

食安発第0418008号  
平成18年4月18日

各 検疫所長 殿

医薬食品局食品安全部長  
(公印省略)

食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質  
の試験法について

食品、添加物等の規格基準の一部を改正する件(平成18年厚生労働省告示第333号)が本日公布され、その内容については、本日付け食安発第0418005号当職通知をもって通知したところである。

今般、これに関連して、「食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法」について、

農薬カズサホス及びピリダリルに係る試験法について別添のとおり改正するとともに、

食品、添加物等の規格基準の一部を改正する件(平成17年厚生労働省告示第499号)を踏まえ、アニロホス、イサゾホス、イプロベンホス、エチオン、クロルピリホスメチル、シアノホス、ジスルホトン、スルプロホス、テトラクロルビンホス、トリブホス、ピペロホス、ピラゾホス、ピリダフェンチオン、フェナミホス、プロパホス、プロフェノホス、プロモホス、ベンスリド、ホスファミドン、ホスメット、ホレート、メカルバム、メタクリホス、メチダチオン及びメビンホスに係る試験法について別添のとおり追加した

ので関係者への周知方よろしく願います。

なお、上記試験法を実施するに際しては、「食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法について」(平成17年1月24日付け食安発第0124002号当職通知)別添の第1章総則部分を参考とされたい。

# 食品に残留する農薬、飼料添加物又は 動物用医薬品の成分である物質 の試験法

厚生労働省医薬食品局食品安全部

平成 1 8 年 4 月

## 食品に残留する農薬、飼料添加物又は 動物用医薬品の成分である物質の試験法

食品、添加物等の規格基準(昭和34年厚生省告示第370号)の第1食品の部A食品一般の成分規格の6の(1)の表の第1欄、7の(1)の表の第1欄及び9の(1)の表の第1欄に掲げる農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質(その物質が化学的に変化して生成した物質を含む。)の試験法(同表第3欄に「不検出」と定めているものに係るものを除く。)について、次のとおり定める。

第1章 総則

第2章 一斉試験法

第3章 個別試験法

「食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法について」(平成17年1月24日付け食安発第0124001号厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知)別添

# 目 次

## 第1章 総則

## 第2章 一斉試験法

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

## 第3章 個別試験法

- ・ BHC、~~γ~~-BHC、DDT、アルドリン、エタルフルラリン、エトリジアゾール、キントゼン、クロルデン、ジコホル、ディルドリン、テクナゼン、テトラジホン、テフルトリン、トリフルラリン、ハルフェンプロックス、フェンプロパトリン、ヘキサクロロベンゼン、ヘプタクロール、ベンフルラリン及びメトキシクロール試験法
- ・ 2, 4 - D、2, 4 - DB及びクロプロップ試験法
- ・ DCIP試験法
- ・ DBEDC試験法
- ・ EPN、アニロホス、イサゾホス、イプロベンホス、エチオン、エディフェンホス、エトプロホス、エトリムホス、カズサホス、キナルホス、クロルピリホス、クロルピリホスメチル、クロルフェンピンホス、シアノホス、ジスルホトン、ジメチルピンホス、ジメトエート、スルプロホス、ダイアジノン、チオメトン、テトラクロルピンホス、テルプホス、トリアゾホス、トリブホス、トルクロホスメチル、パラチオン、パラチオンメチル、ピペロホス、ピラクロホス、ピラゾホス、ピリダフェンチオン、ピリミホスメチル、フェナミホス、フェニトロチオン、フェンスルホチオン、フェンチオン、フェントエート、ブタミホス、プロチオホス、プロパホス、プロフェノホス、プロモホス、ベンスリド、ホキシム、ホサロン、ホスチアゼート、ホスファミドン、ホスメット、ホレート、マラチオン、メカルバム、メタクリホス、メチダチオン及びメピンホス試験法
- ・ EPTC試験法
- ・ MCPA及びジカンバ試験法
- ・ アクリナトリン、シハロトリン、シフルトリン、シペルメトリン、デルタメトリン、トラロメトリン、ピフェントリン、ピレトリン、フェンバレレート、フルシトリネート、フルバリネート及びペルメトリン試験法
- ・ アシベンゾラルSメチル試験法
- ・ アジムスルフロンの、ハロスルフロンのメチル及びフラザスルフロンの試験法
- ・ アシュラム試験法
- ・ アセキノシル試験法
- ・ アセタミプリド試験法
- ・ アセフェート、オメトエート及びメタミドホスの試験法

- ・ アゾキシストロピン試験法
- ・ アニラジン試験法
- ・ アミトラス試験法
- ・ アラクロール、イソプロカルブ、クレソキシムメチル、ジエトフェンカルブ、テニルクロール、テブフェンピラド、パクロブトラゾール、ピテルタノール、ピリプロキシフェン、ピリミノバックメチル、フェナリモル、ブタクロール、フルトラニル、プレチラクロール、メトラクロール、メフェナセット、メプロニル及びレナシル試験法
- ・ アラニカルブ試験法
- ・ アルジカルブ、エチオフェンカルブ、オキサミル、カルバリル、ピリミカーブ、フェノブカルブ及びベンダイオカルブ試験法
- ・ イオドスルフロンメチル、エタメツルスルフロンメチル、エトキシスルフロン、シノスルフロン、スルホスルフロン、トリアスルフロン、ニコスルフロン、ピラゾスルフロンエチル、プリミスルフロンメチル、プロスルフロン及びリムスルフロン試験法
- ・ イソフェンホス試験法
- ・ イソメタミジウム試験法
- ・ イナベンフィド試験法
- ・ イプロジオン試験法
- ・ イベルメクチン、エブリノメクチン及びモキシデクチン試験法
- ・ イマザモックスアンモニウム塩試験法
- ・ イマザリル試験法
- ・ イマゾスルフロン及びベンスルフロンメチル試験法
- ・ イミノクタジン試験法
- ・ イミベンコナゾール試験法
- ・ インダノファン試験法
- ・ ウニコナゾールP試験法
- ・ エスプロカルブ、クロルプロファム、チオベンカルブ、ピリブチカルブ及びペンディメタリン試験法
- ・ エチクロゼート試験法
- ・ エチプロール試験法
- ・ エトキサゾール試験法
- ・ エトキシキン試験法
- ・ エトフェンプロックス試験法
- ・ エトベンザニド試験法
- ・ エマメクチン安息香酸塩試験法
- ・ オキサジクロメホン及びフェノキサニル試験法
- ・ オキシテトラサイクリン、クロルテトラサイクリン及びテトラサイクリン試験法
- ・ オキシソリニック酸試験法
- ・ オクスフェンダゾール、フェバンテル及びフェンベンダゾール試験法
- ・ カフェンストロール、ジフェノコナゾール、シプロコナゾール、シメトリン、チフルザミド、テトラコナゾール、テブコナゾール、トリアジメノール、フルジオキシニル、プロピコナゾール、ヘキサコナゾール及びベンコナゾール試験法
- ・ カルタップ、ベンスルタップ及びチオシクラム試験法
- ・ カルプロパミド試験法

- ・ カルベンダジム、チオファネート、チオファネートメチル及びベノミル試験法
- ・ カルボスルファン、カルボフラン、フラチオカルブ及びベンフラカルブ試験法
- ・ カンタキサンチン試験法
- ・ キザロホップエチル試験法
- ・ キノメチオネート試験法
- ・ キャプタン、クロルベンジレート、クロロタロニル及びホルペット試験法
- ・ キンクロラック試験法
- ・ クミルロン試験法
- ・ グリホサート試験法
- ・ グルホシネート試験法
- ・ クレトジム試験法
- ・ クロサンテル試験法
- ・ クロチアニジン試験法
- ・ クロフェンテジン試験法
- ・ クロリムロンエチル及びトリベヌロンメチル試験法
- ・ クロルスルフロン及びメトスルフロンメチル試験法
- ・ クロルフェナピル及びピフェノックス試験法
- ・ クロルフルアズロン、ジフルベンズロン、テブフェノジド、テフルベンズロン、フルフェノクスロン、ヘキサフルムロン及びルフェヌロン試験法
- ・ クロルメコート試験法
- ・ ゲンタマイシン試験法
- ・ サラフロキサシン及びダノフロキサシン試験法
- ・ 酸化フェンブタスズ試験法
- ・ シアゾファミド試験法
- ・ シアナジン試験法
- ・ ジアフェンチウロン試験法
- ・ シアン化水素試験法
- ・ ジクラズリル及びナイカルバジン試験法
- ・ シクロキシジム試験法
- ・ ジクロシメット試験法
- ・ シクロスルファミロン試験法
- ・ ジクロフルアニド試験法
- ・ ジクロメジン試験法
- ・ ジクロルボス及びトリクロルホン試験法
- ・ ジノカップ試験法
- ・ シハロホップブチル及びジメテナミド試験法
- ・ ジヒドロストレプトマイシン、ストレプトマイシン、スペクチノマイシン及びネオマイシン試験法
- ・ ジフェンゾコート試験法
- ・ ジフルフェニカン試験法
- ・ シプロジニル試験法
- ・ ジメチピン試験法
- ・ ジメトモルフ試験法
- ・ シモキサニル試験法

- ・ 臭素試験法
- ・ シラフルオフエン試験法
- ・ シロマジン試験法（農産物）
- ・ シロマジン試験法（畜産物）
- ・ シンメチリン試験法
- ・ スピノサド試験法
- ・ スピラマイシン試験法
- ・ スルファジミジン試験法
- ・ セトキシジム試験法
- ・ セフチオフル試験法
- ・ ゼラノール試験法
- ・ ダイムロン試験法
- ・ ダゾメット、メタム及びメチルイソチオシアネート試験法
- ・ ターバシル試験法
- ・ チアベンダゾール及び5 - プロピルスルホニル - 1 H - ベンズイミダゾール - 2 - アミン試験法
- ・ チオジカルブ及びメソミル試験法
- ・ チルミコシン試験法
- ・ テクロフタラム試験法
- ・ デスメディファム試験法
- ・ テブラロキシジム試験法
- ・ テレフタル酸銅試験法
- ・ トリクラベンダゾール試験法
- ・ トリクラミド試験法
- ・ トリシクラゾール試験法
- ・ トリネキサパックエチル試験法
- ・ トリフルミゾール試験法
- ・ トルフェンピラド試験法
- ・ 鉛試験法
- ・ ニテンピラム試験法
- ・ ノバルロン試験法
- ・ バミドチオン試験法
- ・ ビオレスメトリン試験法
- ・ ピクロラム試験法
- ・ ビスピリバックナトリウム塩試験法
- ・ ヒ素試験法
- ・ ビフェナゼート試験法
- ・ ヒメキサゾール試験法
- ・ ピメトロジン試験法
- ・ ピラゾキシフェン試験法
- ・ ピラフルフェンエチル試験法
- ・ ピリダベン試験法
- ・ ピリダリル試験法
- ・ ピリデート試験法

- ・ ピリフェノックス試験法
- ・ ピリミジフェン試験法
- ・ ピリメタニル試験法
- ・ ピルリマイシン試験法
- ・ ファモキサドン試験法
- ・ フィプロニル試験法
- ・ フェノキサプロップエチル試験法
- ・ フェンアミドン試験法
- ・ フェントラザミド試験法
- ・ フェンピロキシメート試験法
- ・ フェンヘキサミド試験法
- ・ フェンチン試験法
- ・ ブチレート試験法
- ・ フラメトピル試験法
- ・ フルアジナム試験法
- ・ フルアジホップ試験法
- ・ フルオルイミド試験法
- ・ フルシラゾール試験法
- ・ フルスルファミド試験法
- ・ フルベンダゾール試験法
- ・ フルミオキサジン試験法
- ・ プロクロラズ試験法
- ・ プロシミドン試験法
- ・ プロパモカルブ試験法
- ・ プロヒドロジャスモン試験法
- ・ プロヘキサジオンカルシウム塩試験法
- ・ ヘキシチアゾクス試験法
- ・ ベンシクロン試験法
- ・ ベンジルペニシリン試験法
- ・ ベンゾピシクロン試験法
- ・ ペンタゾン試験法
- ・ ペントキサゾン試験法
- ・ ベンフレセート試験法
- ・ ボスカリド試験法（農産物）
- ・ ボスカリド試験法（畜産物）
- ・ ホセチル試験法
- ・ マレイン酸ヒドラジド試験法
- ・ ミクロブタニル試験法
- ・ メタベンズチアズロン試験法
- ・ メタミトロン試験法
- ・ メチオカルブ試験法
- ・ メトブレン試験法
- ・ メトリブジン試験法
- ・ メパニピリム試験法



- ・ モリネート試験法
- ・ レバミゾール試験法

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

- ・ 2,4,5-T試験法
- ・ アゾシクロチン及びシヘキサチン試験法
- ・ アミトロール試験法
- ・ アルドリン、エンドリン及びディルドリン試験法
- ・ カプタホール試験法
- ・ カルバドックス試験法
- ・ クマホス試験法
- ・ クレンブテロール試験法
- ・ クロラムフェニコール試験法
- ・ クロルプロマジン試験法
- ・ ジエチルスチルベストロール試験法
- ・ ジメトリダゾール、メトロニダゾール及びロニダゾール試験法
- ・ ダミノジッド試験法
- ・ デキサメタゾン試験法
- ・ トリアゾホス及びパラチオン試験法
- ・     - トレンボロン及び     - トレンボロン試験法
- ・ 二臭化エチレン試験法
- ・ ニトロフラン類試験法
- ・ プロファム試験法

## 第3章 個別試験法

(改訂：E P N、アニロホス、イサゾホス、イプロベンホス、エチオン、エディフェンホス、エトプロホス、エトリムホス、カズサホス、キナルホス、クロルピリホス、クロルピリホスメチル、クロルフェンビンホス、シアノホス、ジスルホトン、ジメチルビンホス、ジメトエート、スルプロホス、ダイアジノン、チオメトン、テトラクロルピンホス、テルブホス、トリアゾホス、トリブホス、トルクロホスメチル、パラチオン、パラチオンメチル、ピペロホス、ピラクロホス、ピラゾホス、ピリダフェンチオン、ピリミホスメチル、フェナミホス、フェニトロチオン、フェンスルホチオン、フェンチオン、フェントエート、ブタミホス、プロチオホス、プロパホス、プロフェノホス、プロモホス、ベンスリド、ホキシム、ホサロン、ホスチアゼート、ホスファミドン、ホスメット、ホレート、マラチオン、メカルバム、メタクリホス、メチダチオン及びメビンホス試験法、ピリダリル試験法)

EPN、アニロホス、イサゾホス、イプロベンホス、エチオン、エディフェンホス、エトプロホス、エトリムホス、カズサホス、キナルホス、クロルピリホス、クロルピリホスメチル、クロルフェンビンホス、シアノホス、ジスルホトン、ジメチルビンホス、ジメトエート、スルプロホス、ダイアジノン、チオメトン、テトラクロルビンホス、テルブホス、トリアゾホス、トリブホス、トルクロホスメチル、パラチオン、パラチオンメチル、ピペロホス、ピラクロホス、ピラゾホス、ピリダフェンチオン、ピリミホスメチル、フェナミホス、フェントロチオン、フェンスルホチオン、フェンチオン、フェントエート、ブタミホス、プロチオホス、プロバホス、プロフェノホス、プロモホス、ベンスリド、ホキシム、ホサロン、ホスチアゼート、ホスファミドン、ホスメット、ホレート、マラチオン、メカルバム、メタクリホス、メチダチオン及びメビンホス試験法（農産物）

## 1. 分析対象化合物

農薬等の成分である物質	分析対象化合物
EPN	EPN
アニロホス	アニロホス
イサゾホス	イサゾホス
イプロベンホス	イプロベンホス
エチオン	エチオン
エディフェンホス	エディフェンホス
エトプロホス	エトプロホス
エトリムホス	エトリムホス
カズサホス	カズサホス
キナルホス	キナルホス
クロルピリホス	クロルピリホス
クロルピリホスメチル	クロルピリホスメチル
クロルフェンビンホス	クロルフェンビンホス（E体） クロルフェンビンホス（Z体）
シアノホス	シアノホス
ジスルホトン	ジスルホトン、ジスルホトンスルホン
ジメチルビンホス	ジメチルビンホス（E体）　ジメチルビンホス（Z体）
ジメトエート	ジメトエート
スルプロホス	スルプロホス
ダイアジノン	ダイアジノン
チオメトン	チオメトン
テトラクロルビンホス	テトラクロルビンホス（Z体）

テルブホス	テルブホス
トリアゾホス	トリアゾホス
トリブホス	トリブホス
トルクロホスメチル	トルクロホスメチル
パラチオン	パラチオン
パラチオンメチル	パラチオンメチル
ピペロホス	ピペロホス
ピラクロホス	ピラクロホス
ピラゾホス	ピラゾホス
ピリダフェンチオン	ピリダフェンチオン
ピリミホスメチル	ピリミホスメチル
フェナミホス	フェナミホス
フェニトロチオン	フェニトロチオン
フェンスルホチオン	フェンスルホチオン
フェンチオン	フェンチオン
フェントエート	フェントエート
ブタミホス	ブタミホス
プロチオホス	プロチオホス
プロパホス	プロパホス
プロフェノホス	プロフェノホス
プロモホス	プロモホス
ベンスリド	ベンスリド
ホキシム	ホキシム
ホサロン	ホサロン
ホスチアゼート	ホスチアゼート
ホスファミドン	ホスファミドン ( E 体 )、ホスファミドン ( Z 体 )
ホスメット	ホスメット
ホレート	ホレート
マラチオン	マラチオン
メカルバム	メカルバム
メタクリホス	メタクリホス
メチダチオン	メチダチオン
メビンホス	メビンホス ( E 体 )、メビンホス ( Z 体 )

## 2 . 装置

アルカリ熱イオン化検出器、炎光光度型検出器(リン用干渉フィルター、波長 526 nm)又

は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ及びガスクロマトグラフ・質量分析計を用いる。

### 3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の2に示すものを用いる。

EPN 標準品 本品は EPN98%以上を含む。

融点 本品の融点は 36 である。

アニロホス標準品 本品はアニロホス 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 50~53 である。

イサゾホス標準品 本品はイサゾホス 98%以上を含む。

イプロベンホス標準品 本品はイプロベンホス 98%以上を含む。

エチオン標準品 本品はエチオン 98%以上を含む。

融点 本品の融点は-15~-12 である。

エディフェンホス標準品 本品はエディフェンホス 97%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 154 (減圧・0.0013kPa)である。

エトプロホス標準品 本品はエトプロホス 98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 86~89 (減圧・0.027kPa)である。

エトリムホス標準品 本品はエトリムホス 98%以上を含む。

カズサホス標準品 本品はカズサホス 95%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 112~114 (減圧・0.11kPa)である。

キナルホス標準品 本品はキナルホス 96%以上を含む。

融点 本品の融点は 31~32 である。

クロルピリホス標準品 本品はクロルピリホス 99%以上を含む。

融点 本品の融点は 41~43 である。

クロルピリホスメチル標準品 本品はクロルピリホスメチル 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 45~47 である。

クロルフェンビンホス(E 体) 標準品 本品はクロルフェンビンホス(E 体)97%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 168~170 (減圧・0.067 kPa)である。

クロルフェンビンホス(Z 体) 標準品 本品はクロルフェンビンホス(Z 体)97%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 132~134 (減圧・0.0040 kPa)である。

シアノホス標準品 本品はシアノホス 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 14~15 である。

ジスルホトン標準品 本品はジスルホトン 98%以上を含む。

融点 本品の融点は-25 以下である。

ジスルホトンスルホン標準品 本品はジスルホトンスルホン 98%以上を含む。

ジメチルビンホス(E 体) 標準品 本品はジメチルビンホス(E 体)95%以上を含む。

ジメチルビンホス(Z体)標準品 本品はジメチルビンホス(Z体)99%以上を含む。

融点 本品の融点は 69~70 である。

ジメトエート標準品 本品はジメトエート 97%以上を含む。

融点 本品の融点は 49~51 である。

スルプロホス標準品 本品はスルプロホス 98%以上を含む。

ダイアジノン標準品 本品はダイアジノン 98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 83~84 (減圧・0.00027kPa)である。

チオメトン標準品 本品はチオメトン 92%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 100 (減圧・0.013kPa)である。

テトラクロルビンホス標準品 本品はテトラクロルビンホス (Z体) 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 94~97 である。

テルブホス標準品 本品はテルブホス 97%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 64 (減圧・0.0013 kPa)である。

トリアゾホス標準品 本品はトリアゾホス 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 0~5 である。

トリブホス標準品 本品はトリブホス 98%以上を含む。

融点 本品の融点は-25 以下である。

トルクロホスメチル標準品 本品はトルクロホスメチル 99%以上を含む。

融点 本品の融点は 78~80 である。

パラチオン標準品 本品はパラチオン 97%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 375 である。

パラチオンメチル標準品 本品はパラチオンメチル 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 35~36 である。

ピペロホス標準品 本品はピペロホス 98%以上を含む。

ピラクロホス標準品 本品はピラクロホス 99%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 164 (減圧・0.0013kPa)である。

ピラゾホス標準品 本品はピラゾホス 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 51~52 である。

ピリダフェンチオン標準品 本品はピリダフェンチオン 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 54~56 である。

ピリミホスメチル標準品 本品はピリミホスメチル 98%以上を含む。

フェナミホス標準品 本品はフェナミホス 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 49 である。

フェニトロチオン標準品 本品はフェニトロチオン 98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 140~141 (減圧・0.013 kPa)である。

フェンスルホチオン標準品 本品はフェンスルホチオン 98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 138～141 (減圧・0.0013 kPa)である。

フェンチオン標準品 本品はフェンチオン 98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 87 (減圧・0.0013 kPa)である。

フェントエート標準品 本品はフェントエート 98%以上を含む。

分解点 本品の分解点は 202～204 である。

ブタミホス標準品 本品はブタミホス 98%以上含む。

プロチオホス標準品 本品はプロチオホス 98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 125～128 (減圧・1.7 kPa)である。

プロパホス標準品 本品はプロパホス 98%以上を含む。

プロフェノホス標準品 本品はプロフェノホス 99%以上を含む。

プロモホス標準品 本品はプロモホス 98%以上を含む。

ベンスリド標準品 本品はベンスリド 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 34 である。

ホキシム標準品 本品はホキシム 98%以上を含む。

ホサロン標準品 本品はホサロン 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 46～48 である。

ホスチアゼード標準品 本品はホスチアゼート(R, S 体)98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 198 (減圧・0.067 kPa)である。

ホスファミドン標準品 本品はホスファミドン 98%以上を含み、E 体及び Z 体の混合物である。

ホスメット標準品 本品はホスメット 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 70～73 である。

ホレート標準品 本品はホレート 98%以上を含む。

融点 本品の融点は-15 以下である。

マラチオン標準品 本品はマラチオン 98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は 156～157 (減圧・0.093 kPa)である。

メカルバム標準品 本品はメカルバム 98%以上を含む。

メタクリホス標準品 本品はメタクリホス 98%以上を含む。

メチダチオン標準品 本品はメチダチオン 98%以上を含む。

融点 本品の融点は 39～40 である。

メビンホス標準品 本品はメビンホス 98%以上を含み、E 体及び Z 体の混合物である。

#### 4. 試験溶液の調製

##### 1) 抽出

穀類、豆類及び種実類の場合

検体を 420 μm の標準網ふるいを通して粉砕した後、その 10.0 g を量り採り、水 20 mL

を加え、2時間放置する。

これにアセトン 100 mL を加え、3分間細砕した後、ケイソウ土を 1 cm の厚さに敷いたろ紙を用いてすり合わせ減圧濃縮器中に吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を採り、アセトン 50 mL を加え、3分間細砕した後、上記と同様に操作して、ろ液をその減圧濃縮器中に合わせ、40 以下でアセトンを除去する。

これをあらかじめ飽和塩化ナトリウム溶液 100 mL を入れた 300 mL の分液漏斗に移す。酢酸エチル及び *n*-ヘキサン ( 1 : 4 ) 混液 100 mL を用いて上記の減圧濃縮器のナス型フラスコを洗い、洗液を上記の分液漏斗に合わせる。振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、酢酸エチル及び *n*-ヘキサンの層を 300 mL の三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル及び *n*-ヘキサン ( 1 : 4 ) 混液 50 mL を加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル及び *n*-ヘキサンの層を上記の三角フラスコに合わせる。これに適量の無水硫酸ナトリウムを加え、時々振り混ぜながら 15 分間放置した後、すり合わせ減圧濃縮器中にろ過し、*n*-ヘキサン 20 mL を用いて三角フラスコを洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗う操作を 2 回繰り返す。両洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40 以下で酢酸エチル及び *n*-ヘキサンを除去する。

この残留物に *n*-ヘキサン 30 mL を加え、100 mL の分液漏斗に移す。これに *n*-ヘキサン飽和アセトニトリル 30 mL を加え、振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、アセトニトリル層をすり合わせ減圧濃縮器中に移す。*n*-ヘキサン層に *n*-ヘキサン飽和アセトニトリル 30 mL を加え、上記と同様の操作を 2 回繰り返す、アセトニトリル層をその減圧濃縮器中に合わせ、40 以下でアセトニトリルを除去する。この残留物にアセトン及び *n*-ヘキサン ( 1 : 1 ) 混液 5 mL を加えて溶かす。

#### 果実、野菜、ハーブ、抹茶及びホップの場合

果実、野菜及びハーブの場合は、検体約 1 kg を精密に量り、必要に応じ適量の水を量つて加え、細切均一化した後、検体 20.0 g に相当する量を量り採る。

抹茶の場合は、検体 5.00 g を量り採り、水 20 mL を加えて2時間放置する。

ホップの場合は、検体を粉碎した後、その 5.00 g を量り採り、水 20 mL を加え、2時間放置する。

これにアセトン 100 mL を加え、3分間細砕した後、ケイソウ土を 1 cm の厚さに敷いたろ紙を用いてすり合わせ減圧濃縮器中に吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を採り、アセトン 50 mL を加え、3分間細砕した後、上記と同様に操作して、ろ液をその減圧濃縮器中に合わせ、40 以下でアセトンを除去する。

これをあらかじめ飽和塩化ナトリウム溶液 100 mL を入れた 300 mL の分液漏斗に移す。酢酸エチル及び *n*-ヘキサン ( 1 : 4 ) 混液 100 mL を用いて上記の減圧濃縮器のナス型フラスコを洗い、洗液を上記の分液漏斗に合わせる。振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、酢酸エチル及び *n*-ヘキサンの層を 300 mL の三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル及び *n*-ヘキサン ( 1 : 4 ) 混液 50 mL を加え、上記と同様に操作して、酢



酸エチル及び *n*-ヘキサンの層を上記の三角フラスコに合わせる。これに適量の無水硫酸ナトリウムを加え、時々振り混ぜながら 15 分間放置した後、すり合わせ減圧濃縮器中にろ過する。次いで *n*-ヘキサン 20 mL を用いて三角フラスコを洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗う操作を 2 回繰り返す。両洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40 以下で酢酸エチル及び *n*-ヘキサンを除去する。この残留物にアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液 5 mL を加えて溶かす。

抹茶以外の茶(EPN、ダイアジノン、パラチオン及びフェニトロチオンについては、不発酵茶に限る。)の場合

検体 9.00 g を 100 の水 540 mL に浸し、室温で 5 分間放置した後、ろ過し、冷後ろ液 360 mL を 500 mL の三角フラスコに移す。これに飽和酢酸鉛溶液 5 mL を加え、室温で 1 時間静置した後、ケイソウ土を 1 cm の厚さに敷いたろ紙を用いて吸引ろ過し、ろ液を 1,000 mL の分液漏斗に移す。次いでアセトン 50 mL を用いて上記の三角フラスコを洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗う。洗液を上記の分液漏斗に合わせる。

これに塩化ナトリウム 100 g 及び酢酸エチル及び *n*-ヘキサン (1 : 4) 混液 100 mL を加え、振とう機を用いて 5 分間激しく振り混ぜた後、静置し、酢酸エチル及び *n*-ヘキサンの層を 300 mL の三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル及び *n*-ヘキサン (1 : 4) 混液 100 mL を加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル及び *n*-ヘキサンの層を上記の三角フラスコに合わせる。これに適量の無水硫酸ナトリウムを加え、時々振り混ぜながら 15 分間放置した後、すり合わせ減圧濃縮器中にろ過する。次いで *n*-ヘキサン 20 mL を用いて三角フラスコを洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗う操作を 2 回繰り返す。両洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40 以下で酢酸エチル及び *n*-ヘキサンを除去する。この残留物にアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液 5 mL を加えて溶かす。

## 2) 精製

内径 15 mm , 長さ 300 mm のクロマトグラフ管にカラムクロマトグラフィー用シリカゲル(粒径 63~200 μm) 5 g をアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液に懸濁させたもの、次いでその上に無水硫酸ナトリウム約 5 g を入れ、カラムの上端に少量のアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液が残る程度までアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液を流出させる。このカラムに 1) 抽出で得られた溶液を注入した後、アセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液 100 mL を注入し、流出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40 以下でアセトン及び *n*-ヘキサンを除去する。この残留物にアセトンを加えて溶かし、正確に 5 mL とし、これを試験溶液とする。

## 5. 操作法

### 1) 定性試験

ホキシムを除く各農薬の試験を行う場合

次の操作条件で試験を行う。試験結果はいずれの操作条件においても標準品と一致しなけ

ればならない。

#### 操作条件 1

カラム 内径 0.53 mm , 長さ 10 ~ 30 m のケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用メチルシリコンを 1.5  $\mu$ m の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 80 で 1 分間保持し、その後毎分 8 で昇温し、250 に到達後 5 分間保持する。

試験溶液注入口温度 230

検出器 280 で操作する。

ガス流量 キャリヤーガスとしてヘリウムを用いる。クロルピリホスが約 14 分で流出する流速に調整する。空気及び水素の流量を至適条件に調整する。

#### 操作条件 2

カラム 内径 0.32 mm , 長さ 10 ~ 30 m のケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用 50%トリフルオロプロピル-メチルシリコンを 0.25  $\mu$ m の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 70 で 1 分間保持し、その後毎分 25 で昇温し、125 に到達後は毎分 10 で昇温し、235 に到達後 12 分間保持する。

試験溶液注入口温度 230

検出器 280 で操作する。

ガス流量 キャリヤーガスとしてヘリウムを用いる。クロルピリホスが約 12 分で流出する流速に調整する。空気及び水素の流量を至適条件に調整する。

#### ホキシムの試験を行う場合

次の操作条件で試験を行う。試験結果は標準品と一致しなければならない。

#### 操作条件

カラム 内径 0.53 mm、長さ 10 m のケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用メチルシリコンを 1.5  $\mu$ m の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 50 で 1 分間保持し、その後毎分 30 で昇温し、150 に到達後 10 分間保持する。次に毎分 30 で昇温し、250 に到達後 2 分間保持する。

試験溶液注入口温度 150

検出器 250 で操作する。

ガス流量 キャリヤーガスとしてヘリウムを用いる。ホキシムが約 9 分で流出する流速に調整する。空気及び水素の流量を至適条件に調整する。

#### 2) 定量試験

a 定性試験と同様の操作条件で得られた試験結果に基づき、ピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

#### 3) 確認試験

1) 定性試験と同様又は次の操作条件でガスクロマトグラフィー・質量分析を行う。試験

結果は標準品と一致しなければならない。また、必要に応じ、ピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

#### 操作条件

カラム 内径 0.25 mm、長さ 30 m のケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用 5 % フェニル-メチルシリコンを 0.25  $\mu$ m の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 50 で 1 分間保持し、その後毎分 25 で昇温し、125 に到達後は毎分 10 で昇温し、300 に到達後 10 分間保持する。

試験溶液注入口温度 250

キャリアーガス ヘリウム

イオン化モード (電圧) EI (70 eV)

#### 6 . 定量限界

EPN 0.02 mg/kg

アニコホス 0.025 mg/kg

イサゾホス 0.01 mg/kg

イプロベンホス 0.01 mg/kg

エチオン 0.01 mg/kg

エディフェンホス 0.02 mg/kg

エトプロホス 0.005 mg/kg

エトリムホス 0.01 mg/kg

カズサホス 0.01 mg/kg

キナルホス 0.01 mg/kg

クロルピリホス 0.01 mg/kg

クロルピリホスメチル 0.01 mg/kg

クロルフェンビンホス 0.02 mg/kg

シアノホス 0.01 mg/kg

ジスルホトン 0.01 mg/kg

ジメチルビンホス 0.04 mg/kg

ジメトエート 0.02 mg/kg

スルプロホス 0.01 mg/kg

ダイアジノン 0.01 mg/kg

チオメトン 0.01 mg/kg

テトラクロルビンホス 0.01 mg/kg

テルブホス 0.005 mg/kg

トリアゾホス 0.05 mg/kg

トリブホス 0.01 mg/kg

トルクロホスメチル 0.02 mg/kg  
パラチオン 0.01 mg/kg  
パラチオンメチル 0.01 mg/kg  
ピペロホス 0.01 mg/kg  
ピラクロホス 0.05 mg/kg  
ピラゾホス 0.01 mg/kg  
ピリダフェンチオン 0.03 mg/kg  
ピリミホスメチル 0.01 mg/kg  
フェナミホス 0.01 mg/kg  
フェニトロチオン 0.01 mg/kg  
フェンスルホチオン 0.02 mg/kg  
フェンチオン 0.01 mg/kg  
フェントエート 0.01 mg/kg  
ブタミホス 0.01 mg/kg  
プロチオホス 0.01 mg/kg  
プロパホス 0.01 mg/kg  
プロフェノホス 0.01 mg/kg  
プロモホス 0.01 mg/kg  
ベンスリド 0.03 mg/kg  
ホキシム 0.02 mg/kg  
ホサロン 0.02 mg/kg  
ホスチアゼート 0.02 mg/kg  
ホスファミドン 0.01 mg/kg  
ホスメット 0.01 mg/kg  
ホレート 0.01 mg/kg  
マラチオン 0.01 mg/kg  
メカルバム 0.01 mg/kg  
メタクリホス 0.01 mg/kg  
メチダチオン 0.01 mg/kg  
メビンホス 0.01 mg/kg

## 7. 留意事項

### 1) 分析値

クロルフェンビンホスは、クロルフェンビンホス (E 体) 及びクロルフェンビンホス (Z 体) のそれぞれについて定量を行い、これらの和を分析値とすること。

ジメチルビンホスは、ジメチルビンホス (E 体) 及びジメチルビンホス (Z 体) のそれぞれ

れについて定量を行い、これらの和を分析値とすること。

ジスルホトン、ジスルホトン及びジスルホトンスルホンのそれぞれについて定量を行い、ジスルホトンスルホンの定量値に係数 0.895 を掛けたものとジスルホトンの定量値との和をジスルホトンの分析値とする。

2) たまねぎ、にんにく等に含有されている多くの有機硫黄化合物が蛍光光度型検出器に感応して定性定量を妨害するときは、アルカリ熱イオン化検出器または高感度窒素・リン検出器で行うと妨害がほとんどなくなる。

3) 定量限界は、果実及び野菜を試料とした場合の値を示したものであり、穀類、豆類及び種実類の場合は概ね 2 倍、茶及びホップの場合は概ね 4 倍の値となる。基準値が定量限界より低い試料の場合は、試験溶液を濃縮する、ガスクロマトグラフへの注入量を増やすなどによって対応する。

4) 抹茶以外の茶について、エチオン、ジメトエート、フェントエート、プロフェノホス、ホサロン及びメチダチオンの試験を行う場合は、4. 試験溶液の調製、抹茶以外の茶の場合に従う。それら以外の農薬の試験を行う場合は、抹茶以外の茶を粉碎したのについて 果実、野菜、ハーブ、抹茶及びホップの場合の抹茶に従って操作する。

## 9. 参考文献

なし

## 10. 類型

A

## ピリダリル試験法（農産物）

### 1．分析対象化合物

ピリダリル

### 2．装置

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

ガスクロマトグラフ・質量分析計（GC/MS）

### 3．試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の2に示すものを用いる。

グラファイトカーボンミニカラム（250mg） 内径12～13mmのポリエチレン製のカラム管に、グラファイトカーボン250mgを充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

ピリダリル標準品 本品はピリダリル98%以上を含む。

### 4．試験溶液の調製

#### 1）抽出

##### 豆類の場合

試料10.0 gを量り採り、水20 mLを加え、2時間放置する。

これにアセトン100 mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、アセトン50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液にアセトンを加えて正確に200 mLとする。この100 mLを採り、40℃以下で約15 mLまで濃縮する。これに10%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、*n*-ヘキサン100 mL及び50 mLで2回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。

この残留物に *n*-ヘキサン50 mLを加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル50 mLずつで3回振とう抽出する。抽出液を合わせ、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン及びトルエン（4：1）混液5 mLを加えて溶かす。

##### 果実及び野菜の場合

試料20.0 gにアセトン100 mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、アセトン50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液にアセトンを加えて正確に200 mLとする。この100 mLを採り、40℃以下で約15 mLまで濃縮する。これに10%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、*n*-ヘキサン100 mL及び50 mLで2回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン及びトルエン（4：1）混液5 mLを加えて溶かす。

#### 2）精製

グラファイトカーボンカラムクロマトグラフィー

グラファイトカーボンミニカラム (250 mg) にアセトン及びトルエン (4 : 1) 混液10 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに、1) で得られた溶液を注入した後、さらにアセトン及びトルエン (4 : 1) 混液15 mLを注入する。全溶出液を40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に *n*-ヘキサン 5 mLを加えて溶かす。

#### アミノプロピルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム(360 mg)に *n*-ヘキサン10 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに で得られた溶液を注入した後、さらに *n*-ヘキサン10 mLを注入する。全溶出液を40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトンに溶解し、豆類の場合は正確に 1 mL、果実及び野菜の場合は正確に 2 mLとしたものを試験溶液とする。

### 5. 検量線の作成

ピリダリル標準品の0.1 ~ 2 mg/Lアセトン溶液を数点調製し、それぞれ 2  $\mu$ LをGCに注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

### 6. 定量

試験溶液 2  $\mu$ LをGCに注入し、5 の検量線でピリダリルの含量を求める。

### 7. 確認試験

GC/MS又はGC/MS/MSにより、確認する。

### 8. 測定条件

#### 1) GC

検出器 : FTD、NPD又はECD

カラム : メチルシリコン 内径 0.53 mm、長さ 15 m、膜厚 1  $\mu$ m

カラム温度 : 250

注入口温度 : 250

検出器温度 : 280

キャリアーガス : ヘリウム (ECDの場合は、高純度窒素ガス)

保持時間の目安 : 4分

#### 2) GC/MS

カラム : 5%フェニル-メチルシリコン 内径 0.25 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25  $\mu$ m

カラム温度 : 200 (1分) - 10 /分 - 280 (5分)

注入口温度 : 250

キャリアーガス : ヘリウム

イオン化モード (電圧) : EI (70eV)

主なイオン (*m/z*) : 204、164、146

注入量 : 1  $\mu$ L

保持時間の目安 : 12分

## 9．定量限界

0.02 mg/kg

## 10．留意事項

### 1) 試験法の概要

ピリダリルを試料からアセトンで抽出し、*n*-ヘキサンに転溶する。果実及び野菜はそのまま、豆類はアセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂した後、グラファイトカーボンミニカラム及びアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラムで精製した後、GC (FTD、NPD又はECD) で測定し、GC/MSで確認する方法である。

### 2) 注意点

グラファイトカーボンミニカラム (250 mg) では、溶出溶媒としてアセトン及びトルエン (4 : 1) 混液を用いているが、緑葉野菜のように夾雑物の比較的多い試料を対象とする場合は、酢酸エチル (20 mL) やアセトン (20 mL) でも溶出可能である。試料夾雑物の溶出量は、アセトン及びトルエンの混液で溶出するよりも若干低下することが期待できる。

精製が不十分な場合は、シリカゲルミニカラム (690 mg) [試料溶液を負荷した後、*n*-ヘキサン 10 mLで洗浄、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 19) 混液 10 mLで溶出] やオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000 mg) [試料溶液を負荷した後、アセトニトリル及び水 (4 : 1) 混液 10 mLで洗浄、アセトニトリル10 mLで溶出] による精製を追加するとよい。

GC (ECD) 測定では、試料夾雑物による影響を受けやすく、試料による感度変動が大きい。また、GC/MS測定では、ピリダリルの感度が食品の品目によって大幅に高まる場合がある。

### 11．参考文献

厚生労働省「ピリダリル試験法」(平成16年7月6日通知)

### 12．類型

C