。ただし、表1の検査方法に参考と付した方法については、目標値の100分の1の定量下限を満たさない、あるいは真度、精度を確保できない可能性が高い方法である。

表1 農薬類検査方法一覧

農薬名	検査方法	別添方法
1, 3-ジクロロプロペン (D-D) 注1)	P T-G C-M S法: 参考 H S-G C-M S法: 参考	別添方法 7 別添方法 8
2, 2-D P A (ダラボン)	L C-M S法: 参考 L C-M S法	別添方法 20 別添方法 20 の 2
2, 4-D (2, 4-P A)	固相抽出-誘導体化-G C-M S法 固相抽出-L C-M S法 L C-M S法	別添方法 6 別添方法 18 別添方法 20 の 2
E P N 注2)	固相抽出-G C-M S法: 参考 L C-M S法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
M C P A	L C-M S法: 参考	別添方法 20 の 2
アシベンゾラルSメチル	L C-M S法: 参考	別添方法 20 の 2
アシュラム	固相抽出-H P L C法 固相抽出-L C-M S法 L C-M S法: 参考	別添方法 9 別添方法 18 別添方法 20 の 2
アセタミプリド	固相抽出-G C-M S法 L C-M S法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
アセフェート	L C-M S法: 参考 L C-M S法	別添方法 20 別添方法 20 の 2
アゾキシストロビン	固相抽出-L C-M S法 L C-M S法	別添方法 18 別添方法 20 の 2
アトラジン	固相抽出-G C-M S法 L C-M S法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
アニロホス	固相抽出-G C-M S法: 参考 L C-M S法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
アミトラズ	L C-M S法: 参考	別添方法 20 の 2
アメトリン	固相抽出-G C-M S法 L C-M S法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
アラクロール	固相抽出-G C-M S法 L C-M S法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
イソキサチオン 注2)	固相抽出-G C-M S法 L C-M S法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
イソフェンホス 注2)	固相抽出-G C-M S法: 参考 L C-M S法: 参考	別添方法 5 別添方法 20 の 2
イソプロカルブ (M I P C)	固相抽出-G C-M S法 L C-M S法	別添方法 5 別添方法 20 の 2

イソプロチオラン (IPT)	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
イナベンフィド	LC—MS法	別添方法 20 の 2
イプロジオン	固相抽出—GC—MS法 固相抽出—HPLC法 固相抽出—LC—MS法	別添方法 5 別添方法 9 別添方法 18
イプロベンホス (IBP)	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
イミダクロプリド	LC—MS法	別添方法 20 の 2
イミノクタジン	固相抽出—HPLC—ポストカラム法：参考 溶媒抽出—HPLC—ポストカラム法：参考 固相抽出—LC—MS法	別添方法 16 別添方法 17 別添方法 21
インダノファン	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法：参考	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
ウニコナゾールP	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
エスプロカルブ	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
エチプロール	LC—MS法	別添方法 20 の 2
エディフェンホス (エジフェンホス、EDDP)	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
エトキシスルフロソ	LC—MS法：参考	別添方法 20 の 2
エトフェンプロックス	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
エトベンザニド	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
エトリジアゾール (エクロメゾール)	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法：参考	別添方法 5 別添方法 20 の 2
エンドスルファン (ベンゾエピン) 注 3)	固相抽出—GC—MS法	別添方法 5
オキサジアルギル	LC—MS法	別添方法 20 の 2
オキサジクロメホン	LC—MS法	別添方法 20 の 2
オキサミル	LC—MS法：参考	別添方法 20 の 2
オキシソ銅 (有機銅)	固相抽出—LC—MS法 LC—MS法	別添方法 18 別添方法 20
オリサストロビン	固相抽出—GC—MS法	別添方法 5 の 2

	LC-MS法	別添方法 20 の 2
カズサホス	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
カフェンストロール	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
カルタップ 注 4)	LC-MS法	別添方法 20 の 2
カルバリル (NAC)	固相抽出-HPLC法 HPLC-ポストカラム法 固相抽出-LC-MS法 LC-MS法	別添方法 10 別添方法 14 別添方法 18 別添方法 20 の 2
カルプロパミド	固相抽出-LC-MS法 LC-MS法	別添方法 18 別添方法 20 の 2
カルボフラン	HPLC-ポストカラム法 固相抽出-LC-MS法 LC-MS法	別添方法 14 別添方法 18 別添方法 20 の 2
キザロホップエチル	LC-MS法	別添方法 20 の 2
キノクラミン (ACN)	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
キャプタン	固相抽出-GC-MS法	別添方法 5
クミルロン	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
グリホサート 注 5)	誘導体化-HPLC法 HPLC-ポストカラム法 誘導体化-固相抽出-LC-MS法	別添方法 12 別添方法 15 別添方法 22
グルホシネート	誘導体化-固相抽出-LC-MS法	別添方法 22
クロチアニジン	LC-MS法	別添方法 20 の 2
クロマフェノジド	LC-MS法	別添方法 20 の 2
クロメプロップ	LC-MS法	別添方法 20 の 2
クロルタールジメチル (TCTP)	固相抽出-GC-MS法	別添方法 5 の 2
クロルニトロフェン (CNP) 注 6)	固相抽出-GC-MS法：参考	別添方法 5
クロルピリホス 注 2)	固相抽出-GC-MS法：参考 LC-MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
クロルピリホスメチル	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2

クロロタロニル (TPN)	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法：参考	別添方法 5 別添方法 20 の 2
クロロネブ	固相抽出—GC—MS法	別添方法 5
シアナジン	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
シアノホス (CYAP)	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法：参考	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
ジウロン (DCMU)	固相抽出—LC—MS法 LC—MS法	別添方法 18 別添方法 20 の 2
ジクロフェンチオン (ECP)	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
ジクロベニル (DBN)	固相抽出—GC—MS法	別添方法 5
ジクロメジン	LC—MS法	別添方法 20 の 2
ジクロプロップ	LC—MS法	別添方法 20 の 2
ジクロルボス (DDVP)	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法：参考	別添方法 5 別添方法 20 の 2
ジクワット	固相抽出—HPLC法：参考 固相抽出—LC—MS法	別添方法 11 別添方法 21
ジスルホトン (エチルチオメトン)	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法：参考	別添方法 5 別添方法 20 の 2
ジチオカルバメート系農薬 注7)	HS—GC—MS法：参考	別添方法 24
ジチオピル	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
シデュロン	固相抽出—HPLC法 固相抽出—LC—MS法 LC—MS法	別添方法 9 別添方法 18 別添方法 20 の 2
シノスルフロン	LC—MS法：参考	別添方法 20 の 2
ジノテフラン	LC—MS法	別添方法 20 の 2
シハロホップブチル	固相抽出—GC—MS法	別添方法 5 の 2
ジフェノコナゾール	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
ジフルベンズロン	LC—MS法	別添方法 20 の 2
シプロコナゾール	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
シプロジニル	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2

シペルメトリン	LC-MS法	別添方法 20 の 2
シマジン (CAT)	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
シメコナゾール	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
ジメタメトリン	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
ジメチルビンホス	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
ジメトエート	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
シメトリン	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
ジメピペレート	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
シラフルオフェン	LC-MS法：参考	別添方法 20 の 2
シンメチリン	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
ダイアジノン 注 2)	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
ダイムロン	固相抽出-LC-MS法 LC-MS法	別添方法 18 別添方法 20 の 2
ダゾメット、メタム (カーバム) 及びメチルイソチオシアネート 注 8)	PT-GC-MS法	別添方法 23
チアクロプリド	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
チアジニル	LC-MS法	別添方法 20 の 2
チアメトキサム	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
チウラム	固相抽出-LC-MS法	別添方法 18
チオジカルブ	固相抽出-LC-MS法 LC-MS法	別添方法 18 別添方法 20 の 2
チオファネートメチル	固相抽出-HPLC法 固相抽出-LC-MS法 LC-MS法：参考	別添方法 9 別添方法 19 別添方法 20 の 2
チオベンカルブ	固相抽出-GC-MS法	別添方法 5

	LC-MS法	別添方法 20 の 2
チフルザミド	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
テトラクロルビンホス (CVMP)	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
テトラコナゾール	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
テニルクロール	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
テブコナゾール	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
テブフェノジド	LC-MS法	別添方法 20 の 2
テフリルトリオン	LC-MS法	別添方法 20 の 2
テルブカルブ (MBPMC)	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
トリクロピル	固相抽出-誘導体化-GC-MS法 固相抽出-LC-MS法 LC-MS法：参考	別添方法 6 別添方法 18 別添方法 20 の 2
トリクロルホン (DEP)	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
トリシクラゾール	固相抽出-LC-MS法 LC-MS法	別添方法 18 別添方法 20 の 2
トリネキサパックエチル	LC-MS法	別添方法 20 の 2
トリフルミゾール	固相抽出-GC-MS法：参考 LC-MS法：参考	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
トリフルラリン	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法：参考	別添方法 5 別添方法 20 の 2
トルクロホスメチル 注2)	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
トルフェンピラド	LC-MS法	別添方法 20 の 2
ナプロアニリド	LC-MS法	別添方法 20 の 2
ナプロパミド	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
ニテンピラム	LC-MS法	別添方法 20 の 2
パクロブトラゾール	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2

パラコート	固相抽出—L C—MS 法	別添方法 21
ハロスルフロンメチル	固相抽出—L C—MS 法 L C—MS 法	別添方法 18 別添方法 20 の 2
ビフェノックス	固相抽出—G C—MS 法 L C—MS 法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
ピペロホス	固相抽出—G C—MS 法：参考 L C—MS 法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
ピメトロジン	L C—MS 法	別添方法 20 の 2
ピラクロニル	L C—MS 法	別添方法 20 の 2
ピラクロホス	固相抽出—G C—MS 法 L C—MS 法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
ピラゾキシフェン	固相抽出—G C—MS 法 L C—MS 法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
ピラズスルフロンエチル	L C—MS 法：参考	別添方法 20 の 2
ピラゾリネート（ピラゾレート）	L C—MS 法：参考	別添方法 20 の 2
ピリダフェンチオン	固相抽出—G C—MS 法：参考 L C—MS 法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
ピリプチカルブ	固相抽出—G C—MS 法 L C—MS 法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
ピリプロキシフェン	固相抽出—G C—MS 法 L C—MS 法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
ピリミノバックメチル	固相抽出—G C—MS 法 L C—MS 法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
ピリミホスメチル	固相抽出—G C—MS 法 L C—MS 法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
ピロキロン	固相抽出—G C—MS 法 L C—MS 法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
フィプロニル	固相抽出—L C—MS 法 L C—MS 法	別添方法 18 別添方法 20 の 2
フェニトロチオン（ME P）注 2）	固相抽出—G C—MS 法 L C—MS 法：参考	別添方法 5 別添方法 20 の 2
フェノキサニル	L C—MS 法	別添方法 20 の 2
フェノブカルブ（BPMC）	固相抽出—G C—MS 法 L C—MS 法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
フェリムゾン	L C—MS 法	別添方法 20 の 2

フェンチオン (MPP) 注9)	固相抽出—GC—MS法 固相抽出—LC—MS法 LC—MS法	別添方法5 別添方法18 別添方法20の2
フェントエート (PAP)	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法	別添方法5 別添方法20の2
フェントラザミド	LC—MS法	別添方法20の2
フサライド	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法	別添方法5 別添方法20の2
ブタクロール	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法	別添方法5の2 別添方法20の2
ブタミホス 注2)	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法	別添方法5 別添方法20の2
ブプロフェジン	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法	別添方法5 別添方法20の2
フラザスルフロシ	固相抽出—LC—MS法 LC—MS法	別添方法18 別添方法20の2
フラメトピル	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法	別添方法5の2 別添方法20の2
フルアジナム	LC—MS法	別添方法20の2
フルアジホップ	LC—MS法	別添方法20の2
フルスルファミド	LC—MS法	別添方法20の2
フルトラニル	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法	別添方法5 別添方法20の2
プレチラクロール	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法	別添方法5 別添方法20の2
プロシミドン	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法	別添方法5 別添方法20の2
プロチオホス 注2)	固相抽出—GC—MS法：参考	別添方法25
プロパニル (DCPA)	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法	別添方法5の2 別添方法20の2
プロパホス	固相抽出—GC—MS法：参考 LC—MS法	別添方法5の2 別添方法20の2
プロバルギット (BPPS)	LC—MS法	別添方法20の2
プロピコナゾール	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法	別添方法5 別添方法20の2
プロピザミド	固相抽出—GC—MS法	別添方法5

	LC-MS法	別添方法 20 の 2
プロベナゾール	固相抽出-LC-MS法	別添方法 18
プロボキスル (PHC)	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
プロマシル	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
プロメトリン	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
プロモブチド	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
ベノミル 注 10)	固相抽出-LC-MS法 LC-MS法	別添方法 18 別添方法 20 の 2
ペルメトリン 注 1)	LC-MS法	別添方法 20 の 2
ペンシクロン	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
ベンスリド (SAP)	固相抽出-LC-MS法 LC-MS法	別添方法 18 別添方法 20 の 2
ベンスルフロンメチル	固相抽出-LC-MS法 LC-MS法	別添方法 18 別添方法 20 の 2
ベンゾビシクロン	LC-MS法：参考	別添方法 20 の 2
ベンゾフェナップ	LC-MS法	別添方法 20 の 2
ベンダイオカルブ	LC-MS法：参考	別添方法 20 の 2
ベントザン	固相抽出-誘導体化-GC-MS法 固相抽出-LC-MS法 LC-MS法	別添方法 6 別添方法 18 別添方法 20 の 2
ペンディメタリン	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
ペントキサゾン	LC-MS法：参考	別添方法 20 の 2
ベンフラカルブ	固相抽出-LC-MS法 LC-MS法	別添方法 19 別添方法 20 の 2
ベンフルラリン (バスロジン)	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法：参考	別添方法 5 別添方法 20 の 2
ベンフレセート	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
ホキシム	LC-MS法：参考	別添方法 20 の 2
ホサロン	固相抽出-GC-MS法	別添方法 5 の 2

	LC-MS法	別添方法 20 の 2
ボスカリド	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
ホスチアゼート	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
ホセチル	LC-MS法 LC-MS法：参考	別添方法 20 別添方法 20 の 2
ポリカーバメート	誘導体化-HPLC法：参考	別添方法 13
マラチオン（マラソン）注2）	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
メコプロップ（MCP P）	固相抽出-誘導体化-GC-MS法 固相抽出-LC-MS法 LC-MS法	別添方法 6 別添方法 18 別添方法 20 の 2
メソミル	HPLC-ポストカラム法 固相抽出-LC-MS法 LC-MS法	別添方法 14 別添方法 18 別添方法 20 の 2
メタミドホス	LC-MS法	別添方法 20 の 2
メタラキシル	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
メチダチオン（DMTP）	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
メチルダイムロン	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
メトミノストロビン	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
メトラクロール	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
メトリブジン	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 の 2 別添方法 20 の 2
メフェナセット	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
メプロニル	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法	別添方法 5 別添方法 20 の 2
モノクロトホス	LC-MS法	別添方法 20 の 2
モリネート	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法：参考	別添方法 5 別添方法 20 の 2

リニュロン	LC-MS法	別添方法 20 の 2
-------	--------	-------------

- 注 1) 1, 3-ジクロロプロペン (D-D) の濃度は、異性体であるシス-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濃度を合計して算出すること。また、ペルメトリンの濃度は、異性体であるシス-ペルメトリン及びトランス-ペルメトリンの濃度を合計して算出すること。
- 注 2) 有機リン系農薬のうち、EPN、イソキサチオン、イソフェンホス、クロルピリホス、ダイアジノン、トルクロホスメチル、フェニトロチオン (MEP)、ブタミホス、プロチオホス及びマラチオン (マラソン) の濃度については、それぞれのオキソン体の濃度も測定し、それぞれの原体の濃度と、そのオキソン体それぞれの濃度を原体に換算した濃度を合計して算出すること。
- 注 3) エンドスルファン (ベンゾエピン) の濃度は、異性体である α -エンドスルファン及び β -エンドスルファンに加えて、代謝物であるエンドスルフェート (ベンゾエピンスルフェート) も測定し、 α -エンドスルファン及び β -エンドスルファンの濃度とエンドスルフェート (ベンゾエピンスルフェート) の濃度を原体に換算した濃度を合計して算出すること。
- 注 4) カルタップの濃度は、ネライストキシンとして測定し、カルタップに換算して算出すること。
- 注 5) グリホサートの濃度は、代謝物であるアミノメチルリン酸 (AMPA) も測定し、原体の濃度とアミノメチルリン酸 (AMPA) の濃度を原体に換算した濃度を合計して算出すること。
- 注 6) クロロニトロフェン (CNP) の濃度は、アミノ体の濃度も測定し、原体の濃度とアミノ体の濃度を原体に換算した濃度を合計して算出すること。
- 注 7) ジチオカルバメート系農薬の濃度は、ジネブ、ジラム、チウラム、プロピネブ、ポリカーバメート、マンゼブ (マンコゼブ) 及びマンネブの濃度を二硫化炭素に換算して合計して算出すること。
- 注 8) ダゾメット、メタム (カーバム) 及びメチルイソチオシアネートの濃度は、メチルイソチオシアネートとして測定すること。
- 注 9) フェンチオン (MPP) の濃度は、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濃度も測定し、フェンチオン (MPP) の原体の濃度と、その酸化物それぞれの濃度を原体に換算した濃度を合計して算出すること。
- 注 10) ベノミルの濃度は、メチル-2-ベンツイミダゾールカルバメート (MBC) として測定し、ベノミルに換算して算出すること。

目標 16 残留塩素

第 1 ジエチル-p-フェニレンジアミン法

残留塩素検査方法告示の別表第 1 に定める方法

第 2 電流法

残留塩素検査方法告示の別表第 2 に定める方法

第 3 吸光光度法

残留塩素検査方法告示の別表第 3 に定める方法

第 4 連続自動測定機器による吸光光度法

残留塩素検査方法告示の別表第 4 に定める方法

第 5 ポーラログラフ法

残留塩素検査方法告示の別表第5に定める方法

目標 17 カルシウム、マグネシウム等(硬度)

第1 フレーム—原子吸光光度計による一斉分析法

検査方法告示の別表第4に定める方法

第2 誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法

検査方法告示の別表第5に定める方法

第3 誘導結合プラズマ—質量分析装置による一斉分析法

検査方法告示の別表第6に定める方法

第4 イオンクロマトグラフによる一斉分析法

検査方法告示の別表第20に定める方法

第5 滴定法

検査方法告示の別表第22に定める方法

目標 18 マンガン

第1 フレームレス—原子吸光光度計による一斉分析法

検査方法告示の別表第3に定める方法

第2 誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法

検査方法告示の別表第5に定める方法

第3 誘導結合プラズマ—質量分析装置による一斉分析法

検査方法告示の別表第6に定める方法

目標 19 遊離炭酸

滴定法

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) エチルアルコール (50 v / v %)

(3) 水酸化ナトリウム溶液 (0.1 w / v %)

(4) フェノールフタレイン溶液

フェノールフタレイン 0.5 g をエチルアルコール (50 v / v %) 100ml に溶かし、この溶液が微紅色を呈するまで水酸化ナトリウム溶液 (0.1 w / v %) を加えたもの

(5) エチルアルコール (95 v / v %)

(6) MR 混合溶液

メチルレッド 0.02 g 及びブロムクレゾールグリーン 0.1 g をエチルアルコール (95 v / v %) に溶かして 100ml としたもの

(7) 炭酸ナトリウム溶液 (0.01 mol / L)

炭酸ナトリウム 1.060 g を精製水に溶かして 1 L としたもの

(8) 無炭酸精製水

検査方法告示別表第 31 の 1 (2) の例による。

(9) 硫酸 (0.01 mol / L)

硫酸 3 ml を精製水約 100ml 中に徐々に加え、冷後、精製水を加えて 1 L とした溶液を精製水で 5 倍に薄めたもの

なお、次に定める操作により硫酸 (0.01 mol / L) のファクター (f_1) を求める。

炭酸ナトリウム溶液 (0.01 mol / L) 25ml を白磁皿に採り、数滴の MR 混合溶液を指示薬として加え、硫酸 (0.01 mol / L) を用いて液が赤紫色を呈するまで滴定する。別に、同様に操作して空試験を行い、補正した硫酸 (0.01 mol / L) の ml 数 a から次式によりファクターを算定する。

$$\text{ファクター}(f_1) = 25 / a$$

(10) 水酸化ナトリウム溶液 (0.02 mol / L)

精製水約 100ml を採り、これに水酸化ナトリウム約 100 g を徐々に加えて飽和溶液を作り、密栓して一夜静置する。次いで、その上澄液 1 ml を採り、無炭酸精製水を加えて 1 L としたもの

なお、次に定める操作により水酸化ナトリウム溶液 (0.02 mol / L) のファクター (f_2) を求める。

硫酸 (0.01 mol / L) 25ml を白磁皿に採り、フェノールフタレイン溶液数滴を指示薬として加え、水酸化ナトリウム溶液 (0.02 mol / L) を用いて微紅色が消えずに残るまで滴定する。別に、同様に操作して空試験を行い、補正した水酸化ナトリウム溶液 (0.02 mol / L)

の ml 数 b から次式によりファクターを算定する。

$$\text{ファクター}(f_2) = 25 \times f_1 / b$$

この式において、 f_1 は硫酸 (0.01mol/L) のファクターを表す。

この溶液 1 ml は、炭酸カルシウムとして 1 mg を含む量に相当する。

(11) アスコルビン酸ナトリウム溶液 (1 w/v %)

2 器具

共栓付き比色管

容量 100ml のもの

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶に泡立てないように採取し、直ちに試験する。直ちに試験できない場合は、冷暗所に保存し、12 時間以内に試験する。

4 試験操作

(1) 総酸度の試験

検水 100ml をなるべく揺らないように注意して共栓付き比色管に採り、数滴のフェノールフタレイン溶液を指示薬として加え、水酸化ナトリウム溶液 (0.02mol/L) を用いて微紅色が消えずに残るまで滴定し、これを予備試験とする。

次に、検水 100ml を別の共栓付き比色管に採り、数滴のフェノールフタレイン溶液を指示薬として加え、これに予備試験で要した量の水酸化ナトリウム溶液 (0.02mol/L) を一時に加え、密栓して軽く揺り動かす。このとき、微紅色が消えずに残った場合は、これに要した水酸化ナトリウム溶液 (0.02mol/L) の ml 数 c から次式により検水中の総酸度の濃度 (mg/L) を算定する。また、検水が無色になった場合は、微紅色が消えずに残るまで水酸化ナトリウム溶液 (0.02mol/L) で更に滴定し、前後に要した水酸化ナトリウム溶液 (0.02mol/L) の ml 数 c から次式により検水中の総酸度の濃度 (mg/L) を算定する。

$$\text{総酸度 (mg/L)} = c \times f_2 \times 1 \times 1000 / 100$$

この式において、 f_2 は水酸化ナトリウム溶液 (0.02mol/L) のファクターを表す。

(2) 鉍酸酸度の試験

検水 100ml を白磁皿に採り、数滴の MR 混合溶液を指示薬として加え、水酸化ナトリウム溶液 (0.02mol/L) を用いて液が青色を呈するまで滴定する。これに要した水酸化ナトリウム溶液 (0.02mol/L) の ml 数 d から次式により検水中の鉍酸酸度の濃度 (mg/L) を算定する。

$$\text{鉍酸酸度 (mg/L)} = d \times f_2 \times 1 \times 1000 / 100$$

この式において、 f_2 は水酸化ナトリウム溶液 (0.02mol/L) のファクターを表す。

なお、残留塩素を含む試料の場合には、アスコルビン酸ナトリウム溶液 (1 w/v %) 1 ml を加えたものを検水とする。

(3) 遊離炭酸の算定

上記(1)及び(2)の操作によって得られた総酸度及び鉍酸酸度の濃度から次式により遊離炭酸の濃度 (mg/L) を算定する。

$$\text{遊離炭酸 (mg/L)} = (\text{総酸度 (mg/L)} - \text{鉍酸酸度 (mg/L)}) \times 0.88$$

目標 20 1, 1, 1-トリクロロエタン

目標 21 メチル-*t*-ブチルエーテル

第 1 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

別添方法 1 に定める方法

第 2 ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

別添方法 2 に定める方法

目標 22 有機物等 (過マンガン酸カリウム消費量)

滴定法

1 試 薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 過マンガン酸カリウム溶液 (0.5w/v%)

(3) 硫酸 (1+2)

精製水 200ml に硫酸 100ml をかく拌しながら徐々に加え、水浴上で加温しながら過マンガン酸カリウム溶液 (0.5w/v%) を用いて微紅色が消えずに残るまで加えたもの

(4) シュウ酸ナトリウム溶液 (0.005mol/L)

シュウ酸ナトリウム 0.670 g を精製水に溶かして 1 L としたもの

この溶液は、褐色瓶に入れて暗所に保存し、調製後 1 か月以内に使用する。

(5) 過マンガン酸カリウム溶液 (0.002mol/L)

過マンガン酸カリウム 0.316 g を精製水に溶かして 1 L としたもの

この溶液は、褐色瓶に入れて暗所に保存する。

この溶液 1 ml は、過マンガン酸カリウム 0.316mg を含む。

なお、次の操作により、過マンガン酸カリウム溶液 (0.002mol/L) のファクター(f)を求める。

精製水 100ml を数個の沸騰石を入れた三角フラスコに採り、これに硫酸 (1+2) 5 ml 及び過マンガン酸カリウム溶液 (0.002mol/L) 5 ml を加えて 5 分間煮沸した後、シュウ酸ナトリウム溶液 (0.005mol/L) 10ml 加えて脱色し、直ちに過マンガン酸カリウム溶液 (0.002mol/L) を用いて微紅色が消えずに残るまで加える。

次に、これに硫酸（1 + 2） 5 ml 及び過マンガン酸カリウム溶液（0.002mol/L） 5 ml を加えて 5 分間煮沸した後、シュウ酸ナトリウム溶液（0.005mol/L） 10ml を加え、直ちに過マンガン酸カリウム溶液（0.002mol/L）を用いて微紅色が消えずに残るまで滴定し、これに要した過マンガン酸カリウム溶液（0.002mol/L）の ml 数 a から次式によりファクター (f) を算定する。

$$\text{ファクター}(f) = 10 / (a + 5)$$

2 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、72 時間以内に試験する。

3 試験操作

検水 100ml を数個の沸騰石を入れた三角フラスコに採り、硫酸（1 + 2） 5 ml と過マンガン酸カリウム溶液（0.002mol/L） 10ml を加えて 5 分間煮沸した後、シュウ酸ナトリウム溶液（0.005mol/L） 10ml を加えて脱色し、直ちに過マンガン酸カリウム溶液（0.002mol/L）を用いて微紅色が消えずに残るまで滴定し、前後に要した過マンガン酸カリウム溶液（0.002mol/L）の ml 数 b から次式により検水中の過マンガン酸カリウム消費量（mg/L）を算定する。

$$\text{過マンガン酸カリウム消費量 (mg/L)} = (b \times f - 10) \times (1000 / 100) \times 0.316$$

この式において、f は過マンガン酸カリウム溶液（0.002mol/L）のファクターを表す。

目標 23 臭気強度（TON）

官能法

1 試薬

無臭味水

検査方法告示の別表第 33 の 1 (3) による。

2 器具及び装置

(1) 共栓付き三角フラスコ

容量 300ml のもの

(2) 恒温水槽

40～50℃に保持できるもの

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶に採取し、直ちに試験する。直ちに試験できない場合は、冷暗所に保存し、12 時間以内に試験する。

4 試験操作

(1) 予備試験

検水 200、40、10、4 ml をそれぞれ共栓付き三角フラスコに採り、無臭味水を加えてそ

れぞれ 200ml とし、これを予備試験水とする。別に、対照水として無臭味水 200ml を共栓付き三角フラスコに採る。

次に、それぞれの三角フラスコを恒温水槽で加温した後、まず対照水を激しく振り、開栓と同時に発生する蒸気の臭気をかぐ。

次いで、検水量の少ないほうから同様に操作して予備試験水の臭気を対照水と比較し、臭気が感じられる最小検水量を求める。

(2) 本試験

上記(1)で求めた最小検水量を表1の数値に照らして該当する予備試験検水量の縦系列に示す本試験に用いる検水量を求め、それぞれの量を共栓付き三角フラスコに採り、無臭味水を加えてそれぞれ 200ml とし、これを本試験水とする。

次いで、本試験水を予備試験と同様に操作して臭気を感知する最小検水量 a (ml) を求め、次式により試料の臭気強度を算出する。

$$\text{臭気強度 (TON)} = 200 / a$$

表1 臭気強度決定のための希釈検水量

予備試験の検水量 (ml)	200	40	10	4
本試験に用いる検水量 (ml)	200	40	10	4.0
	100	28.5	8.0	2.9
	67	20	6.7	2.0
	50	13.3	5.0	1.3
	40	10	4.0	1.0

目標 24 蒸発残留物

重量法

検査方法告示の別表第 23 の例による。

目標 25 濁度

第 1 比濁法

検査方法告示の別表第 38 の例による。

第 2 透過光測定法

検査方法告示の別表第 39 の例による。

第3 連続自動測定機器による透過光測定法

検査方法告示の別表第40の例による。

第4 積分球式光電光度法

検査方法告示の別表第41の例による。

第5 連続自動測定機器による積分球式光電光度法

検査方法告示の別表第42の例による。

第6 連続自動測定機器による散乱光測定法

検査方法告示の別表第43の例による。

第7 連続自動測定機器による透過散乱法

検査方法告示の別表第44の例による。

目標 26 pH 値

第1 ガラス電極法

検査方法告示の別表第31の例による。

第2 連続自動測定機器によるガラス電極法

検査方法告示の別表第32の例による。

目標 27 腐食性（ランゲリア指数）

計算法

1 試薬

- (1) 精製水
- (2) チオ硫酸ナトリウム溶液（0.3w/v%）
- (3) エチルアルコール（95v/v%）
- (4) MR混合溶液

目標 19 の 1 (6) の例による。

- (5) 炭酸ナトリウム溶液 (0.01mol/L)

目標 19 の 1 (7) の例による。

- (6) 硫酸 (0.01mol/L)

目標 19 の 1 (9) の例による。

この溶液 1 ml は、炭酸カルシウムとして 1 mg を含む量に相当する。

- (7) その他必要な試薬

カルシウムイオンの試験に必要な試薬

2 器具及び装置

- (1) ろ過装置

孔径 1 μm のメンブランフィルターを備えたもの

- (2) 蒸発皿

- (3) その他必要な装置

カルシウムイオンの試験に必要な装置

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したガラス瓶又はポリエチレン瓶に採取し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、24 時間以内に試験する。

4 試験操作

- (1) カルシウムイオンの試験

検査方法告示の別表第 4、別表第 5 又は別表第 20 の例による。

- (2) 総アルカリ度の試験

検水 100ml を白磁皿に採り、数滴の MR 混合溶液を指示薬として加え、硫酸 (0.01mol/L) を用いて液が赤紫色を呈するまで滴定する。これに要した硫酸 (0.01mol/L) の ml 数 a から次式により検水中の総アルカリ度 (mg/L) を算定する。

$$\text{総アルカリ度 (mg/L)} = a \times f \times 1 \times 1000 / 100$$

この式において、f は硫酸 (0.01mol/L) のファクターを表す。

なお、残留塩素を含む試料の場合には、あらかじめチオ硫酸ナトリウム溶液 (0.3w/v %) を加えたものを検水とする。

- (3) 溶解性物質の試験

検水 100ml を採り、ろ過装置でろ過し、フィルター上の残留物は少量の精製水を用いて洗浄する。

次に、105~110℃で乾燥させてデシケーター中で放冷後、秤量した蒸発皿にろ液及び洗液を採り、水浴上で蒸発乾固する。次に、これを 105~110℃で 2~3 時間乾燥させ、デシケーター中で放冷後、秤量し、蒸発皿の前後の重量差 b (mg) を求め、次式により検水中の溶解性物質の濃度 (mg/L) を算定する。

$$\text{溶解性物質 (mg/L)} = b \times 1000 / 100$$

- (4) ランゲリア指数の算定

上記(1)から(3)までの試験操作により得られたカルシウムイオンの濃度、総アルカリ度

及び溶解性物質の濃度から、次式によりランゲリア指数を算定する。

$$\text{ランゲリア指数} = \text{pH 値} - \text{pH}_s + [(T - 25) \times 1.5 \times 10^{-2}]$$

$$\text{pH}_s = 8.313 - \log [\text{Ca}^{2+}] - \log [\text{A}] + S$$

T : 検水の水温 (°C)

1.5×10^{-2} : 温度における補正係数

8.313 : 定数

$[\text{Ca}^{2+}]$: meq/L で示されたカルシウムイオン量

$$[\text{Ca}^{2+}] = [\text{Ca}^{2+}] (\text{mg/L}) \div (40.1 \div 2)$$

$[\text{A}]$: meq/L で示された総アルカリ度

$$[\text{A}] = [\text{A}] (\text{mg/L}) \div (100 \div 2)$$

S : 補正值で、次式により求める。

$$S = 2 \sqrt{\mu} / (1 + \sqrt{\mu})$$

$$\mu = 2.5 \times 10^{-5} \times S d$$

S d : 溶解性物質 (mg/L)

目標 28 従属栄養細菌

R 2 A 寒天培地法

1 培地及び試薬

- (1) 精製水
- (2) チオ硫酸ナトリウム
- (3) R 2 A 寒天培地

プロテオースペプトン No. 3 又はポリペプトン 0.5 g、カザミノ酸 0.5 g、粉末酵母エキス 0.5 g、ピルビン酸ナトリウム 0.3 g、ブドウ糖 0.5 g、硫酸マグネシウム (7 水塩) 0.05 g、溶性でんぷん 0.5 g、リン酸一水素カリウム 0.3 g 及び粉末寒天 15 g を精製水約 900ml に加熱溶解させ、滅菌後の pH 値が 7.1~7.3 となるように調整した後、精製水を加えて 1 L とし、高圧蒸気滅菌したもの

- (4) 水酸化ナトリウム溶液 (1 mol/L)

- (5) リン酸塩溶液

リン酸二水素カリウム 42.5 g を精製水 500ml に溶かし、更に水酸化ナトリウム溶液 (1 mol/L) を用いて pH 値を 7.2 に調整した後、精製水を加えて全量を 1 L としたもの

- (6) リン酸塩緩衝希釈水

リン酸塩溶液 1 ml を精製水 1 L に溶かし、高圧蒸気滅菌したもの

2 器具及び装置

- (1) 採水瓶

検査方法告示の別表第1の2(1)の例による。

(2) ペトリ皿

検査方法告示の別表第1の2(2)の例による。

(3) 低温恒温器

温度を19～21℃に保持できるもの

3 試料の採取及び保存

検査方法告示の別表第1の3の例による。

4 試験操作

検水（培養後の従属栄養細菌の集落数がペトリ皿1枚当たり300を超える場合には、30～300となるようにリン酸塩緩衝希釈水を加えて調製したもの）を2枚以上のペトリ皿に1mlずつ採り、これにあらかじめ加熱溶解させて45～50℃に保ったR2A寒天培地を約15mlずつ加えて十分に混合し、培地が固まるまで静置する。次に、ペトリ皿を逆さにして低温恒温器内で7日間培養する。培養後、各ペトリ皿の集落数を数え、その値を平均して菌数とする。

5 留意事項

- (1) 一般細菌の検査に合わせて実施することが望ましい。
- (2) 給水栓から採水するときは、栓口を火炎滅菌してから、しばらく放流して採水することが望ましい。火炎滅菌ができない場合は十分な放流を行う。
- (3) 菌数算出については、同一プレートで培養開始から48時間後、72時間後の菌数及び可能ならば14日間培養した後の菌数についても算出することが望ましい。

目標 29 1, 1-ジクロロエチレン

第1 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

別添方法1に定める方法

第2 ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

別添方法2に定める方法

目標 30 アルミニウム及びその化合物

第1 フレームレスー原子吸光光度計による一斉分析法

検査方法告示の別表第3の例による。

第 2 誘導結合プラズマ発光分光分析装置による一斉分析法

検査方法告示の別表第 5 の例による。

第 3 誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法

検査方法告示の別表第 6 の例による。

別添方法 1 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、1, 2-ジクロロエタン、トルエン、1, 1, 1-トリクロロエタン、メチルーtert-ブチルエーテル及び1, 1-ジクロロエチレンである。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 塩酸 (1 + 10)

(3) アスコルビン酸ナトリウム

(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 (5) の例による。

(6) 内部標準液

検査方法告示の別表第 14 の 1 (6) の例による。

(7) 揮発性有機化合物標準原液

1, 2-ジクロロエタン、トルエン、1, 1, 1-トリクロロエタン、メチルーtert-ブチルエーテル及び1, 1-ジクロロエチレンのそれぞれ 0.500 g について、メチルアルコール少量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 1 ml は、1, 2-ジクロロエタン、トルエン、1, 1, 1-トリクロロエタン、メチルーtert-ブチルエーテル及び1, 1-ジクロロエチレンをそれぞれ 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 ~ 2 ml のアンプルに小分けし、封入して冷凍保存する。

(8) 揮発性有機化合物混合標準液

それぞれの揮発性有機化合物標準原液 1 ml 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 1 ml は、それぞれの揮発性有機化合物を 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 を検水量 5 ml に対して 2 µl 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に示すそれぞれの揮発性有機化合物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揮発性有機化合物の濃度を算定する。

表1 フラグメントイオン

揮発性有機化合物	フラグメントイオン (m/z) (イオン強度順)
1, 2-ジクロロエタン	62, 49, 64
トルエン	91, 92
1, 1, 1-トリクロロエタン	97, 99, 61
メチル-tert-ブチルエーテル	73, 57
1, 1-ジクロロエチレン	61, 96, 98
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

揮発性有機化合物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 μ lの割合で注入する。以下上記4と同様に操作して、それぞれの揮発性有機化合物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、それぞれの揮発性有機化合物の濃度との関係を求める。

別添方法2 ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、1, 2-ジクロロエタン、トルエン、1, 1, 1-トリクロロエタン、メチル-tert-ブチルエーテル及び1, 1-ジクロロエチレンである。

1 試薬

(1) 精製水

別添方法1の1(1)の例による。

(2) 塩酸(1+10)

(3) アスコルビン酸ナトリウム

(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1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(6)の例による。

(7) 内部標準液

検査方法告示の別表第15の1(7)の例による。

(8) 揮発性有機化合物標準原液

別添方法1の1(7)の例による。

(9) 揮発性有機化合物混合標準液

別添方法1の1(8)の例による。

この溶液1mlは、それぞれの揮発性有機化合物を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)~(11)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 μ 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分間以上静置し、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ー質量分析計に注入し、別添方法1の表1に示すそれぞれの揮発性有機化合物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揮発性有機化合物の濃度を求め、検水中のそれぞれの揮発性有機化合物の濃度を算定する。

5 検量線の作成

揮発性有機化合物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 $2\mu\text{l}$ 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、それぞれの揮発性有機化合物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、それぞれの揮発性有機化合物の濃度との関係を求める。

別添方法 3 溶媒抽出—ガスクロマトグラフ—質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、ジクロロアセトニトリル及び抱水クロラールである。

1 試 薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) 塩化ナトリウム

測定対象成分を含まないもの

(4) メチルー t-ブチルエーテル

測定対象成分を含まないもの

(5) 無水硫酸ナトリウム

測定対象成分を含まないもの

(6) 内部標準原液

検査方法告示の別表第 17 の 1 (10) の例による。

(7) 内部標準液

検査方法告示の別表第 17 の 1 (11) の例による。

(8) ジクロロアセトニトリル標準原液

ジクロロアセトニトリル 0.100 g をメチルー t-ブチルエーテルに溶かして 100ml としたもの

この溶液 1 ml は、ジクロロアセトニトリル 1 mg を含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(9) 抱水クロラール標準原液

抱水クロラール 0.100 g をメチルー t-ブチルエーテルに溶かして 100ml としたもの

この溶液 1 ml は、抱水クロラール 1 mg を含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(10) 混合標準液

ジクロロアセトニトリル標準原液及び抱水クロラール標準原液のそれぞれ 0.1ml ずつをメスフラスコに採り、メチルー t-ブチルエーテルを加えて 100ml としたもの

この溶液 1 ml は、ジクロロアセトニトリル及び抱水クロラールをそれぞれ 0.001mg 含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

(1) ねじ口瓶

検査方法告示の別表第 14 の 2 (1) の例による。

(2) ねじ口バイアル

検査方法告示の別表第 17 の 2 (2) の例による。

(3) 共栓付き比色管

容量 30ml のもので、300℃で 1 時間加熱したもの

(4) ガスクロマトグラフ質量分析計

ア 試料導入部

試料導入方式に応じて最適温度が設定できるもの

イ 分離カラム

内径 0.20~0.53mm、長さ 25~30m の熔融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に 10%ジメチルポリシロキサンを 0.10~0.25 μm の厚さに被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

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、35℃を 3.5 分間保持し、毎分 15℃の速度で 100℃まで上昇させ、更に毎分 20℃の速度で 250℃まで上昇させ、3 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 キャリヤーガス

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

検査方法告示の別表第 17 の 3 の例による。

4 試験操作

(1) 前処理

検水 20ml (検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が 0.1mg/L を超える場合には、0.001~0.1mg/L となるように精製水を加えて 20ml に調製したもの) を共栓付き比色管に採り、塩化ナトリウム 8 g を加え、軽く振って溶かした後、メチルー t-ブチルエーテル 2 ml を加えて 1 分間激しく振り混ぜ、静置後、メチルー t-ブチルエーテル層の一定量を分取する。次に、無水硫酸ナトリウムを加え、更に内部標準液 50 μl を加え、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質量分析計に注入し、表 1 に示す対象物質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対象物質の濃度を求め、検水中のそれぞれの対象物質の濃度を算定する。

表 1 フラグメントイオン

	フラグメントイオン (m/z) (イオン強度順)
ジクロロアセトニトリル	74、82
抱水クロラール	82、111、146

1, 2, 3-トリクロロプロパン ※	75, 110
---------------------	---------

※印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

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 の(1)及び(2)と同様に操作して、対象物質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、対象物質の濃度との関係を求める。

別添方法 4 誘導結合プラズマ質量分析装置による一斉分析法

ここで対象とする項目は、アンチモン、ウラン及びニッケルである。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 硝酸

(3) 硝酸 (1 + 1)

(4) 硝酸 (1 + 160)

(5) 塩酸 (1 + 1)

(6) 塩酸 (1 + 3)

(7) 内部標準原液

検査方法告示の別表第 6 の 1 (2) の例による。

(8) 混合内部標準液

検査方法告示の別表第 6 の 1 (3) の例による。

(9) アンチモン標準原液

塩化アンチモン (Ⅲ) 1.874 g をメスフラスコに採り、少量の塩酸 (1 + 1) で溶かした後、塩酸 (1 + 3) で 1 L としたもの

この溶液 1 ml は、アンチモン 1 mg を含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(10) ウラン標準原液

この溶液 1 ml は、ウラン 0.001mg を含む。

(11) ニッケル標準原液

ニッケル 1.000 g を採り、少量の硝酸 (1 + 1) を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコに移し、硝酸 (1 + 160) を加えて 1 L としたもの

この溶液 1 ml は、ニッケル 1 mg を含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(12) 金属類混合標準液

アンチモン標準原液及びニッケル標準原液のそれぞれ 1 ml ずつをメスフラスコに採り、精製水を加えて 1 L とした溶液と、ウラン標準原液を等量ずつ混合し、精製水で 10 倍に薄めたもの

この溶液 1 ml は、それぞれの金属を 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

検査方法告示の別表第 6 の 2 (1) 及び (2) 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 3 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対象物質の濃度が表 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になるように精製水を加えて 100ml に調製したものを採り、試料採取のときに加えた量を含めて硝酸が 1 ml となるように加え、静かに加熱する。液量が 90ml 以下になったら加熱をやめ、冷後、混合内部標準液 10ml を加え、更に精製水を加えて 100ml とし、これを試験溶液とする。

ただし、濁りがある場合はろ過し、ろ液を試験溶液とする。

なお、混合内部標準液は、前処理の任意の段階での添加又は分析装置による自動添加でもよい。

(2) 分 析

上記(1)で得られた試験溶液を誘導結合プラズマ質量分析装置に導入し、表 1 に示すそれぞれの金属の質量数及び内部標準物質の質量数のイオン強度を測定し、内部標準物質に対するそれぞれの金属のイオン強度比を求め、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金属の濃度を求め、検水中のそれぞれの金属の濃度を算定する。

表 1 金属類の濃度範囲及び質量数

金属類	濃度範囲 (mg/L)	質量数
アンチモン	0.0003~0.03	121、123
ニッケル	0.0004~0.04	58、60、62
ウラン	0.0001~0.01	238
ベリリウム ※		9
コバルト ※		59
ガリウム ※		71
イットリウム ※		89
インジウム ※		115
タリウム ※		205

※印は内部標準物質である。

5 検量線の作成

金属類混合標準液を段階的にメスフラスコに採り、それぞれに硝酸 1 ml と混合内部標準液 10ml を加え、更に精製水を加えて 100ml とする。以下上記 4 (2)と同様に操作して、それぞれの金属の濃度とイオン強度比との関係を求める。

なお、混合内部標準液の添加は、試験溶液と同様とする。

別添方法5 固相抽出—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、E P N、アトラジン、アニロホス、アラクロール、イソキサチオン、イソフェンホス、イソプロカルブ (M I P C)、イソプロチオラン (I P T)、イプロジオン、イプロベンホス (I B P)、エスプロカルブ、エディフェンホス (エジフェンホス、E D D P)、エトフェンプロックス、エトリジアゾール (エクロメゾール)、エンドスルファン (ベンゾエピン)、カフェンストロール、キャプタン、クロルニトロフェン (C N P)、クロルピリホス、クロロタロニル (T P N)、クロロネブ、ジクロベニル (D B N)、ジクロルボス (D D V P)、ジスルホトン (エチルチオメトン)、ジチオピル、シマジン (C A T)、ジメタメトリン、ジメトエート、シメトリン、ジメピペレート、ダイアジノン、チオベンカルブ、テニルクロール、テルブカルブ (M B P M C)、トリクロルホン (D E P)、トリフルラリン、トルクロホスメチル、ナプロパミド、ピフェノックス、ピペロホス、ピリダフェンチオン、ピリブチカルブ、ピリプロキシフェン、ピロキロン、フェニトロチオン (M E P)、フェノブカルブ (B P M C)、フェンチオン (M P P)、フェントエート (P A P)、フサライド、ブタミホス、ブプロフェジン、フルトラニル、プレチラクロール、プロシミドン、プロピコナゾール、プロピザミド、ブロモブチド、ペンシクロン、ペンディメタリン、ベンフルラリン (ベスロジン)、マラチオン (マラソン)、メタラキシル、メチダチオン (D M T P)、メチルダイムロン、メフェナセット、メプロニル及びモリネートである。ただし、エンドスルファン(ベンゾエピン)は α -エンドスルファン及び β -エンドスルファンの異性体、代謝物であるエンドスルフェート (ベンゾエピンスルフェート) を、クロルニトロフェン (C N P) は代謝物であるC N P-アミノ体をそれぞれ測定する。また、プロピコナゾールは2つのピークに分かれるので、それぞれ測定する。更に、E P N、イソキサチオン、イソフェンホス、クロルピリホス、ダイアジノン、トルクロホスメチル、フェニトロチオン、ブタミホス及びマラチオン (マラソン) については、それぞれのおキソン体を測定する。また、フェンチオン (M P P) については、その酸化物であるM P Pスルホキシド、M P Pスルホン、M P Pオキソン、M P Pオキシンスルホキシド及びM P Pオキシンスルホンをそれぞれ測定する。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) ジクロロメタン

測定対象成分を含まないもの

(4) アセトン

測定対象成分を含まないもの

(5) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(6) 空気又は窒素ガス

測定対象成分を含まないもの

(7) 内部標準原液

9-ブロモアントラセン、アントラセン-d₁₀、クリセン-d₁₂のそれぞれ 10mg を別々のメスフラスコに採り、それぞれをジクロロメタンに溶かして 100ml としたもの

この溶液 1 ml は、9-ブロモアントラセン、アントラセン-d₁₀、クリセン-d₁₂をそれぞれ 0.1mg 含む。

この溶液は、冷凍保存する。

(8) 内部標準液

それぞれの内部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 1 ml は、9-ブロモアントラセン、アントラセン-d₁₀、クリセン-d₁₂をそれぞれ 0.001mg 含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(9) 農薬標準原液

E P N、アトラジン、アニロホス、アラクロール、イソキサチオン、イソフェンホス、イソプロカルブ (M I P C)、イソプロチオラン (I P T)、イプロジオン、イプロベンホス (I B P)、エスプロカルブ、エディフェンホス (エジフェンホス、E D D P)、エトフェンプロックス、エトリジアゾール (エクロメゾール)、 α -、 β -エンドスルファン (ベンゾエピン)、エンドスルフェート (ベンゾエピンスルフェート)、カフェンストロール、キャプタン、クロルニトロフェン (C N P)、クロルピリホス、クロロタロニル (T P N)、クロロネブ、ジクロベニル (D B N)、ジクロルボス (D D V P)、ジスルホトン (エチルチオメトン)、ジチオピル、シマジン (C A T)、ジメタメトリン、ジメトエート、シメトリン、ジメピペレート、ダイアジノン、チオベンカルブ、テニルクロール、テルブカルブ (M B P M C)、トリフルラリン、トルクロホスメチル、ナプロパミド、ビフェノックス、ピペロホス、ピリダフェンチオン、ピリブチカルブ、ピリプロキシフェン、ピロキロン、フェニトロチオン (M E P)、フェノブカルブ (B P M C)、フェンチオン (M P P)、フェントエート (P A P)、フサライド、ブタミホス、ブプロフェジン、フルトラニル、プレチラクロール、プロピザミド、プロモブチド、ペンシクロン、ペンディメタリン、ベンフルラリン (ベスロジン)、マラチオン (マラソン)、メタラキシル、メチダチオン (D M T P)、メチルダイムロン、メフェナセット、メプロニル、モリネート、イソフェンホスオキソン、ダイアジノンオキソン、トルクロホスメチルオキソン、フェニトロチオンオキソン、M P P スルホキシド、M P P スルホン、M P P オキソン、M P P オキシンスルホキシド及び M P P オキシンスルホンはそれぞれ 10mg、E P N オキソン、イソキサチオンオキソン、C N P-アミノ体、クロルピリホスオキソン、トリクロルホン (D E P)、ブタミホスオキソン、プロシミドン、プロピコナゾール及びマラオキソンはそれぞれ 100mg を別々のメスフラスコに採り、それぞれをジクロロメタンに溶かして 100ml としたもの

これらの溶液 1 ml は、EPN、アトラジン、アニロホス、アラクロール、イソキサチオン、イソフェンホス、イソプロカルブ (MIPC)、イソプロチオラン (IPT)、イブロジオン、イプロベンホス (IBP)、エスプロカルブ、エディフェンホス (エジフェンホス、EDDP)、エトフェンプロックス、エトリジアゾール (エクロメゾール)、 α 、 β —エンドスルファン (ベンゾエピン)、エンドスルフェート (ベンゾエピンスルフェート)、カフェンストロール、キャプタン、クロルニトロフェン (CNP)、クロルピリホス、クロロタロニル (TPN)、クロロネブ、ジクロベニル (DBN)、ジクロルボス (DDVP)、ジスルホトン (エチルチオメトン)、ジチオピル、シマジン (CAT)、ジメタメトリン、ジメトエート、シメトリン、ジメピペレート、ダイアジノン、チオベンカルブ、テニルクロール、テルブカルブ (MBPMC)、トリフルラリン、トルクロホスメチル、ナプロパミド、ビフェノックス、ピペロホス、ピリダフェンチオン、ピリブチカルブ、ピリプロキシフェン、ピロキロン、フェニトロチオン (MEP)、フェノブカルブ (BPMC)、フェンチオン (MPP)、フェントエート (PAP)、フサライド、ブタミホス、ブプロフェジン、フルトラニル、プレチラクロール、プロピザミド、ブロモブチド、ペンシクロン、ペンディメタリン、ベンフルラリン (ベスロジン)、マラチオン (マラソン)、メタラキシル、メチダチオン (DMTP)、メチルダイムロン、メフェナセツト、メプロニル、モリネート、イソフェンホスオキソン、ダイアジノンオキソン、トルクロホスメチルオキソン、フェニトロチオンオキソン、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オキシンスルホンをそれぞれ 0.1mg、EPNオキソン、イソキサチオンオキソン、CNP—アミノ体、クロルピリホスオキソン、トリクロルホン (DEP)、ブタミホスオキソン、プロシミドン、プロピコナゾール及びマラオキソンをそれぞれ 1 mg 含む。

これらの溶液は、冷凍保存する。

(10) 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 1 ml は、EPN、アトラジン、アニロホス、アラクロール、イソキサチオン、イソフェンホス、イソプロカルブ (MIPC)、イソプロチオラン (IPT)、イブロジオン、イプロベンホス (IBP)、エスプロカルブ、エディフェンホス (エジフェンホス、EDDP)、エトフェンプロックス、エトリジアゾール (エクロメゾール)、 α 、 β —エンドスルファン (ベンゾエピン)、エンドスルフェート (ベンゾエピンスルフェート)、カフェンストロール、キャプタン、クロルニトロフェン (CNP)、クロルピリホス、クロロタロニル (TPN)、クロロネブ、ジクロベニル (DBN)、ジクロルボス (DDVP)、ジスルホトン (エチルチオメトン)、ジチオピル、シマジン (CAT)、ジメタメトリン、ジメトエート、シメトリン、ジメピペレート、ダイアジノン、チオベンカルブ、テニルクロール、テルブカルブ (MBPMC)、トリフルラリン、トルクロホスメチル、ナプロパミド、ビフェノックス、ピペロホス、ピリダフェンチオン、ピリブチカルブ、ピリプロキシフェン、ピロキロン、フェニトロチオン (MEP)、フェノブカルブ (BPM

C)、フェンチオン (MPP)、フェントエート (PAP)、フサライド、ブタミホス、ブプロフェジン、フルトラニル、プレチラクロール、プロピザミド、プロモブチド、ペンシクロン、ペンディメタリン、ベンフルラリン (ベスロジン)、マラチオン (マラソン)、メタラキシル、メチダチオン (DMTP)、メチルダイムロン、メフェナセット、メプロニル、モリネート、イソフェンホスオキソン、ダイアジノンオキソン、トルクロホスメチルオキソン、フェントロチオンオキソン、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オキシンスルホンをそれぞれ 0.001mg、EPNオキソン、イソキサチオンオキソン、CNP-アミノ体、クロルピリホスオキソン、トリクロルホン (DEP)、ブタミホスオキソン、プロシミドン、プロピコナゾール及びマラオキシンをそれぞれ 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

スチレンジビニルベンゼン共重合体、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

(2) ガスクロマトグラフ-質量分析計

ア 試料導入部

試料導入方式に応じて最適温度が設定できるもの

イ 分離カラム

内径 0.25~0.53mm、長さ 15~60mの溶融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に 10%ジメチルポリシロキサンを 0.10~0.50 μm の厚さに被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

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°Cを1分間保持し、毎分 20°Cの速度で上昇させて 140°Cとし、続いて毎分 10°Cの速度で上昇させ、280°Cに3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 キャリヤーガス

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

試料は、精製水及びアセトンで洗浄したガラス瓶に採取し、満水にして直ちに密栓し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷蔵保存し、72 時間以内に試験する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、アスコルビン酸ナトリウム 0.01~0.02 g を加える。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにジクロロメタン 5 ml、メチルアルコール 5 ml 及び精製水 5 ml 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 0.01mg/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 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 3 ml 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 0.8ml 以下に濃縮し、これに内部標準液 0.2ml を加えた後、ジクロロメタンを加えて 1 ml 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 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、エンドスルファン（ベンゾエピン）は、異性体である α -エンドスルファン、 β -エンドスルファン及び代謝物であるエンドスルフェート（ベンゾエピンスルフェート）のそれぞれの濃度を合計してエンドスルファンとしての濃度を、クロルニトロフェン（CNP）は、代謝物である CNP-アミノ体の濃度を合計してクロルニトロフェンとしての濃度を算定する。また、プロピコナゾールは、2つのピークに分かれるので、それぞれのピーク高さ又はピーク面積の合計値からプロピコナゾールとしての濃度を算定する。更に、EPN、イソキサチオン、イソフェンホス、クロルピリホス、ダイアジノン、トルクロホスメチル、フェニトロチオン、ブタミホス及びマラチオン（マラソン）については、当該オキソン体の濃度を原体に換算し、その濃度を合計してそれぞれの濃度を算定する。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。

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)
EPN	157、169、185
EPNオキソン	141、169、306
アトラジン	200、215、173
アニコホス	226、125、228
アラクロール	188、160、146
イソキサチオン	105、177、313
イソキサチオンオキソン	161、105、125

イソフェンホス	213、121、185
イソフェンホスオキソン	229、201、314
イソプロカルブ (MIPC)	121、136、122
イソプロチオラン (IPT)	118、189、290
イプロジオン	314、316、187
イプロベンホス (IBP)	91、204、246
エスプロカルブ	91、222、162
エディフェンホス (エジフェンホス、EDDP)	109、173、310
エトフェンプロックス	163、135、183
エトリジアゾール (エクロメゾール)	211、183、213
エンドスルファン (ベンゾエピン)	α 195、241、267 β 195、241、267
エンドスルフェート (ベンゾエピンスルフェート)	272、274、229
カフェンストロール	100、188、167
キャプタン	79、149、117
クロルニトロフェン (CNP)	317、319、289
CNP-アミノ体	108、289、287
クロルピリホス	197、199、314
クロルピリホスオキソン	270、242、298
クロロタロニル (TPN)	266、264、268
クロロネブ	191、193、206
ジクロベニル (DBN)	171、100、173
ジクロルボス (DDVP)	79、109、185
ジスルホトン (エチルチオメトン)	89、97、186
ジチオピル	354、306、286
シマジン (CAT)	201、186、173
ジメタメトリン	212、255、240
ジメトエート	87、125、93
シメトリン	213、170、155
ジメピペレート	119、145、91
ダイアジノン	179、137、304
ダイアジノンオキソン	137、273、288
チオベンカルブ	100、72、125
テニルクロール	127、288、141
テルブカルブ (MBPMC)	205、220、206
トリクロルホン (DEP)	109、79、185
トリフルラリン	306、264、290

トルクロホスメチル	265、125、250
トルクロホスメチルオキソン	249、109、251
ナプロパミド	72、128、100
ビフェノックス	341、310、343
ピペロホス	122、140、320
ピリダフェンチオン	340、199、125
ピリブチカルブ	165、108、181
ピリプロキシフェン	136、226、137
ピロキロン	173、130、144
フェニトロチオン (ME P)	277、260、125
フェニトロチオンオキソン	244、109、261
フェノブカルブ (B P M C)	121、208、150
フェンチオン (M P P)	278、153、125
M P P スルホキシド	278、125、294
M P P スルホン	310、125、231
M P P オキソン	262、109、247
M P P オキシンスルホキシド	262、278、247
M P P オキシンスルホン	294、109、215
フェントエート (P A P)	274、125、93
フサライド	243、241、215
ブタミホス	286、258、200
ブタミホスオキソン	244、216、287
ブプロフェジン	105、175、106
フルトラニル	173、145、281
プレチラクロール	176、238、262
プロシミドン	283、96、285
プロピコナゾール	259、173、261
プロピザミド	173、145、175
ブロモブチド	119、232、120
ペンシクロン	125、180、127
ペンディメタリン	252、191、281
ベンフルラリン (ベスロジン)	292、264、276
マラソン (マラチオン)	127、173、93
マラオキソン	127、195、99
メタラキシル	160、206、132
メチダチオン (DM T P)	145、85、302
メチルダイムロン	107、119、91

メフェナセット	192、120、136
メプロニル	119、269、91
モリネート	126、98、188
9-プロモアントラセン ※	256、258、176
アントラセン-d ₁₀ ※	188、160、189
クリセン-d ₁₂ ※	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 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5の2 固相抽出—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、アセタミプリド、アメトリン、インダノファン、ウニコナゾールP、エトベンザニド、オリサストロビン、カズサホス、キノクラミン（ACN）、クミルロン、クロルタールジメチル（TCTP）、クロールピリホスメチル、シアナジン、シアノホス（CYAP）、ジクロフェンチオン（ECP）、シハロホップブチル、ジフェノコナゾール、シプロコナゾール、シプロジニル、シメコナゾール、ジメチルビンホス、シンメチリン、チアクロプリド、チアメトキサム、チフルザミド、テトラクロルビンホス（CVMP）、テトラコナゾール、テブコナゾール、トリフルミゾール、パクロブトラゾール、ピラクロホス、ピラゾキシフェン、ピリミノバックメチル、ピリミホスメチル、ブタクロール、フラメトピル、プロパニル（DCPA）、プロパホス、プロポキスル（PHC）、ブロマシル、プロメトリン、ベンフレセート、ホサロン、ボスカリド、ホスチアゼート、メトミノストロビン、メトラクロール及びメトリブジンである。ただし、ジメチルビンホス及びピリミノバックメチルは、E体とZ体をそれぞれ測定する。なお、メトミノストロビンは、E体のみを対象とする。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) ジクロロメタン

測定対象成分を含まないもの

(4) アセトン

測定対象成分を含まないもの

(5) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(6) 空気又は窒素ガス

測定対象成分を含まないもの

(7) 内部標準原液

9—ブロモアントラセン 10mg をメスフラスコに採り、ジクロロメタンに溶かして 100ml としたもの

この溶液 1 ml は、9—ブロモアントラセンを 0.1mg 含む。

この溶液は、冷凍保存する。

(8) 内部標準液

内部標準原液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 1 ml は、9—ブロモアントラセンを 0.001mg 含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(9) 農薬標準原液

アセタミプリド、アメトリン、インダノファン、ウニコナゾールP、エトベンザニド、オリサストロビン、カズサホス、キノクラミン（ACN）、クミルロン、クロールタルジメチル（TC TP）、クロールピリホスメチル、シアナジン、シアノホス（CYAP）、ジクロフェンチオン（ECP）、シハロホップブチル、ジフェノコナゾール、シプロコナゾール、シプロジニル、シメコナゾール、（E）ージメチルビンホス、（Z）ージメチルビンホス、シンメチリン、チアクロプリド、チアメトキサム、チフルザミド、テトラクロルビンホス（CVMP）、テトラコナゾール、テブコナゾール、トリフルミゾール、パクロブトラゾール、ピラクロホス、ピラゾキシフェン、（E）ーピリミノバックメチル、（Z）ーピリミノバックメチル、ピリミホスメチル、ブタクロール、フラメトピル、プロパニル（DCPA）、プロパホス、プロポキスル（PHC）、ブロマシル、プロメトリン、ベンフレセート、ホサロン、ボスカリド、ホスチアゼート、メトミノストロビン、メトラクロール及びメトリブジンのそれぞれ 10mg を別々のメスフラスコに採り、ジクロロメタンに溶かして 100ml としたもの

これらの溶液 1 ml 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。

(10) 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 1 ml は、それぞれの農薬を 0.001mg 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

別添方法 5 の 2 (2) ウの例による。

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 キャリヤーガス

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

試料は、精製水及びアセトンで洗浄したガラス瓶に採取し、満水にして直ちに密栓し、速やか

に試験する。速やかに試験できない場合は、冷蔵保存し、72 時間以内に試験する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、アスコルビン酸ナトリウム 0.01～0.02 g を加える。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにジクロロメタン 5 ml、メチルアルコール 5 ml 及び精製水 5 ml 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に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 5 ml 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 0.9ml 以下に濃縮し、これに内部標準液 0.1ml を加えた後、ジクロロメタンを加えて 1 ml 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 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、ジフェノコナゾール、シプロコナゾール及びホスチアゼートは、それぞれ 2 つのピークに分かれるので、それぞれのピーク高さ又はピーク面積の合計値からそれぞれの農薬としての濃度を算定する。また、ジメチルビンホス及びピリミノバックメチルは、E 体と Z 体それぞれの濃度を合計してそれぞれの農薬としての濃度を算定する。

表 1 各農薬の濃度範囲及びフラグメントイオン

農 薬 名	濃度範囲 (mg/L)	フラグメントイオン (m/z) (イオン強度順)
アセタミプリド	0.002～0.06	152、126
アメトリン	0.002～0.06	227、212
インダノファン	0.00006～0.006	174、159
ユニコナゾール P	0.0002～0.02	234、236
エトベンザニド	0.0006～0.02	179、149
オリサストロビン	0.0006～0.02	116、205
カズサホス	0.000006～0.0006	159、158
キノクラミン (ACN)	0.00002～0.002	207、172
クミルロン	0.0002～0.02	267、120
クロルタルジメチル (TCTP)	0.000006～0.0006	301、299
クロルピリホスメチル	0.0002～0.02	286、288
シアナジン	0.000006～0.002	225、212

シアノホス (CYAP)	0.00002~0.002	243、109
ジクロフェンチオン (ECP)	0.00006~0.006	279、223
シハロホップブチル	0.00006~0.006	256、229
ジフェノコナゾール	0.0002~0.02	323、265
シプロコナゾール	0.0002~0.02	222、139
シプロジニル	0.0006~0.02	224、225
シメコナゾール	0.0002~0.02	121、73
ジメチルビンホス	0.00006~0.006	295、297
シンメチリン	0.0006~0.02	105、123
チアクロプリド	0.0002~0.02	126、101
チアメトキサム	0.0002~0.02	212、182
チフルザミド	0.0002~0.02	194、449
テトラクロルビンホス (CVMP)	0.00006~0.006	329、331
テトラコナゾール	0.00006~0.006	336、338
テブコナゾール	0.0006~0.02	250、125
トリフルミゾール	0.0002~0.02	278、206
パクロブトラゾール	0.0002~0.02	236、125
ピラクロホス	0.00002~0.002	360、194
ピラゾキシフェン	0.00002~0.0006	105、91
ピリミノバックメチル	0.0002~0.02	302、256
ピリミホスメチル	0.0006~0.02	290、276
ブタクロール	0.0002~0.02	176、160
フラメトピル	0.0002~0.02	157、298
プロパニル (DCPA)	0.0002~0.02	161、163
プロパホス	0.00006~0.006	220、304
プロポキスル (PHC)	0.002~0.06	110、152
ブロマシル	0.0002~0.02	205、207
プロメトリン	0.0006~0.02	241、184
ベンフレセート	0.0006~0.02	163、256
ホサロン	0.0006~0.02	182、367
ボスカリド	0.0006~0.02	140、342
ホスチアゼート	0.00002~0.002	195、283
メトミノストロビン	0.0002~0.02	191、196
メトラクロール	0.002~0.06	162、238
メトリブジン	0.0002~0.02	198、144
9-プロモアントラセン ※		256、258、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、それぞれにジクロロメタンを加えて 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 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、2, 4-D (2, 4-PA)、トリクロピル、ベンタゾン及びメコプロップ (MCP P) である。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) 塩酸 (1 + 10)

(4) 水酸化ナトリウム溶液 (20 w / v %)

(5) メチルーtertブチルエーテル

測定対象成分を含まないもの

(6) ジクロロメタン

測定対象成分を含まないもの

(7) アセトン

測定対象成分を含まないもの

(8) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(9) ジアゾメタン溶液

検査方法告示の別表第 17 の 1 (9) の例による。

(10) 空気又は窒素ガス

測定対象成分を含まないもの

(11) 内部標準原液

別添方法 5 の 1 (7) の例による。

(12) 内部標準液

別添方法 5 の 1 (8) の例による。

(13) 農薬標準原液

2, 4-D (2, 4-PA)、トリクロピル、ベンタゾン及びメコプロップ (MCP P) 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 1 ml は、それぞれの農薬を 1 mg 含む。

これらの溶液は、冷凍保存する。

(14) 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 1 ml 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—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 キャリヤーガス

検査方法告示の別表第 14 の 2 (4) オの例による。

(3) ジアゾメタン生成装置

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 5 ml、メチルアルコール 5 ml 及び精製水 5 ml 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 3 ml 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 1 ml 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—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 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 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)
2, 4-D (2, 4-PA)	199、234、175
トリクロピル	210、212、271
ベンタゾン	212、254、105
メコプロップ (MCP P)	169、228、143
9-ブロモアントラセン ※	256、258、176
アントラセン-d ₁₀ ※	188、160、189
クリセン-d ₁₂ ※	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

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(5)の例による。

(6) 内部標準液

検査方法告示の別表第14の1(6)の例による。

(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 のアンプルに小分けし、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

5 ml に対して 2 μ 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 1 ml 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 5 ml に対して 2 μ 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 (6) の例による。
- (7) 内部標準液
検査方法告示の別表第 15 の 1 (7) の例による。
- (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。

2 器具及び装置

検査方法告示の別表第 15 の 2 (1) ~ (11) 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 3 g 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 μ 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 分間以上静置し、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ー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1 ml 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 μ 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、アシュラム、イプロジオン、シデュロン及びチオファネートメチルである。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アセトン

測定対象成分を含まないもの

(3) アスコルビン酸ナトリウム

(4) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(5) リン酸

(6) リン酸緩衝液 (0.05mol/L)

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

(7) EDTA 溶液

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

(8) 硝酸 (1+10)

(9) 窒素ガス

測定対象成分を含まないもの

(10) 農薬標準原液

アシュラム 100mg、イプロジオン 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 1 ml は、アシュラム及びイプロジオンをそれぞれ 1 mg、シデュロンを 2 mg 含む。

これらの溶液は、冷凍保存する。

(11) 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 1 ml は、チオファネートメチル 2 mg を含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(12) 農薬混合標準液

アシュラム、イプロジオン、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 5 ml 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 1 ml は、アシュラム及びイプロジオンをそれぞれ 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 3～6 mm、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

紫外外部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 5 ml 及び精製水 5 ml を順次注入する。次に、検水 500ml (検水に含まれるアシュラム及びイプロジオンの濃度が 0.05mg/L を超える場合には、0.005～0.05mg/L となるように、またシデュロン及びチオファネートメチルの濃度が 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 3 ml 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 1 ml 以下にした後、アセトニトリルを加えて 1 ml 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、紫外外部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) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アセトン

測定対象成分を含まないもの

(3) アスコルビン酸ナトリウム

(4) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(5) 窒素ガス

測定対象成分を含まないもの

(6) 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 1 ml は、カルバリル（NAC）0.1mg を含む。

この溶液は、冷凍保存する。

(7) 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 1 ml 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 3～5 mm、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) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アセトン

測定対象成分を含まないもの

(3) アスコルビン酸ナトリウム

(4) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(5) 水酸化ナトリウム溶液 (1 mol/L)

(6) 塩酸 (0.1 mol/L)

(7) 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 1 L としたもの

(8) 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 1 ml は、ジクワット 1 mg を含む。

この溶液は、冷暗所に保存する。

(9) 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 1 ml 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 (7) を使用する。

ウ 検出器

紫外外部吸収検出器で、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 5 ml 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 (1 mol/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 5 ml 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 5 ml 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 誘導體化—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) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アセトン

測定対象成分を含まないもの

(3) アスコルビン酸ナトリウム

(4) リン酸

(5) 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 6.8 g を精製水 1 L で溶かし、リン酸で pH 値を 2.5 に調整したもの

(6) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(7) 水酸化ナトリウム溶液（10w/v %）

(8) ホウ酸緩衝液

ホウ酸 12.36 g 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

(9) FMOC 溶液

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

(10) 酢酸エチル

測定対象成分を含まないもの

(11) 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 1 ml 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。

(12) 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 1 ml 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 1 ml は、グリホサート及びアミノメチルリン酸（AMPA）をそれぞれ 0.0001 mg 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 50 : 50 の割合で混合したもの

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 誘導體化—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) 精製水
測定対象成分を含まないもの
- (2) アスコルビン酸ナトリウム
- (3) アセトニトリル
測定対象成分を含まないもの
- (4) アセトン
測定対象成分を含まないもの
- (5) 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
- (6) 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
- (7) 水酸化ナトリウム溶液（12mol/L）
- (8) 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
- (9) 塩酸（2mol/L）
- (10) ジクロロメタン
測定対象成分を含まないもの
- (11) 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
- (12) ヘキサン
測定対象成分を含まないもの
- (13) 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 の割合で混合したもの
測定対象成分を含まないもの
- (14) 無水硫酸ナトリウム
測定対象成分を含まないもの
- (15) ポリエチレングリコールアセトン溶液（1 v / v %）
ポリエチレングリコール 400（平均分子量 400）1 ml 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
- (16) 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 の割合で混合したもの

(17) ジメチルスルホキシド

測定対象成分を含まないもの

(18) 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 1 ml は、ポリカーバメート 1 mg を含む。

この溶液は、冷凍保存する。

(19) 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 1 ml 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 2～6 mm、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 15 g 及び L-システイン塩酸塩 21.75 g 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) 5 ml を加えた後、塩酸 (2 mol/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 0.15 g 及びポリエチレングリコールアセトン溶液 (1 v/v%) 0.5ml を加え、減圧濃縮器を用いて 40°C 以下で溶媒を留去する。乾固直前の残留物に精製水 5 ml を加えて溶かした後、あらかじめアセトニトリル 5 ml 及び精製水 5 ml 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 5 ml 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 5 ml を流し、溶出液を採る。次に、あらかじめアセトニトリル 5 ml 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 (1 v/v%) 0.5ml を加え、減圧濃縮器を用いて 40°C 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 2 ml 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、カルバリル（NAC）、カルボフラン及びメソミルである。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アセトン

測定対象成分を含まないもの

(3) アスコルビン酸ナトリウム

(4) 2-プロピルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(5) 水酸化ナトリウム溶液 (0.05mol/L)

(6) 四ホウ酸ナトリウム溶液 (0.05mol/L)

(7) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(8) 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

(9) o-フタルアルデヒド溶液

o-フタルアルデヒド 0.2 g 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。

(10) 農薬標準原液

カルバリル（NAC）、カルボフラン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 1 ml 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。

(11) 農薬混合標準液

カルバリル（NAC）、カルボフラン及びメソミルの農薬標準原液 1 ml 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 1 ml 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

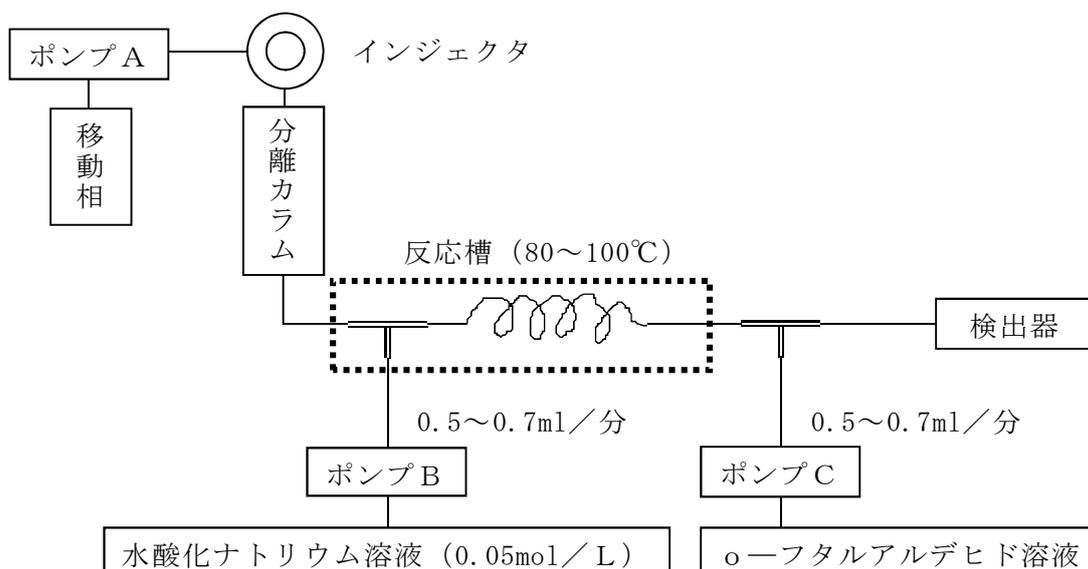


図1 高速液体クロマトグラフィーポストカラム装置の例

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バリル (NAC)、カルボフラン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) 精製水

別添方法 12 の 1 (1) の例による。

(2) アセトン

別添方法 12 の 1 (2) の例による。

(3) アスコルビン酸ナトリウム

(4) リン酸

(5) 次亜塩素酸ナトリウム溶液

水酸化ナトリウム 0.4 g 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 1.4 g、塩化ナトリウム 11.6 g 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 1 L とし、超音波処理等で十分に脱気したもの

(6) 四ホウ酸ナトリウム溶液 (0.05mol/L)

(7) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(8) 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

(9) o-フタルアルデヒド溶液

別添方法 14 の 1 (9) の例による。

(10) 農薬標準原液

別添方法 12 の 1 (11) の例による。

(11) 農薬混合標準液

別添方法 12 の 1 (12) の例による。

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 0.05 v/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（AMP A）の濃度が 0.04 mg/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（AMP A）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（AMP A）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、イミノクタジンである。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アセトン

測定対象成分を含まないもの

(3) アスコルビン酸ナトリウム

(4) アンモニア水 (25 v / v %)

測定対象成分を含まないもの

(5) 酢酸

測定対象成分を含まないもの

(6) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(7) アンモニア・メチルアルコール溶液

アンモニア水 (25 v / v %) 2 ml 及びメチルアルコール 80 ml に精製水を加えて 100 ml としたもの

(8) 酢酸・メチルアルコール溶液

酢酸 2 ml にメチルアルコールを加えて 100 ml としたもの

(9) 水酸化ナトリウム溶液 (0.5 mol / L)

(10) 過塩素酸ナトリウム溶液

過塩素酸ナトリウム 14.1 g、水酸化ナトリウム 400 mg 及び乳酸 1.8 ml を精製水に溶かして 1 L としたもの

(11) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(12) 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 の割合で混合したもの

(13) ニンヒドリン溶液

ニンヒドリン 3 g を精製水に溶かして 1 L としたもの

(14) 空気又は窒素ガス

測定対象成分を含まないもの

(15) イミノクタジン標準原液

イミノクタジン 100 mg 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 100 ml としたもの

この溶液 1 ml は、イミノクタジン 1 mg 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。

(16) イミノクタジン標準液

イミノクタジン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 1 ml は、イミノクタジン 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—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 2～6 mm、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の濃度が 0.4mg/L を超える場合には、0.004～0.4mg/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 分間以上空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 3 ml 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 1 ml 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の濃度を求め、検水中のイミノクタジンの濃度を算定する。

5 検量線の作成

イミノクタジン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、イミノクタジンである。

1 試薬

- (1) 精製水
別添方法 16 の 1 (1) の例による。
- (2) アセトン
別添方法 16 の 1 (2) の例による。
- (3) アスコルビン酸ナトリウム
- (4) 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
- (5) 水酸化ナトリウム
測定対象成分を含まないもの
- (6) ブチルアルコール
測定対象成分を含まないもの
- (7) ヘキサン
測定対象成分を含まないもの
- (8) 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
- (9) 硫酸 (1 mol/L)
- (10) リン酸一カリウム溶液
リン酸二水素一カリウム 2.713 g を精製水に溶かして 1000ml としたもの
- (11) 水酸化ナトリウム溶液 (0.1 mol/L)
- (12) 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 (0.1 mol/L) を加えて pH 値を 6 に調整したもの
- (13) 塩酸
測定対象成分を含まないもの
- (14) メチルアルコール
別添方法 16 の 1 (6) の例による。
- (15) 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 0.1 mol/L になるように調製したもの
- (16) 過塩素酸ナトリウム溶液
別添方法 16 の 1 (10) の例による。
- (17) アセトニトリル
別添方法 16 の 1 (11) の例による。
- (18) 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 (12) の例による。

(19) 水酸化ナトリウム溶液 (0.5mol/L)

(20) ニンヒドリン溶液

別添方法 16 の 1 (13) の例による。

(21) イミノクタジン標準原液

別添方法 16 の 1 (15) の例による。

(22) イミノクタジン標準液

別添方法 16 の 1 (16) の例による。

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) 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—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の濃度が 0.4mg/L を超える場合には、0.004~0.4mg/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 5 g 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 (1 mol/L) 2 ml 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（1 mol/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の濃度を求め、検水中のイミノクタジンの濃度を算定する。

5 検量線の作成

イミノクタジン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、アシュラム、アゾキシストロビン、イプロジオン、オキシシン銅（有機銅）、カルバリル（NAC）、カルプロパミド、カルボフラン、ジウロン（DCMU）、シデュロン、ダイムロン、チウラム、チオジカルブ、トリシクラゾール、ハロスルフロロンメチル、フェンチオン（MPP）、フラザスルフロロン、プロベナゾール、ベノミル、ベンスリド（SAP）、ベンスルフロロンメチル、ベントゾン及びメソミルである。ただし、ベノミルはメチルー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、メチルー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、2，4—D（2，4—PA）、アシュラム、カルプロパミド、ジウロン（DCMU）、シデュロン、ダイムロン、トリクロピル、ハロスルフロロンメチル、フィプロニル、フラザスルフロロン、ベンスリド（SAP）、ベンスルフロロンメチル、ベントゾン及びメコプロップ（MCP P）である。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アセトン

測定対象成分を含まないもの

(3) アスコルビン酸ナトリウム

(4) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(5) ぎ酸（0.1～0.2 v / v %）

(6) 酢酸（0.15 v / v %）

(7) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(8) EDTA溶液

別添方法9の1(7)の例による。

(9) 硝酸（1+10）

(10) 塩酸

(11) 窒素ガス

測定対象成分を含まないもの

(12) 農薬標準原液

2，4—D（2，4—PA）、アシュラム、アゾキシストロビン、イプロジオン、カルバリル（NAC）、カルプロパミド、カルボフラン、ジウロン（DCMU）、シデュロン、ダイムロン、チウラム、チオジカルブ、トリクロピル、トリシクラゾール、ハロスルフロ

ンメチル、フィプロニル、フェンチオン（MPP）、フラザスルフロン、プロベナゾール、ベンスリド（SAP）、ベンスルフロンメチル、ベнтаゾン、メコプロップ（MCP）、メソミル、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 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。

(13) M B C 標準原液

メチルー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、メチルー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。

(14) オキシシン銅（有機銅）標準原液

オキシシン銅（有機銅）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（有機銅）1mg を含む。

この溶液は、冷凍保存する。

(15) 農薬混合標準液

2, 4-D（2, 4-PA）、アジュラム、アゾキシストロビン、イプロジオン、カルバリル（NAC）、カルプロパミド、カルボフラン、ジウロン（DCMU）、シデュロン、ダイムロン、チウラム、チオジカルブ、トリクロピル、トリシクラゾール、ハロスルフロンメチル、フィプロニル、フェンチオン（MPP）、フラザスルフロン、プロベナゾール、ベンスリド（SAP）、ベンスルフロンメチル、ベнтаゾン、メコプロップ（MCP）、メソミル、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MBC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。

(16) オキシシン銅（有機銅）標準液

オキシシン銅（有機銅）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（有機銅）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（0.1～0.2 v / v %）又は酢酸（0.15 v / 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 17 の 2 の 2 (4) エ①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 500 ml（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 5 ml 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 1 ml 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、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、メチルー 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	濃度範囲 (mg/L)	モニターイオン (m/z)
アシュラム	0.0001~0.01	231
アズキシストロビン	0.00002~0.002	372
イプロジオン	0.0002~0.02	330
オキシ銅 (有機銅)	0.00008~0.008	146
カルバリル (NAC)	0.00002~0.002	202
カルプロパミド	0.00003~0.003	334、336
カルボフラン	0.000004~0.0004	222
ジウロン (DCMU)	0.0001~0.01	233
シデュロン	0.00002~0.002	233
ダイムロン	0.00005~0.005	269
チウラム	0.0002~0.02	241
チオジカルブ	0.00005~0.005	355
トリシクラゾール	0.000003~0.0003	190
ハロスルフロンメチル	0.00005~0.005	435
フェンチオン (MPP)	0.00002~0.002	279
MPPスルホキシド	0.00000004~0.00001	295
MPPスルホン	0.0000004~0.00004	311
MPPオキソン	0.0000001~0.00002	263
MPPオキシンスルホキシド	0.0000004~0.00004	279
MPPオキシンスルホン	0.0000002~0.00004	295
フラザスルフロン	0.000002~0.0002	408
プロベナゾール	0.0002~0.02	224
メチル-2-ベンツイミダゾールカルバメート (MBC) ※	0.00002~0.002	192
ベンスリド (SAP)	0.00003~0.003	356
ベンスルフロンメチル	0.00001~0.001	411
ベンタゾン	0.00005~0.005	241
メソミル	0.0002~0.02	163

※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	濃度範囲 (mg/L)	モニターイオン (m/z)
2, 4-D (2, 4-PA)	0.00005~0.005	161、219
アシュラム	0.00001~0.001	229
カルプロパミド	0.00005~0.005	334
ジウロン (DCMU)	0.0001~0.01	231
シデュロン	0.00002~0.002	277
ダイムロン	0.00005~0.005	267
トリクロピル	0.00002~0.002	196
ハロスルフロンメチル	0.00001~0.001	433
フィプロニル	0.000005~0.0005	435、437
フラザスルフロン	0.000002~0.0002	406
ベンスリド (SAP)	0.00001~0.001	213
ベンスルフロンメチル	0.00001~0.001	409
ベнтаゾン	0.000002~0.0002	239
メコプロップ (MCP P)	0.00002~0.002	213

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、オキシ銅 (有機銅) 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、オキシ銅 (有機銅) のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、オキシ銅 (有機銅) の濃度との関係を求める。

別添方法 19 固相抽出—液体クロマトグラフ—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) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アセトン

測定対象成分を含まないもの

(3) アスコルビン酸ナトリウム

(4) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(5) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(6) ぎ酸 (0.1~0.2 v / v %)

(7) 酢酸 (0.15 v / v %)

(8) 窒素ガス

測定対象成分を含まないもの

(9) 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。

(10) 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 1 ml 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—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 17 の 2 の 2 (4)エ①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值を超える場合には、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 5 ml 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 1 ml 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 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 モニターイオン及び濃度範囲

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

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—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（有機銅）である。

ここでネガティブモードで対象とする農薬は、2, 2-D P A（ダラポン）及びホセチルである。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アセトン

測定対象成分を含まないもの

(3) アスコルビン酸ナトリウム

(4) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(5) ぎ酸 (0.1~0.2 v / v %)

(6) 酢酸 (0.15 v / v %)

(7) 塩酸

(8) アセフェート標準原液

アセフェート 100mg をメスフラスコに採り、アセトニトリルに溶かして 100ml としたものの

この溶液 1 ml は、アセフェートを 1 mg 含む。

この溶液は、冷凍保存する。

(9) オキシシン銅（有機銅）標準原液

別添方法 18 の 1 (14) の例による。

(10) 2, 2-D P A（ダラポン）及びホセチル標準原液

2, 2-D P A（ダラポン）及びホセチルの 100mg を別々のメスフラスコに採り、それぞれを精製水に溶かして 100ml としたものの

これらの溶液 1 ml は、それぞれ 2, 2-D P A（ダラポン）及びホセチル 1 mg を含む。

これらの溶液は、冷蔵保存する。

(11) 農薬混合標準液

2, 2-D P A（ダラポン）、アセフェート及びオキシシン銅（有機銅）のそれぞれの標準原液 0.1ml ずつ、ホセチル標準原液 1 ml をメスフラスコに採り、精製水を加えて 100ml としたものの

この溶液 1 ml は、2, 2-D P A（ダラポン）、アセフェート及びオキシシン銅（有機銅）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
最適条件に調製したもの
 - 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 17 の 2 の 2 (4) エ①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。

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の例及び濃度範囲

農 薬 名	濃度範囲 (mg/L)	モニターイオン (m/z)
アセフェート	0.0008~0.08	184
オキシシン銅 (有機銅)	0.0004~0.04	146

表2 ネガティブモードのモニターイオンの例及び濃度範囲

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

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10 mL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 の2 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、EPN、アシベンゾラルSメチル、アセタミプリド、アセフェート、アゾキシストロビン、アトラジン、アニロホス、アミトラズ、アメトリン、アラクロール、イソキサチオン、イソフェンホス、イソプロカルブ (MI PC)、イソプロチオラン (IPT)、イプロベンホス (IBP)、イミダクロプリド、インダノファン、ウニコナゾールP、エスプロカルブ、エディフェンホス (エジフェンホス、EDDP)、エトキシスルフロロン、エトフェンブロックス、エトベンザニド、エトリジアゾール (エクロメゾール)、オキサジアルギル、オキサジクロメホン、オキサミル、オリサストロビン、カズサホス、カフェンストロール、カルタップ、カルバリル (NAC)、カルプロパミド、カルボフラン、キザロホップエチル、キノクラミン (ACN)、クミルロン、クロチアニジン、クロマフェノジド、クロメプロップ、クロルピリホス、クロルピリホスメチル、シアナジン、ジウロン (DCMU)、ジクロフェンチオン (ECP)、ジクロメジン、ジクロルボス (DDVP)、ジスルホトン (エチルチオメトン)、ジチオピル、シデュロン、シノスルフロロン、ジノテフラン、ジフェノコナゾール、シプロコナゾール、シプロジニル、シペルメトリン、シマジン (CAT)、シメコナゾール、ジメタメトリン、ジメチルビンホス、ジメトエート、シメトリン、ジメピペレート、シラフルオフエン、シンメチリン、ダイアジノン、ダイムロン、チアクロプリド、チアメトキサム、チオジカルブ、チオファネートメチル、チオベンカルブ、テトラクロルビンホス (CVMP)、テトラコナゾール、テニルクロール、テブコナゾール、テブフェノジド、テフリルトリオン、テルブカルブ (MBPMC)、トリクロルホン (DEP)、トリシクラゾール、トリネキサバックエチル、トリフルミゾール、トリフルラリン、トルクロホスメチル、トルフェンピラド、ナプロアニリド、ナプロパミド、ニテンピラム、パクロブトラゾール、ハロスルフロロンメチル、ピフェノックス、ピペロホス、ピメトロジン、ピラクロニル、ピラクロホス、ピラゾキシフェン、ピラゾスルフロロンエチル、ピラゾリネート (ピラゾレート)、ピリダフェンチオン、ピリブチカルブ、ピリプロキシフェン、ピリミノバックメチル、ピリミホスメチル、ピロキロン、フェニトロチオン (MEP)、フェノキサニル、フェノブカルブ (BPMC)、フェリムゾン、フェンチオン (MPP)、フェントエート (PAP)、フェントラザミド、ブタクロール、ブタミホス、ブプロフェジン、フラザスルフロロン、フラメトピル、フルアジホップ、フルトラニル、プレチラクロール、プロパホス、プロパルギット (BPPS)、プロピコナゾール、プロポキスル (PHC)、ブロマシル、プロメトリン、プロモブチド、ベノミル、ペルメトリン、ペンシクロン、ベンスリド (SAP)、ベンスルフロロンメチル、ベンゾビシクロン、ベンゾフェナップ、ベンダイオカルブ、ペンディメタリン、ペントキサゾン、ベンフラカルブ、ベンフルラリン (ベスロジン)、ベンフレセート、ホキシム、ホサロン、ボスカリド、ホスチアゼート、マラチオン (マラソン)、メソミル、メタミドホス、メタラキシル、メチダチオン (DMTP)、メチルダイムロン、メトミノストロビン、メトラクロール、メトリブジン、メフェナセット、メプロニル、モノクロトホス、モリネート及びリニューロンである。

ここでネガティブモードで対象とする農薬は、2, 2-DPA (ダラポン)、2, 4-D (2,

4-P A)、MCPA、アシュラム、イナベンフィド、エチプロール、クロロタロニル (TPN)、シアノホス (CYAP)、ジクロロプロップ、ジフルベンズロン、チアジニル、チフルザミド、トリクロピル、フィプロニル、フサライド、フルアジナム、フルスルファミド、プロシミドン、プロパニル (DCPA)、プロピザミド、ベンタゾン、ホセチル及びメコプロップ (MCP P) である。

ただし、EPN、イソキサチオン、イソフェンホス、クロルピリホス、ダイアジノン、トルクロホスメチル、フェニトロチオン (MEP)、ブタミホス及びマラチオン (マラソン) については、それぞれのオキソン体を測定する。カルタップは水中でネライストキシンに変化することから、ネライストキシンを測定する。ジメチルビンホス、ピリミノバックメチル及びフェリムゾンは、E体とZ体をそれぞれ測定する。メトミノストロビンは、E体のみを対象とする。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オキシンスルホキシド及びMPPオキシンスルホンをそれぞれ測定する。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。ペルメトリンは、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) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アセトン

測定対象成分を含まないもの

(3) アスコルビン酸ナトリウム

(4) チオ硫酸ナトリウム

(5) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(6) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(7) 酢酸アンモニウム溶液 (0.005 mol/L)

(8) 酢酸アンモニウム・メチルアルコール溶液 (0.005 mol/L)

酢酸アンモニウム 0.385 g をメチルアルコールに溶かして 1 L としたもの

(9) 農薬標準原液

2, 2-DPA (ダラポン)、2, 4-D (2, 4-P A)、EPN、MCPA、アシベンゾラルSメチル、アシュラム、アセタミプリド、アセフェート、アゾキシストロビン、アトラジン、アニロホス、アミトラズ、アメトリン、アラクロール、イソキサチオン、イソフェンホス、イソプロカルブ (MIPC)、イソプロチオラン (IPT)、イナベンフィド、イプロベンホス (IBP)、イミダクロプリド、インダノファン、ウニコナゾールP、エスプロカルブ、エチプロール、エディフェンホス (エジフェンホス、EDDP)、エトキシスルフロニル、エトフェンプロックス、エトベンザニド、エトリジアゾール (エクロメゾール)、オキサジアルギル、オキサジクロメホン、オキサミル、オリサストロビン、カズサホス、カ

フェンストロール、カルバリル (NAC)、カルプロパミド、カルボフラン、キザロホップエチル、キノクラミン (ACN)、クミルロン、クロチアニジン、クロマフェノジド、クロメプロップ、クロルピリホス、クロルピリホスメチル、クロロタロニル (TPN)、シアナジン、シアノホス (CYAP)、ジウロン (DCMU)、ジクロフェンチオン (ECP)、ジクロメジン、ジクロルプロップ、ジクロルボス (DDVP)、ジスルホトン (エチルチオメトン)、ジチオピル、シデュロン、シノスルフロン、ジノテフラン、ジフェノコナゾール、ジフルベンズロン、シプロコナゾール、シプロジニル、シペルメトリン、シマジン (CAT)、シメコナゾール、ジメタメトリン、(E)ージメチルビンホス、(Z)ージメチルビンホス、ジメトエート、シメトリン、ジメピペレート、シラフルオフエン、シンメチリン、ダイアジノン、ダイムロン、チアクロプリド、チアジニル、チアメトキサム、チオジカルブ、チオファネートメチル、チオベンカルブ、チフルザミド、テトラクロルビンホス (CVM P)、テトラコナゾール、テニルクロール、テブコナゾール、テブフェノジド、テフリルトリオン、テルブカルブ (MBPMC)、トリクロピル、トリクロルホン (DEP)、トリシクラゾール、トリネキサバックエチル、トリフルミゾール、トリフルラリン、トルクロホスメチル、トルフェンピラド、ナプロアニリド、ナプロパミド、ニテンピラム、ネライストキシシン、パクロブトラゾール、ハロスルフロンメチル、ピフェノックス、ピペロホス、ピメトロジン、ピラクロニル、ピラクロホス、ピラゾキシフェン、ピラゾスルフロンエチル、ピラゾリネート (ピラゾレート)、ピリダフェンチオン、ピリブチカルブ、ピリプロキシフェン、(E)ーピリミノバックメチル、(Z)ーピリミノバックメチル、ピリミホスメチル、ピロキロン、フィプロニル、フェニトロチオン (MEP)、フェノキサニル、フェノブカルブ (BPMC)、(E)ーフェリムゾン、(Z)ーフェリムゾン、フェンチオン (MPP)、フェントエート (PAP)、フェントラザミド、フサライド、ブタクロール、ブタミホス、ブプロフェジン、フラザスルフロン、フラメトピル、フルアジナム、フルアジホップ、フルスルファミド、フルトラニル、プレチラクロール、プロシミドン、プロパニル (DCPA)、プロパホス、プロパルギット (BPPS)、プロピコナゾール、プロピザミド、プロポキシル (PHC)、プロマシル、プロメトリン、プロモブチド、シスーペルメトリン、トランスーペルメトリン、ペンシクロン、ベンスリド (SAP)、ベンスルフロンメチル、ベンゾビシクロン、ベンゾフェナップ、ベンダイオカルブ、ベントゾン、ペンディメタリン、ペントキサゾン、ベンフラカルブ、ベンフルラリン (ベスロジン)、ベンフレセート、ホキシム、ホサロン、ボスカリド、ホスチアゼート、ホセチル、マラチオン (マラソン)、メコプロップ (MCPP)、メソミル、メタミドホス、メタラキシル、メチダチオン (DMTP)、メチルダイムロン、メトミノストロビン、メトラクロール、メトリブジン、メフェナセート、メプロニル、モノクロトホス、モリネート、リニューロン、EPNオキソン、イソキサチオンオキソン、イソフェンホスオキソン、クロルピリホスオキソン、ダイアジノンオキソン、トルクロホスメチルオキソン、フェニトロチオンオキソン、ブタミホスオキソン、マラオキソン、MPPスルホキシド、MPPスルホン、MPPオキソン、MPPオキソンスルホキシド、MPPオキソンスルホンそれぞれ 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又は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 1 ml は、それぞれの農薬を 1 mg 含む。

これらの溶液は、冷凍保存する。

(10) M B C 標準原液

別添方法 18 の 1 (13) の例による。

(11) 農薬混合標準液

それぞれの農薬標準原液 1 ml ずつと M B C 標準原液 10 ml をメスフラスコに採り、アセトニトリル又はメチルアルコールを加えて 500 ml としたもの

この溶液 1 ml は、それぞれの農薬を 0.002 mg 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—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

最適条件に調製したもの

例えば、A 液は酢酸アンモニウム・メチルアルコール溶液 (0.005 mol/L)、B 液は酢酸アンモニウム溶液 (0.005 mol/L) のもの

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 17 の 2 の 2 (4) エ②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。ただし、ネライストキシシン、フェリムゾン、フラザスルフロロン及びベンスルフロロンメチルを測定する場合には、アスコルビン酸ナトリウムを加えず、試料 1 L につきチオ硫酸ナトリウム 0.01~0.02 g を加えて残留塩素を除去する。

4 試験操作

(1) 前処理

検水 100 ml (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 100 ml 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 10 ml 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、EPN、イソキサチオン、イソフェンホス、クロルピリホス、ダイアジノン、トルクロホスメチル、フェニトロチオン(MEP)、ブタミホス及びマラチオン(マラソン)については、当該オキソン体の濃度を原体に換算し、その濃度を合計してそれぞれの濃度を算定する。シデュロン、ジフェノコナゾール、シプロコナゾール、シペルメトリン、プロパルギット(BPPS)及びプロピコナゾールは、2つのピークに分かれるので、それぞれのピーク高さ又はピーク面積の合計値から濃度を算定する。ジメチルビンホス、ピリミノバックメチル及びフェリムゾン、E体とZ体それぞれの濃度を合計してジメチルビンホス、ピリミノバックメチル及びフェリムゾンとしての濃度を算定する。ネライストキシンは、カルタップに換算し、カルタップとしての濃度を算定する。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。メチルー2-ベンツイミダゾールカルバメート(MBC)は、ベノミルに換算し、ベノミルとしての濃度を算定する。ペルメトリンは、シス体及びトランス体のそれぞれの濃度を合計してペルメトリン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の例及び濃度範囲

農薬名	濃度範囲 (mg/L)	プリカーサイオン (m/z)	プロダクトイオン※ 1 (m/z)
EPN	0.00003~0.003	324	296、157
EPNオキソン	0.00003~0.003	308	280、94
アシベンズラルSメチル	0.001~0.1	211	136、91
アセタミプリド	0.001~0.03	223	126、56
アセフェート	0.00003~0.003	184	143、49
アゾキシストロビン	0.001~0.03	404	372、344
アトラジン	0.0001~0.01	216	174、96
アニロホス	0.00003~0.003	368	199、125
アミトラズ	0.0003~0.006	294	163、122
アメトリン	0.001~0.1	228	186、68
アラクロール	0.0003~0.03	270	238、162

イツキサチオン	0.00003~0.003	314	105、97
イツキサチオンオキソン	0.00003~0.003	298	242、270
イツフェンホス	0.00001~0.001	368	267、326
イツフェンホスオキソン	0.00001~0.001	330	201、229
イソプロカルブ (MIPC)	0.0001~0.01	194	95、77
イソプロチオラン (IPT)	0.001~0.03	291	231、189
イプロベンホス (IBP)	0.0003~0.03	289	91、205
イミダクロプリド	0.001~0.03	256	175、209
インダノファン	0.0003~0.009	341	175、187
ウニコナゾールP	0.0003~0.03	292	70、125
エスプロカルブ	0.0003~0.03	266	91、71
エディフェンホス (エジフェンホス、EDDP)	0.00003~0.003	311	283、109
エトキシスルフロン	0.001~0.1	399	261、218
エトフェンプロックス	0.0003~0.03	394	177、359
エトベンザニド	0.001~0.1	340	59、179
エトリジアゾール (エクロメゾール)	0.0003~0.03	247	183、219
オキサジアルギル	0.0001~0.01	358	341、223
オキサジクロメホン	0.0001~0.01	376	190、161
オキサミル	0.0003~0.009	237	72、90
オリサストロビン	0.0003~0.03	392	205、116
カズサホス	0.000003~0.0003	271	159、131
カフェンストロール	0.00003~0.003	351	100、72
カルバリル (NAC)	0.0003~0.03	202	145、127
カルプロパミド	0.0003~0.03	334、336	139
カルボフラン	0.00003~0.003	222	165、123
キザロホップエチル	0.0001~0.01	373	299、91
キノクラミン (ACN)	0.00003~0.003	208	105、77
クミルロン	0.0003~0.03	303	185、119
クロチアニジン	0.001~0.03	250	169、132
クロマフェノジド	0.003~0.3	395	175、339
クロメプロップ	0.0001~0.01	324	120、149
クロルピリホス	0.00003~0.003	350、352	198、97、200
クロルピリホスオキソン	0.00003~0.003	336、334	280、200、278
クロルピリホスメチル	0.0003~0.03	322、324	125

シアナジン	0.00001~0.002	241	214、71
ジウロン (DCMU)	0.0001~0.01	233	72、46
ジクロフェンチオン (ECP)	0.00003~0.003	315、317	259、261
ジクロメジン	0.0003~0.01	255	80、159
ジクロロボス (DDVP)	0.0003~0.03	221、223	109
ジスルホトン (エチルチオメトン)	0.0003~0.03	275	89、61
ジチオピル	0.00003~0.003	402	354、224
シデュロン	0.001~0.03	233	94、137
シノスルフロン	0.01~0.2	414	183、83
ジノテフラン	0.003~0.1	203	129、87
ジフェノコナゾール	0.0001~0.01	406	251、111
シプロコナゾール	0.0001~0.01	292	70、125
シプロジニル	0.0003~0.03	226	93、108
シペルメトリン	0.001~0.03	433	191、416
シマジン (CAT)	0.00003~0.003	202	68、124
シメコナゾール	0.0001~0.01	294	70、73
ジメタメトリン	0.0001~0.01	256	186、68
ジメチルビンホス	0.0001~0.01	331、333	127、170
ジメトエート	0.0003~0.03	230	199、125
シメトリン	0.0003~0.03	214	68、124
ジメピペレート	0.00003~0.003	286、146、264	168、69、146
シラフルオフエン	0.01~0.3	426	287、59
シンメチリン	0.001~0.03	257、292	239、105
ダイアジノン	0.00003~0.003	305	169、153
ダイアジノンオキソン	0.00003~0.003	289	153、84、233
ダイムロン	0.001~0.03	269	151、91
チアクロプリド	0.0003~0.03	253	126、90
チアメトキサム	0.0003~0.009	292	211、181
チオジカルブ	0.0003~0.03	377、355	64、88
チオフアネートメチル	0.003~0.03	343、365	151、311、248
チオベンカルブ	0.0001~0.01	258	125、89
テトラクロルビンホス (CVMP)	0.0001~0.01	367	127、206
テトラコナゾール	0.0001~0.01	372	159、70

テニクロール	0.001~0.03	324	127、59
テブコナゾール	0.0003~0.03	308	70、125
テブフェノジド	0.0003~0.03	353	133、297
テフリルトリオン	0.00001~0.002	443、460	341、429、443
テルブカルブ (MBPMC)	0.0001~0.01	295	109、222
トリクロルホン (DEP)	0.00003~0.003	259、257	109、223
トリシクラゾール	0.001~0.03	190	163、136
トリネキサパックエチル	0.0001~0.01	253	69、207
トリフルミゾール	0.0003~0.03	346	278、73
トリフルラリン	0.003~0.03	336	252、236
トルクロホスメチル	0.001~0.03	301	269、125
トルクロホスメチルオキソン	0.001~0.03	285、287	109、253
トルフェンピラド	0.0001~0.01	385	197、154
ナプロアニリド	0.0001~0.01	292	171、120
ナプロパミド	0.0003~0.03	272	129、171
ニテンピラム	0.01~0.3	271	126、56
ネライストキシシ ※2	0.002~0.2	150	105、61
パクロブトラゾール	0.0003~0.03	294	70、135、125
ハロスルフロンメチル	0.001~0.03	435、457	182、178
ビフェノックス	0.001~0.03	359	310、342
ピペロホス	0.000003~0.0003	354	171、255
ピメトロジン	0.0003~0.03	218	105、78
ピラクロニル	0.0001~0.01	315	169、241
ピラクロホス	0.00003~0.003	361	257、138
ピラゾキシフェン	0.00003~0.003	403、405	91
ピラゾスルフロンエチル	0.001~0.1	415	182、83
ピラゾリネート (ピラゾレート)	0.0001~0.01	439	91、173
ピリダフェンチオン	0.00001~0.001	341	189、205
ピリプチカルブ	0.0001~0.01	331	181、108
ピリプロキシフェン	0.001~0.03	322	96、78
ピリミノバックメチル	0.0003~0.03	362	330、284
ピリミホスメチル	0.0003~0.03	306	108、164
ピロキロン	0.0003~0.03	174	117、132
フェニトロチオン (MEP)	0.001~0.03	278	125、246
フェニトロチオンオキソン	0.0001~0.01	262	104、216

フェノキサニル	0.0001~0.01	329	302、86
フェノブカルブ (BPMC)	0.0003~0.03	208	95、152
フェリムゾン	0.0005~0.05	255	91、132
フェンチオン (MPP)	0.00006~0.006	279	247、169
MPPスルホキシド	0.00006~0.006	295	280、109
MPPスルホン	0.00006~0.006	328	311、125
MPPオキソン	0.00006~0.006	263	231、216
MPPオキシソンスルホキシド	0.00006~0.006	279	264、104
MPPオキシソンスルホン	0.00006~0.006	312	295、217
フェントエート (PAP)	0.00003~0.003	321	247、79、275
フェントラザミド	0.0001~0.01	350	83、154
ブタクロール	0.0003~0.03	312	238、57
ブタミホス	0.0001~0.01	333	180、96
ブタミホスオキソン	0.0001~0.01	317	244、216
ブプロフェジン	0.0001~0.01	306	201、57
フラザスルフロソ	0.0003~0.03	408、452	182、200
フラメトピル	0.0001~0.01	334	157、290
フルアジホップ	0.0003~0.03	328	282、91
フルトラニル	0.001~0.03	324	262、242
プレチラクロール	0.0003~0.03	312	252、176、147
プロパホス	0.00001~0.001	305	221、141
プロパルギット (BPPS)	0.0001~0.01	368	231、175
プロピコナゾール	0.0003~0.03	342	159、69
プロポキスル (PHC)	0.001~0.03	210	111、93
ブロマシル	0.0003~0.03	261	205、188
プロメトリン	0.0003~0.03	242	158、200
ブロモブチド	0.001~0.03	314、312	196、194
メチルー2ーベンツイミダゾ ールカルバメート (MBC)	0.0001~0.01	192	160、132
※3			
ペルメトリン	0.001~0.03	408、355、351	183、355、319
ペンシクロソ	0.001~0.03	329	125、218
ベソスリド (SAP)	0.001~0.03	398	158、218、314
ベソスルフロソメチル	0.001~0.03	411	149、182
ベンゾビシクロソ	0.0003~0.03	447	257、229
ベンゾフェナップ	0.00002~0.002	431	105、119
ベンダイオカルブ	0.00002~0.0006	224	167、109

ペンディメタリン	0.001~0.03	282	212、194
ペントキサザン	0.003~0.3	354、371	286、354
ベンフラカルブ	0.0003~0.03	411、433	195、186、252
ベンフルラリン (ベスロジン)	0.001~0.03	336	220、236
ベンフレゼート	0.0003~0.03	274、257	163、18
ホキシム	0.0003~0.003	299	77、129
ホサロン	0.00003~0.003	368	182、111
ボスカリド	0.001~0.1	343	307、140
ホスチアゼート	0.00003~0.003	284、306	104、228、204
マラチオン (マラソン)	0.001~0.03	348	331、127、99
マラオキソン	0.001~0.03	315	99、127
メソミル	0.0003~0.03	163	88、106
メタミドホス	0.00001~0.001	142	94、125
メタラキシル	0.0003~0.03	280	220、192
メチダチオン (DMTP)	0.00003~0.003	320	145、85
メチルダイムロン	0.0003~0.03	269	151、91、134
メトミノストロビン	0.0003~0.03	285	196、194
メトラクロール	0.001~0.03	284	252、176
メトリブジン	0.0003~0.03	215	49、187
メフェナセット	0.0001~0.01	299	148、120
メプロニル	0.001~0.03	270	119、228
モノクロトホス	0.00002~0.002	224	193、127
モリネート	0.0003~0.03	188	55、126
リニュロン	0.0001~0.01	249	160、182

※1 プロダクトイオンをモニターイオンとする。

※2 カルタップの代謝物である。

※3 ベノミルの代謝物である。

表2 ネガティブモードのモニターイオンの例及び濃度範囲

農薬名	濃度範囲 (mg/L)	プリカーサイオン (m/z)	プロダクトイオン※ (m/z)
2, 2-DPA (ダラポン)	0.0003~0.03	141	97、35、99
2, 4-D (2, 4-PA)	0.0001~0.01	219	161、125
MCPA	0.0003~0.005	199	141、105
アシュラム	0.001~0.03	229	197、133、106
イナベンフィド	0.001~0.1	337	122、78

エチプロール	0.0001~0.01	395	330、331
クロロタロニル (TPN)	0.003~0.03	245	175、182
シアノホス (CYAP)	0.0003~0.03	228	118、90
ジクロルプロップ	0.0003~0.03	233	161、125
ジフルベンズロン	0.0003~0.03	309	156、289
チアジニル	0.001~0.1	266	71、238
チフルザミド	0.0003~0.03	527	125、166
トリクロピル	0.0003~0.03	254、256	196、198
フィプロニル	0.000003~0.0003	435	330、250
フサライド	0.001~0.03	269、271	241、243、215
フルアジナム	0.0003~0.03	463	416、398
フルスルファミド	0.00002~0.002	413	171、179
プロシミドン	0.0003~0.03	314、316	282、284
プロパニル (DCPA)	0.0003~0.03	216	160、35
プロピザミド	0.0003~0.03	254	228、145
ベンタゾン	0.001~0.03	239	132、197
ホセチル	0.001~0.03	109	81、63
メコプロップ (MCP P)	0.0003~0.03	213	141、35

※プロダクトイオンをモニターイオンとする。

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又はメチルアルコールを加えて 10ml とする。段階的に調製した溶液の一定量を採り、精製水を加えて 10 mL 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 21 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

ここで対象とする農薬は、イミノクタジン、ジクワット及びパラコートである。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) チオ硫酸ナトリウム

(3) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(4) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(5) ギ酸 (99 v / v %)

(6) ギ酸アンモニウム緩衝液 (0.15mol / L)

ギ酸アンモニウム 9.45 g をビーカーに採り、約 900 ml の精製水に溶かし、ギ酸で pH 値を 3.6 に調整した後、さらに精製水を加えて 1 L としたもの

(7) アセトニトリル・ギ酸混合液

アセトニトリルとギ酸を体積比で 90 : 10 の割合で混合したもの

(8) 窒素ガス

測定対象成分を含まないもの

(9) イミノクタジン標準原液

イミノクタジン 100mg をメスフラスコに採り、アセトニトリル・ギ酸混合液に溶かして 100ml としたもの

この溶液 1ml は、イミノクタジンを 1mg 含む。

この溶液は、冷凍保存する。

(10) ジクワット及びパラコート標準原液

ジクワット 100mg 及びパラコート 100mg を別々のメスフラスコに採り、それぞれを精製水に溶かして 100ml としたもの

これらの溶液 1ml は、それぞれジクワット及びパラコートを 1mg 含む。

これらの溶液は、冷凍保存する。

(11) 農薬混合標準液

イミノクタジン、ジクワット及びパラコートそれぞれの標準原液の等量ずつをメスフラスコに採り、精製水で 100 倍に薄めたもの

この溶液 1 ml 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) 器具及び容器

ポリテトラフルオロエチレン又はポリプロピレン製のもの

(2) 固相カラム

カルボキシル基を導入したジビニルベンゼン-n-ビニルピロリドン共重合体又はこれと同等以上の性能を有するもの

(3) 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 10~25cm のステンレス管に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、アセトニトリルとギ酸アンモニウム緩衝液 (0.15mol/L) を体積比で 50 : 50 の割合で混合したもの

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

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 17 の 2 の 2 (4) エ②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

試料は、精製水で洗浄したポリテトラフルオロエチレン又はポリプロピレン製の容器に採取し、満水にして直ちに密栓し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷蔵保存する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、試料水 1 L につきチオ硫酸ナトリウム 0.01~0.02 g を加える。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにメチルアルコール 3 ml 及び精製水 3 ml を順次注入する。次に、検水 50ml (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 50ml に調製したもの) を毎分 2~3 ml の流量で固相カラムに流した後、精製水 3 ml 及びメチルアルコール 1 ml を流して固相カラムを洗浄する。次いで、固相カラムの上端からアセトニトリル・ギ酸混合液 2.5ml 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 0.2 mL 以下に濃縮した後、アセトニトリル・ギ酸混合液を加えて 1 mL 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 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 モニターイオンの例及び濃度範囲

農 薬 名	濃度範囲 (mg/L)	プリカーサイオン (m/z)	プロダクトイオン ※ (m/z)
イミノクタジン	0.00005~0.005	179	69、100
ジクワット	0.00005~0.005	92、183	157、168、183
パラコート	0.00005~0.005	93、171、185	77、170、171

※プロダクトイオンをモニターイオンとする。

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・ギ酸混合液を加えて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 22 誘導体化—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

ここで対象とする農薬は、グリホサート及びグルホシネートである。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) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) アセトニトリル

測定対象成分を含まないもの

(4) ホウ酸ナトリウム溶液

四ホウ酸ナトリウム（10水塩）5gを精製水に溶かして100mlとしたもの

(5) リン酸溶液（2v/v%）

(6) クロロギ酸 9-フルオレニルメチル（FMOC）溶液

クロロギ酸 9-フルオレニルメチル（FMOC）0.1gをアセトニトリルに溶かして100mlとしたもの

(7) 酢酸アンモニウム溶液（0.005 mol/L）

(8) アセトニトリル・酢酸アンモニウム混合液

アセトニトリルと酢酸アンモニウム溶液（0.005 mol/L）を体積比で40:60の割合で混合したもの

(9) 農薬標準原液

グリホサート、グルホシネート及びアミノメチルリン酸（AMPA）のそれぞれ100mg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、それぞれの農薬を1mg含む。

これらの溶液は、冷蔵保存する。

(10) 農薬混合標準液

それぞれの標準原液の等量ずつをメスフラスコに採り、精製水で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) 器具及び容器

ポリテトラフルオロエチレン又はポリプロピレン製のもの

(2) 固相カラム

別添方法5の2(1)の例による。

(3) 液体クロマトグラフ—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

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液は酢酸アンモニウム溶液（0.005mol/L）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20:80のものを、A液の容量比を毎分5~10%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、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17の2の2(4)エ②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

試料は、精製水で洗浄したポリテトラフルオロエチレン又はポリプロピレン製の容器に採取し、満水にして直ちに密栓し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷蔵保存する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、試料水 1 L につきアスコルビン酸ナトリウム 0.01 ~0.02 g を加える。

4 試験操作

(1) 前処理

検水 20 ml（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 20 ml に調製したもの）を試験管に採り、ホウ酸ナトリウム溶液 1.0 ml 及びFMOC溶液 2.0 ml を加え、よく攪拌し、50℃で20分間以上加熱した後、室温に冷却し、リン酸溶液を 1.2 ml 加える。

固相カラムにアセトニトリル 3 ml 及び精製水 3 ml を順次注入する。上記の試料を毎分 2 ~ 4 ml の流量で固相カラムに流した後、酢酸アンモニウム溶液 1 ml を流して固相カラムを洗浄する。次いで、固相カラムの上端からアセトニトリル・酢酸アンモニウム混合液 1.5 ml を緩やかに流し、試験管に採る。試験管の溶出液にアセトニトリル・酢酸アンモニウム混合液を加えて 2 mL 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。

表1 モニターイオンの例及び濃度範囲

農 薬 名	濃度範囲 (mg/L)	プリカーサイオン (m/z)	プロダクトイオン ※ (m/z)
アミノメチルリン酸 (AMPA)	0.0002~0.02	332	110、136
グリホサート	0.0002~0.02	390	150、168
グルホシネート	0.0002~0.02	402	180、206

※プロダクトイオンをモニターイオンとする。

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 20ml とする。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 23 パージ・トラップーガスクロマトグラフー質量分析法

ここで対象とする項目は、ダゾメット、メタム（カーバム）及びメチルイソチオシアネートである。ただし、本分析法において、ダゾメット及びメタム（カーバム）はメチルイソチオシアネートに変化することから、メチルイソチオシアネートを測定する。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(4) 内部標準原液

検査方法告示の別表第 14 の 1 (5) の例による。

(5) 内部標準液

検査方法告示の別表第 14 の 1 (6) の例による。

(6) メチルイソチオシアネート標準原液

メチルイソチオシアネート 100mg を、メチルアルコール少量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 1 ml は、メチルイソチオシアネートを 1mg 含む。

この溶液は、冷凍保存する。

(7) メチルイソチオシアネート標準液

メチルイソチオシアネート標準原液 1 ml 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 1 ml は、メチルイソチオシアネートを 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

検査方法告示の別表第 14 の 2 の例による。

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水で洗浄したねじ口瓶に泡立てないように採取し、満水にして直ちに密栓し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷蔵保存する。

4 試験操作

検水（検水に含まれるメチルイソチオシアネートの濃度が 0.0005mg/L を超える場合には、0.00002~0.0005mg/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 を検水量 5 ml に対して 2 μ l の割合で注入する。パージ容器を 80°C で 1 時間以上加熱した後、室温で 30 分間以上静置する。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 に示すメチルイソチオシアネート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メ

チルイソチオシアネートの濃度を求め、検水中のメチルイソチオシアネートの濃度を算定する。

表1 フラグメントイオンの例

	フラグメントイオン (m/z)
メチルイソチオシアネート	73、72
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

※内部標準物質

5 検量線の作成

メチルイソチオシアネート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 μ l の割合で注入する。以下上記4と同様に操作して、メチルイソチオシアネート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、メチルイソチオシアネートの濃度との関係を求める。

別添方法 24 ヘッドスペースーガスクロマトグラフー質量分析法

ここで対象とする項目は、ジチオカルバメート系農薬（ジネブ、ジラム、チウラム、プロピネブ、ポリカーバメート、マンゼブ（マンコゼブ）及びマンネブ）である。ただし、本分析法において、ジチオカルバメート系農薬は二硫化炭素に変化することから、二硫化炭素を測定する。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) 塩酸

(3) アスコルビン酸ナトリウム

(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

測定対象成分を含まないもの

(6) 内部標準原液

検査方法告示の別表第 15 の 1 (6) の例による。

(7) 内部標準液

検査方法告示の別表第 15 の 1 (7) の例による。

(8) 二硫化炭素標準原液

二硫化炭素 1.0 g 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 100 ml としたもの

この溶液 1 ml は、二硫化炭素を 10mg 含む。

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

(9) 二硫化炭素標準液

二硫化炭素標準原液 1 ml 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 1 ml は、二硫化炭素を 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

検査方法告示の別表第 15 の 2 の例による。

3 試料の採取及び保存

別添方法 23 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 3 g 入れた後、検水（検水に含まれる二硫化炭素の濃度が 0.01mg/L を超える場合には、0.00005～0.01mg/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 0.50~0.85 となるように採り、塩酸を検水 10ml に対して 10 μ l 添加し、内部標準液 B を検水 10ml に対して 2 μ 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、100°C 1 時間以上加熱し、室温で 30 分間以上静置したものを試験溶液とする。

(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ー質量分析計に注入し、表 1 に示す二硫化炭素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二硫化炭素の濃度を求め、検水中の二硫化炭素の濃度を算定する。

表 1 フラグメントイオンの例

	フラグメントイオン (m/z)
二硫化炭素	76、78、44
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

※内部標準物質

5 検量線の作成

二硫化炭素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 1 ml 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 μ 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、二硫化炭素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、二硫化炭素の濃度との関係を求める。

別添方法 25 固相抽出—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、プロチオホスである。なお、プロチオホスのオキソン体であるプロチオホスオキソンも測定する。

1 試薬

(1) 精製水

測定対象成分を含まないもの

(2) アスコルビン酸ナトリウム

(3) ジクロロメタン

測定対象成分を含まないもの

(4) アセトン

測定対象成分を含まないもの

(5) メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

(6) 塩酸 (1 + 10)

測定対象成分を含まないもの

(7) 空気又は窒素ガス

測定対象成分を含まないもの

(8) 内部標準原液

9—ブロモアントラセン 10mg をメスフラスコに採り、ジクロロメタンに溶かして 100ml としたもの

この溶液 1 ml は、9—ブロモアントラセンを 0.1mg 含む。

この溶液は、冷凍保存する。

(9) 内部標準液

内部標準原液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 1 ml は、9—ブロモアントラセンを 0.001mg 含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

(10) 農薬標準原液

プロチオホス及びプロチオホスオキシンのそれぞれ 10mg を別々のメスフラスコに採り、ジクロロメタンに溶かして 100ml としたもの

これらの溶液 1 ml は、プロチオホス及びプロチオホスオキソンをそれぞれ 0.1mg 含む。

これらの溶液は、冷凍保存する。

(11) 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 1 ml は、プロチオホス及びプロチオホスオキソンを 0.001mg 含む。

この溶液は、使用の都度調製する。

2 器具及び装置

別添方法 5 の 2 の例による。

3 試料の採取及び保存

試料は、精製水及びアセトンで洗浄したガラス瓶に採取し、pH 値が約 3 となるように塩酸 (1 + 10) を加え、満水にして直ちに密栓し、速やかに試験する。速やかに試験できない場合は、冷蔵保存し、72 時間以内に試験する。

なお、残留塩素が含まれている場合には、アスコルビン酸ナトリウム 0.01～0.02 g を加える。

4 試験操作

(1) 前処理

固相カラムにジクロロメタン 5 ml、メチルアルコール 5 ml 及び精製水 5 ml 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 0.04mg/L を超える場合には、0.0004～0.04mg/L となるように精製水を加えて 500ml に調製したもの) を毎分 10～20ml の流量で固相カラムに流した後、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 5 ml 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 0.9ml 以下に濃縮し、これに内部標準液 0.1ml を加えた後、ジクロロメタンを加えて 1 ml 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 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 フラグメントイオンの例

農 薬 名	濃度範囲 (mg/L)	フラグメントイオン (m/z)
プロチオホス	0.0004～0.04	267、281、309
プロチオホスオキソン	0.0004～0.04	293、139、162
9-ブロモアントラセン ※		256、258、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、それぞれにジクロロメタンを加えて 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、原則として目標値の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、0.02mg/L以下	水素化物発生—原子吸光度法 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、0.02mg/L	フレームレス—原子吸光度法 ICP法 ICP—MS法	10% 10% 10%
4 削除	削除	削除	削除
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	0.4mg/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）	0.08mg/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 吸光度法 連続自動測定機器による吸光度法 ポーラログラフ法	10% 10% 10% 10% 10%

項	目	目 標 値	検 査 方 法	変動係数
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 I C P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 I C P法 I C P—MS法	10% 10% 10%
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—MS法 H S—G C—MS法	20% 20%
21	メチル—t—ブチルエーテル	0.02mg/L以下	P T—G C—MS法 H S—G C—MS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)	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—MS法 H S—G C—MS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—MS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「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」に示された真度及び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。

農 薬 名	目標値 (mg/L)	検 査 方 法	定量下限値 (mg/L)
1, 3-ジクロロプロペン (D-D)	0.05	PT-GC-MS法：参考 HS-GC-MS法：参考	0.0001* 0.0001*
2, 2-DPA (ダラボン)	0.08	LC-MS法 (N)：参考 LC-MS法 (N)	0.001* 0.0003
2, 4-D (2, 4-PA)	0.02	固相抽出-誘導体化-GC-MS法 固相抽出-LC-MS法 (N) LC-MS法 (N)	0.00001 0.00005 0.0001
EPN	0.004	固相抽出-GC-MS法：参考 LC-MS法 (P)	0.00005* 0.00003
MCPA	0.005	LC-MS法 (N)：参考	0.0003*
アシベンゾラルSメチル	0.2	LC-MS法 (P)：参考	0.001
アシュラム	0.9	固相抽出-HP LC法 固相抽出-LC-MS法 (P) 固相抽出-LC-MS法 (N) LC-MS法 (N)：参考	0.001 0.0001 0.0005 0.001
アセタミプリド	0.2	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法 (P)	0.002 0.001
アセフェート	0.006	LC-MS法 (P)：参考 LC-MS法 (P)	0.0008* 0.00003
アゾキシストロビン	0.5	固相抽出-LC-MS法 (P) LC-MS法 (P)	0.00002 0.001
アトラジン	0.01	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法 (P)	0.00005 0.0001
アニロホス	0.003	固相抽出-GC-MS法：参考 LC-MS法 (P)	0.00005* 0.00003
アミトラズ	0.006	LC-MS法 (P)：参考	0.0003*
アミノメチルリン酸 (AMP)	—	誘導体化-固相抽出-LC-MS法	0.0002
アメトリン	0.2	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法 (P)	0.002 0.001
アラクロール	0.03	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法 (P)	0.00002 0.0003
イソキサチオン	0.005	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法 (P)	0.00001 0.00003
イソフェンホス	0.001	固相抽出-GC-MS法：参考 LC-MS法 (P)：参考	0.00003* 0.00001
イソプロカルブ (MIP)	0.01	固相抽出-GC-MS法	0.00005

C)		LC—MS法 (P)	0.0001
イソプロチオラン (IPT)	0.3	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00001 0.001
イナベンフィド	0.3	LC—MS法 (N)	0.001
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
イプロベンホス (IBP)	0.09	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00005 0.0003
イミダクロプリド	0.1	LC—MS法 (P)	0.001
イミノクタジン	0.006	固相抽出—HPLC—ポストカラム 法：参考 溶媒抽出—HPLC—ポストカラム 法：参考 固相抽出—LC—MS法	0.004* 0.004* 0.00005
インダノファン	0.009	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)：参考	0.00006 0.0003*
ウニコナゾールP	0.04	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0002 0.0003
エスプロカルブ	0.03	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0001 0.0003
エチプロール	0.01	LC—MS法 (N)	0.0001
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 LC—MS法 (P)	0.00005 0.00003
エトキシスルフロ	0.1	LC—MS法 (P)：参考	0.001
エトフェンプロックス	0.08	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00005 0.0003
エトベンザニド	0.1	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0006 0.001
エトリジアゾール (エクロ メゾール)	0.004	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)：参考	0.00001 0.0003*
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
オキサジアルギル	0.02	LC—MS法 (P)	0.0001
オキサジクロメホン	0.02	LC—MS法 (P)	0.0001
オキサミル	0.05	LC—MS法 (P)：参考	0.0003
オキシ銅 (有機銅)	0.03	固相抽出—LC—MS法 (P) LC—MS法 (P)	0.00005 0.0004
オリサストロビン	0.1	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0006 0.0003
カズサホス	0.0006	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.000006 0.000003
カフェンストロール	0.008	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00001 0.00003

カルタップ	0.3	LC-MS法 (P)	0.002 (初検限として)
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) LC-MS法 (P)	0.0005 0.0001 0.00002 0.0003
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) LC-MS法 (P)	0.00002 0.00005 0.0003
カルボフラン	0.005	HPLC-ポストカラム法 固相抽出-LC-MS法 (P) LC-MS法 (P)	0.00005 0.000005 0.00003
キザロホップエチル	0.02	LC-MS法 (P)	0.0001
キノクラミン (ACN)	0.005	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法 (P)	0.00002 0.00003
キャプタン	0.3	固相抽出-GC-MS法	0.0001
クミルロン	0.03	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法 (P)	0.0002 0.0003
グリホサート	2	誘導体化-HPLC法 HPLC-ポストカラム法 誘導体化-固相抽出-LC-MS法	0.0005 0.002 0.0002
グルホシネート	0.02	誘導体化-固相抽出-LC-MS法	0.0002
クロチアニジン	0.2	LC-MS法 (P)	0.001
クロマフェノジド	0.7	LC-MS法 (P)	0.003
クロメプロップ	0.02	LC-MS法 (P)	0.0001
クロルタールジメチル (TCTP)	-	固相抽出-GC-MS法	0.000006
クロルニトロフェン (CNP)	0.0001	固相抽出-GC-MS法 : 参考	0.0001*
クロルピリホス	0.003	固相抽出-GC-MS法 : 参考 LC-MS法 (P)	0.00005* 0.00003
クロルピリホスメチル	0.03	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法 (P)	0.0002 0.0003
クロロタロニル (TPN)	0.05	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法 (N) : 参考	0.00001 0.003*
クロロネブ	0.05	固相抽出-GC-MS法	0.00002
シアナジン	0.001	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法 (P)	0.000006 0.00001
シアノホス (CYAP)	0.003	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法 (N) : 参考	0.00002 0.0003*
ジウロン (DCMU)	0.02	固相抽出-LC-MS法 (P) 固相抽出-LC-MS法 (N) LC-MS法 (P)	0.0001 0.0001 0.0001
ジクロフェンチオン (ECP)	0.006	固相抽出-GC-MS法 LC-MS法 (P)	0.00006 0.00003

ジクロベニル (DBN)	0.03	固相抽出—GC—MS法	0.00001
ジクロメジン	0.05	LC—MS法 (P)	0.0003
ジクロルプロップ	0.09	LC—MS法 (N)	0.0003
ジクロルボス (DDVP)	0.008	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P) : 参考	0.00005 0.0003*
ジクワット	0.005	固相抽出—HPLC法 : 参考 固相抽出—LC—MS法	0.001* 0.00005
ジスルホトン (エチルチオメトン)	0.004	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P) : 参考	0.00004 0.0003*
ジチオカルバメート系農薬	0.005 (二硫化炭素として)	HS—GC—MS法 : 参考	0.00005 (二硫化炭素として)
ジチオピル	0.009	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00001 0.00003
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) LC—MS法 (P)	0.002 0.00002 0.00002 0.001
シノスルフロン	0.2	LC—MS法 (P) : 参考	0.01*
ジノテフラン	0.6	LC—MS法 (P)	0.003
シハロホップブチル	0.006	固相抽出—GC—MS法	0.00006
ジフェノコナゾール	0.02	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0002 0.0001
ジフルベンズロン	0.05	LC—MS法 (N)	0.0003
シプロコナゾール	0.02	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0002 0.0001
シプロジニル	0.07	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0006 0.0003
シペルメトリン	0.1	LC—MS法 (P)	0.001
シマジン (CAT)	0.003	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00001 0.00003
シメコナゾール	0.02	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0002 0.0001
ジメタメトリン	0.02	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00001 0.0001
ジメチルビンホス	0.01	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00006 0.0001
ジメトエート	0.05	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00005 0.0003
シメトリン	0.03	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00002 0.0003
ジメピペレート	0.003	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00002 0.00003
シラフルオフエン	0.3	LC—MS法 (P) : 参考	0.01*

シンメチリン	0.1	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0006 0.001
ダイアジノン	0.003	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00002 0.00003
ダイムロン	0.8	固相抽出—LC—MS法 (P) 固相抽出—LC—MS法 (N) LC—MS法 (P)	0.00005 0.00005 0.001
ダゾメット、メタム (カーバム) 及びメチルイソチオシアネート	0.01 (メチルイソチオシアネートとして)	PT—GC—MS法	0.00002 (メチルイソチオシアネートとして)
チアクロプリド	—	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0002 0.0003
チアジニル	0.1	LC—MS法 (N)	0.001
チアメトキサム	0.05	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0002 0.0003
チウラム	0.02	固相抽出—LC—MS法 (P)	0.0002
チオジカルブ	0.08	固相抽出—LC—MS法 (P) LC—MS法 (P)	0.00005 0.0003
チオフアネートメチル	0.3	固相抽出—HPLC法 固相抽出—LC—MS法 (P) LC—MS法 (P) : 参考	0.002 0.00005 0.003
チオベンカルブ	0.02	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00002 0.0001
チフルザミド	0.04	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (N)	0.0002 0.0003
テトラクロルビンホス (C VMP)	0.01	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00006 0.0001
テトラコナゾール	0.01	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00006 0.0001
テニルクロール	0.2	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00002 0.001
テブコナゾール	0.07	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0006 0.0003
テブフェノジド	0.04	LC—MS法 (P)	0.0003
テフリルトリオン	0.002	LC—MS法 (P)	0.00001
テルブカルブ (MBPM C)	0.02	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00001 0.0001
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) LC—MS法 (N) : 参考	0.00001 0.00002 0.0003*
トリクロルホン (DEP)	0.005	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0002 0.00003

トリシクラゾール	0.1	固相抽出—LC—MS法 (P) LC—MS法 (P)	0.000002 0.001
トリネキサパッケチル	0.01	LC—MS法 (P)	0.0001
トリフルミゾール	0.04	固相抽出—GC—MS法 : 参考 LC—MS法 (P) : 参考	0.0002 0.0003
トリフルラリン	0.06	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P) : 参考	0.00001 0.003*
トルクロホスメチル	0.2	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00001 0.001
トルフェンピラド	0.01	LC—MS法 (P)	0.0001
ナプロアニリド	0.02	LC—MS法 (P)	0.0001
ナプロパミド	0.03	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00001 0.0003
ニテンピラム	1.3	LC—MS法 (P)	0.01
パクロブトラゾール	0.05	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0002 0.0003
パラコート	0.005	固相抽出—LC—MS法	0.00005
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) LC—MS法 (P)	0.00005 0.00005 0.001
ビフェノックス	0.2	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0001 0.001
ピペロホス	0.0009	固相抽出—GC—MS法 : 参考 LC—MS法 (P)	0.00005* 0.000003
ピメトロジン	0.03	LC—MS法 (P)	0.0003
ピラクロニル	0.01	LC—MS法 (P)	0.0001
ピラクロホス	—	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00002 0.00003
ピラゾキシフェン	0.004	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00002 0.00003
ピラズスルフロンエチル	0.03	LC—MS法 (P) : 参考	0.0003
ピラズリネート (ピラズレート)	0.02	LC—MS法 (P) : 参考	0.0001
ピリダフェンチオン	0.002	固相抽出—GC—MS法 : 参考 LC—MS法 (P)	0.00005* 0.00001
ピリブチカルブ	0.02	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00002 0.0001
ピリプロキシフェン	0.3	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00001 0.001
ピリミノバックメチル	0.05	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0002 0.0003
ピリミホスメチル	0.06	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0006 0.0003
ピロキロン	0.05	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00001 0.0003

フィプロニル	0.0005	固相抽出—LC—MS法 (N) LC—MS法 (N)	0.000005 0.000003
フェニトロチオン (ME P)	0.01	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P) : 参考	0.00001 0.001*
フェノキサニル	0.02	LC—MS法 (P)	0.0001
フェノブカルブ (BPM C)	0.03	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00001 0.0003
フェリムゾン	0.05	LC—MS法 (P)	0.0005
フェンチオン (MPP)	0.006	固相抽出—GC—MS法 固相抽出—LC—MS法 (P) LC—MS法 (P)	0.00001 0.00002 0.00006
フェントエート (PAP)	0.007	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00004 0.00003
フェントラザミド	0.01	LC—MS法 (P)	0.0001
フサライド	0.1	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (N)	0.00001 0.001
ブタクロール	0.03	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0002 0.0003
ブタミホス	0.02	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0001 0.0001
ブプロフェジン	0.02	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00001 0.0001
フラザスルフロニル	0.03	固相抽出—LC—MS法 (P) 固相抽出—LC—MS法 (N) LC—MS法 (P)	0.000002 0.000002 0.0003
フラメトピル	0.02	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0002 0.0001
フルアジナム	0.03	LC—MS法 (N)	0.0003
フルアジホップ	0.01	LC—MS法 (P)	0.0003
フルスルファミド	—	LC—MS法 (N)	0.00002
フルトラニル	0.2	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00001 0.001
プレチラクロール	0.05	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00001 0.0003
プロシミドン	0.09	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (N)	0.0001 0.0003
プロチオホス 注2)	0.004	固相抽出—GC—MS法 : 参考	0.00004
プロパニル (DCPA)	0.04	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (N)	0.0002 0.0003
プロパホス	0.001	固相抽出—GC—MS法 : 参考 LC—MS法 (P)	0.00006* 0.00001
プロパルギット (BPP S)	0.02	LC—MS法 (P)	0.0001
プロピコナゾール	0.05	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0002 0.0003

プロピザミド	0.05	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (N)	0.00001 0.0003
プロベナゾール	0.05	固相抽出—LC—MS法 (P)	0.0001
プロポキスル (PHC)	0.2	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.002 0.001
ブロマシル	0.05	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0002 0.0003
プロメトリン	0.08	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0006 0.0003
ブロモブチド	0.1	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0001 0.001
ベノミル	0.02	固相抽出—LC—MS法 (P) LC—MS法 (P)	0.00002 (MBCとして) 0.0001 (MBCとして)
ペルメトリン	0.1	LC—MS法 (P)	0.001
ペンシクロン	0.1	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0001 0.001
ベンスリド (SAP)	0.1	固相抽出—LC—MS法 (P) 固相抽出—LC—MS法 (N) LC—MS法 (P)	0.00001 0.00001 0.001
ベンスルフロンメチル	0.5	固相抽出—LC—MS法 (P) 固相抽出—LC—MS法 (N) LC—MS法 (P)	0.00001 0.00001 0.001
ベンゾビシクロン	0.09	LC—MS法 (P) : 参考	0.0003
ベンゾフェナップ	0.005	LC—MS法 (P)	0.00002
ベンダイオカルブ	0.009	LC—MS法 (P) : 参考	0.00002
ベンタゾン	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) LC—MS法 (N)	0.00001 0.00005 0.000002 0.001
ペンディメタリン	0.3	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00001 0.001
ペントキサゾン	0.6	LC—MS法 (P) : 参考	0.003
ベンフラカルブ	0.04	固相抽出—LC—MS法 (P) LC—MS法 (P)	0.000004 0.0003
ベンフルラリン (ベスロジン)	0.01	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P) : 参考	0.00001 0.001*
ベンフレセート	0.07	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0006 0.0003
ホキシム	0.003	LC—MS法 (P) : 参考	0.0003*
ホサロン	0.005	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00005 0.00003
ボスカリド	0.1	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0006 0.001

ホスチアゼート	0.003	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00002 0.00003
ホセチル	2	LC—MS法 (N) LC—MS法 (N) : 参考	0.02 0.001
ポリカーバメート	0.03	誘導体化—HPLC法 : 参考	0.002*
マラチオン (マラソン)	0.7	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00005 0.001
メコプロップ (MCPP)	0.05	固相抽出—誘導体化—GC—MS法 固相抽出—LC—MS法 (N) LC—MS法 (N)	0.00005 0.00002 0.0003
メソミル	0.03	HPLC—ポストカラム法 固相抽出—LC—MS法 (P) LC—MS法 (P)	0.0001 0.00002 0.0003
メタミドホス	0.001	LC—MS法 (P)	0.00001
メタラキシル	0.06	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00005 0.0003
メチダチオン (DMTP)	0.004	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00001 0.00003
メチルダイムロン	0.03	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00005 0.0003
メトミノストロビン	0.04	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0002 0.0003
メトラクロール	0.2	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.002 0.001
メトリブジン	0.03	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.0002 0.0003
メフェナセット	0.02	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00001 0.0001
メプロニル	0.1	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P)	0.00001 0.001
モノクロトホス	0.002	LC—MS法 (P)	0.00002
モリネート	0.005	固相抽出—GC—MS法 LC—MS法 (P) : 参考	0.00001 0.0003*
リニュロン	0.02	LC—MS法 (P)	0.0001

(注1) 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。また、「参考」を付した検査方法は、検査実施機関において必要な真度、精度又は定量下限を確保できない可能性が高いものである。

(注2) 定量下限値の欄中、*は目標値の100分の1を上回るものである。

別紙3 水質管理目標設定項目の検査の信頼性確保

水質検査の実施に当たっては、以下の措置を講ずること。

- 1 水質検査を行う検査施設において、水道により供給される水、水源の水、飲用に供する井戸水その他これらに類する水以外の試料（以下この1において「高濃度試料」という。）を扱う場合は、次に掲げるいずれかの措置を講ずること。
 - (1) 水質検査を行う検査室と高濃度試料の試験操作（試料を検査する目的で、分取、濃縮、希釈又は加熱等を行う操作をいう。以下この1及び2において同じ。）を行う検査室を区分すること。
 - (2) 検査室において、次に掲げる全ての措置を講ずること。
 - イ 水質検査と高濃度試料の試験操作を同時に行わないこと。
 - ロ 高濃度試料の試験操作を行う間は、検査室を十分に換気すること。
 - ハ 水質検査を行う前に、精製水又は有機溶媒を用いて試験操作を行い、当該水質検査に使用する器具及び装置が高濃度試料により汚染されていないことを確認すること。
- 2 試験操作又は検量線の作成における内部標準液の添加は、分析装置による自動添加とすることができること。
- 3 精製水を採り、検水と同様に試験操作して濃度を求めること。ただし、目標15の別添方法5及び別添方法6、目標19、目標23、目標24、目標26並びに目標27に掲げる検査方法を除く。また、目標28の水質検査においては、検水をペトリ皿に採らず試験操作を行うこと。
- 4 上記3の操作（以下「空試験」という。）で算定された濃度が試験操作の項に示す検水の濃度範囲の下限値を下回ることを確認すること。空試験の結果が検水の濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で一連の試験操作を再び行い、空試験の結果が検水の濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返すこと。ただし、試験操作の項に検水の濃度範囲が示されていない試験は除く。
- 5 検量線を作成する場合には、標準液を用いて4段階以上に調製した濃度既知の溶液を用いること。濃度既知の溶液の濃度は、検水の濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。
- 6 オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、次に掲げる措置を講ずること。
 - (1) おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、検量線作成に用いた溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下「調製濃度」という。）に調製した溶液について、検量線作成の項に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。
 - (2) 上記(1)により求められた差の調製濃度に対する割合が、別紙1又は別紙2に掲げる測定精度（以下、「測定精度」という。）の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記(1)で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記(1)により求められた差の調製濃度に対する割合が再び測定精度の範囲を超えた場合には、試験操作及び検量線作成により試験し直す。