

ゴルフ場で使用される農薬による水質汚濁の防止に係る暫定指導指針

平成2年5月24日環水土第77号各都道府県知事宛

環境庁水質保全局長通知

最終改正 平成22年9月29日環水土発第100929001号

ゴルフ場で使用される農薬による水質汚濁の防止を図るため、かねてから、ゴルフ場周辺の水質等の実態の把握を願ってきたところであるが、今般、別紙のとおり、ゴルフ場で使用される農薬による水質汚濁の防止に係る暫定指導指針を定めたので、当面、これに基づきゴルフ場の指導に当たられたい。

なお、今後とも、関係部局間の連絡を密にする等により、農薬使用の適正化について指導の徹底が図られるよう配慮されたい。

(別紙)

ゴルフ場で使用される農薬による水質汚濁の防止に係る暫定指導指針

1 基本的考え方

ゴルフ場で使用される農薬による水質汚濁の未然防止を図ることが緊急の課題となっている。このため、農薬の使用に当たっては、農薬取締法に基づき安全性評価がなされた登録農薬の適正使用や使用量の削減等について指導が徹底される必要があるが、その際、これらの指導の実効を期す上で、ゴルフ場から排出される水に含まれる農薬の実態把握に努め、その結果に基づき、必要に応じて随時、ゴルフ場に対して適切な改善措置を求めるとすることが肝要と考えられる。

このような観点から、現状の知見等からみて可能な範囲で水質汚濁の未然防止に資する対処の方策を早急に明らかにする必要があると考えられるので、地方公共団体が水質保全の面からゴルフ場を指導する際の参考となるよう、本暫定指導指針(以下「指針」という。)を定めることとしたものである。

指針中対象とした農薬は、ゴルフ場で使用されているものの中から全国的にみて主要なものを選定しており、また、排出水中の指針値の設定に当たっては、現在得られている知見等を基に、人の健康の保護に関する視点を考慮したものである。

なお、今後、実態の把握の進捗や関連する科学的知見の集積等によって、必要に応じ、指針の改定があり得るものである。

2 暫定指導指針

(1) 農薬使用状況等の的確な把握

水質保全の面からゴルフ場を指導する際には、これに先立って農薬の使用状況やゴルフ場内の集排水系統、排水処理施設の現状、接続する河川、利水施設等ゴルフ場周辺水域の状況等に関する実態を的確に把握することが必要であり、このため、関係行政部局、市町村、団体等の協力分担の下に、管内ゴルフ場関係者との間の連絡協議を密にして、必要な資料の収集整理に努めるものとする。

(2) 農薬流出実態の調査

ゴルフ場周辺の水域に対する水質汚濁を未然に防止する観点から、ゴルフ場から排出される水（以下「排水」という。）に含まれる農薬の残留実態を調査し、これらの結果から所要の指導の一層の徹底を図ることとする。

このため、農薬の流出実態の調査は、排水がゴルフ場の区域から場外の水域に流出する地点（以下「排水口」という。）において、農薬濃度が高い状態になると見込まれる時の排水について実施することを基本とするものとする。

その際、ゴルフ場の構造等によって排水口における調査が困難な場合には、場内の調整池、排水路のほかゴルフ場下流の河川等を含め、ゴルフ場からの農薬の流出実態が適切に把握できると認められる地点において適宜行う。

また、調査の実施に当たっては、一般に使用農薬の種類や使用の時期、方法等が病害虫及び雑草の種類、発生時期等に応じて地域により多様であるほか、排水中への農薬の流出は、農薬の種類、使用方法や現地の地形、土壌、集排水系統等の状況によって異なること等に十分留意する。

(3) 指針値及び改善措置について

ゴルフ場からの排水中の農薬濃度は、排水口において別表に掲げる値（以下「指針値」という。）を超えないこととする。

また、排水口における調査結果がこの指針値を下回る場合においても、農薬の流出を極力低減させるように努めるものとする。

排水中の農薬濃度が指針値を超える場合には、次の措置をとるものとする。

ア ゴルフ場下流に近接して水道水源等利水施設が存在する場合には、調査結果を直ちに連絡し、当該施設における水質調査を行うとともに、ゴルフ場からの農薬の流出に起因して利水目的の維持達成に支障が生じないよう万全の措置を講ずるものとする。

イ 農薬使用実態の精査、流出経路の踏査、調査頻度の増加等により指針値を超えることとなった農薬の流出原因に関するより詳細な実態の把握に努める。

ウ 農薬の使用時期、回数等所定の使用法の遵守、流出が少ない農薬の種類や剤型の選択等農薬使用の適正化、可能な範囲での農薬の使用量の削減等について、関係部局等と十分連携をとりつつ、ゴルフ場関係者を指導する。

エ 排水中への農薬の流出を低減させる上で、農薬使用の改善のほか、ゴルフ場の集排水系統、排水処理施設の改修や地形、構造の改変等を必要とすると認められる場合には、現地の実情に即し、これらに関する具体的な方策を検討の上、必要な措置を講ずるようゴルフ場関係者を指導する。

(4) 地域特性等への配慮

別表の指針値は、一般的条件の下で適用すべき暫定的なものとして設定したものであり、都道府県において、ゴルフ場の立地状況や下流の利水状況等地域の実情に応じ、別途、別表の指針値にかわるより厳しい値によって所要の指導を行うことができるも

のである。

また、排水口以外の地点において調査が行われた場合の調査結果については、別表の指針値を基に、その地点の集水域と排水口の地点の集水域の差異等を勘案して、所要の指導を行うものとする。この場合において、下流河川等の水域における調査結果については、一般に排水が河川等の水域に流入する場合に適用されている諸基準との関係等を勘案するものとする。

(5) 分析方法

別表の排出水に係る標準分析方法は別添のとおりである。別の方法による場合は、必要な検出感度が得られるかどうか十分確認を行うこととする。

(6) 調査、指導の体制

調査及び指導に当たっては、必要に応じ、関係行政部局等の連絡協議の場を設けるとともにゴルフ場関係者の協力を求める等により、これらの円滑かつ的確な実施に遺漏のないように努めるものとする。また、ゴルフ場からの農薬の流出防止については、まずゴルフ場関係者において適切な対策が講じられることが基本であると考えられるので、ゴルフ場関係者に対し、本指針の周知徹底を図るとともに、都道府県の実情に応じ、自主的な調査、点検の実施等について指導し、所要の助言に努めるものとする。

(別表)

農 薬 名	指針値 (mg/L)
(殺虫剤)	
アセタミプリド	1.8
アセフェート	0.063
イソキサチオン	0.08
イミダクロプリド	1.5
エトフェンプロックス	0.82
クロチアニジン	2.5
クロルピリホス	0.02
ダイアジノン	0.05
チアメトキサム	0.47
チオジカルブ	0.8
テブフェノジド	0.42
トリクロルホン (DEP)	0.05
ピリダフェンチオン	0.02
フェニトロチオン (MEP)	0.03
ペルメトリン	1
ベンスルタップ	0.9
(殺菌剤)	
アゾキシストロビン	4.7
イソプロチオラン	2.6
イプロジオン	3
イミノクタジンアルベシル酸塩及びイミノクタジン 酢酸塩	0.06 (イミノクタジンとして)
エトリジアゾール (エクロメゾール)	0.04
オキシシン銅 (有機銅)	0.4
キャプタン	3
クロロタロニル (TPN)	0.4
クロロネブ	0.5
ジフェノコナゾール	0.3
シプロコナゾール	0.3
シメコナゾール	0.22
チウラム (チラム)	0.2
チオフアネートメチル	3
チフルザミド	0.5
テトラコナゾール	0.1

テブコナゾール	0. 7 7
トリフルミゾール	0. 5
トルクロホスメチル	2
バリダマイシン	1 2
ヒドロキシイソキサゾール (ヒメキサゾール)	1
フルトラニル	2. 3
プロピコナゾール	0. 5
ベノミル	0. 2
ペンシクロン	1. 4
ボスカリド	1. 1
ホセチル	2 3
ポリカーバメート	0. 3
メタラキシル及びメタラキシルM	0. 5 8 (メタラキシルとして)
メプロニル	1
(除草剤)	
アシュラム	2
エトキシスルフロン	1
オキサジアルギル	0. 2
オキサジクロメホン	0. 2 4
カフェンストロール	0. 0 7
シクロスルフアムロン	0. 8
ジチオピル	0. 0 9 5
シデュロン	3
シマジン (CAT)	0. 0 3
テルブカルブ (MB PMC)	0. 2
トリクロピル	0. 0 6
ナプロパミド	0. 3
ハロスルフロンメチル	2. 6
ピリブチカルブ	0. 2 3
ブタミホス	0. 2
フラザスルフロン	0. 3
プロピザミド	0. 5
ベンスリド (SAP)	1
ペンディメタリン	1
ベンフルラリン (ベスロジン)	0. 8
メコプロップカリウム塩 (MC P Pカリウム塩)、 メコプロップジメチルアミン塩 (MC P Pジメチル アミン塩)、メコプロップPイソプロピルアミン塩	0. 4 7 (メコプロップとして)

及びメコプロップPカリウム塩 MCPAイソプロピルアミン塩及びMCPAナトリ ウム塩 (植物成長調整剤) トリネキサパックエチル	0.05 (MCPAとして) 0.15
--	-------------------------------

(別添)

[目次]

I 排水に係る標準分析方法（個別分析法）

1	アセフェート	1
2	イソキサチオン	3
3	エトフェンプロックス	5
4	クロルピリホス	7
5	ダイアジノン	8
6	チオジカルブ	9
7	トリクロルホン (DEP)	11
8	ピリダフェンチオン	12
9	フェニトロチオン (MEP)	13
10	ベンスルタップ	14
11	アゾキシストロビン	16
12	イソプロチオラン	18
13	イプロジオン	20
14	イミノクタジンアルベシル酸塩及びイミノクタジン酢酸塩	22
15	エトリジアゾール (エクロメゾール)	24
16	オキシシン銅 (有機銅)	26
17	キャプタン	27
18	クロロタロニル (TPN)	29
19	クロロネブ	31
20	チウラム (チラム)	33
21	チオフアネートメチル	34
22	トルクロホスメチル	36
23	バリダマイシン	37
24	ヒドロキシイソキサゾール (ヒメキサゾール)	38
25	フルトラニル	39
26	プロピコナゾール	41
27	ベノミル	43
28	ペンシクロン	45
29	ホセチル	47
30	ポリカーバメート	49
31	メタラキシル及びメタラキシルM	51
32	メプロニル	53
33	アシュラム	55
34	オキサジアルギル	57

35	ジチオピル	-----	59
36	シデュロン	-----	61
37	シマジン (CAT)	-----	63
38	テルブカルブ (MBPMC)	-----	65
39	トリクロピル	-----	67
40	ナプロパミド	-----	69
41	ハロスルフロンメチル	-----	71
42	ピリブチカルブ	-----	73
43	ブタミホス	-----	75
44	フラザスルフロン	-----	76
45	プロピザミド	-----	78
46	ベンスリド (SAP)	-----	80
47	ペンディメタリン	-----	82
48	ベンフルラリン (ベスロジン)	-----	84
49	メコプロップカリウム塩 (MCP Pカリウム塩)、 メコプロップジメチルアミン塩 (MCP Pジメチル アミン塩)、メコプロップPイソプロピルアミン塩 及びメコプロップPカリウム塩	-----	86
50	MCPAイソプロピルアミン塩及びMCPAナトリウム塩	-----	88
51	トリネキサパックエチル	-----	90

II 排水に係る標準分析方法 (多成分同時分析法)

- 1 アセタミプリド、アゾキシストロビン、イソキサチオン、
イソプロチオラン、イプロジオン、イミダクロプリド、
エトキシスルフロン、オキサジクロメホン、カフェンストロール、
カフェンストロール脱カルバモイル体、クロチアニジン、
シクロスルファムロン、ジチオピル、シデュロン、ジフェノコナゾール、
シプロコナゾール、シマジン、シメコナゾール、ダイアジノン、
チアメトキサム、チフルザミド、テトラコナゾール、テブコナゾール、
テブフェノジド、テルブカルブ、トリクロピル、トリフルミゾール、
トリフルミゾール代謝物、ハロスルフロンメチル、ピリブチカルブ、
フェニトロチオン、ブタミホス、フラザスルフロン、フルトラニル、
プロピコナゾール、プロピザミド、ペンシクロン、
ベンスリド、ペンディメタリン、ボスカリド、メコプロップ、
メタラキシル及びメプロニルの測定方法----- 92

- 2 イソキサチオン、イソプロチオラン、イプロジオン、
キャプタン、クロルピリホス、クロロタロニル、
シマジン、ジチオピル、ダイアジノン、テルブ

カルブ、トリクロピル（トリクロピルブトキシエチル）、 トルクロホスメチル、ナプロパミド、ピリダフェンチオン、 フェニトロチオン、ブタミホス、フルトラニル、プロピコナゾール、 プロピザミド、ペンシクロン、ベンスリド、ペンディメタリン、 メタラキシル及びメプロニルの測定方法	-----	99
3 アセフェート及びトリクロルホンの測定方法	-----	103
4 エトリジアゾール、クロロネブ、ピリブチカルブ及び ベンフルラリンの測定方法	-----	105
5 メタミドホスの測定方法	-----	107
6 アシュラム、アゾキシストロビン、オキシシン銅、シデュ ロン、チウラム、トリクロピル酸、ハロスルフロメチル、 フラザスルフロメチル及びメコプロップの測定方法	-----	108

I 排水に係る標準分析方法（個別分析法）

1. アセフェート

(1) 装置

ガスクロマトグラフ質量分析計又は蛍光光度型検出器（FPD、Pフィルター）付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトン、塩化ナトリウム、酢酸エチル：試薬特級又はこれと同等のもの

多孔性ケイソウ土カラム：内径約2cmのカラムに20mL保持量のカラムクロマトグラフィー用顆粒状多孔性ケイソウ土を充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

アセフェート標準品

メタミドホス標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 濃縮

試料250mLを500mLのナス型フラスコに量り取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて50℃以下で20mLに濃縮する。これに、塩化ナトリウム5gを加えて溶かす。

イ カラムクロマトグラフィー

これを多孔性ケイソウ土カラムに流し入れ、15分間放置する。酢酸エチル200mLで展開し、溶出液を300mLのナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物にアセトン1mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) 測定機器の操作条件

ガスクロマトグラフ部

カラム：内径0.2～約0.7mm、長さ5～15mの熔融シリカ製の管の内面にポリエチレングリコール20Mを0.1～1.5 μ mの厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

キャリアーガス：高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、内径0.2～約0.7mmのカラムに対して線速度を毎秒20～40cmとする。

試料導入部温度：スプリットレス方式の場合は200～270℃、コールドオンカラム方式の場合は50～100℃

カラム槽昇温プログラム：50℃で2分保ち、50～約280℃の範囲で毎分2～20℃の昇温を行う。

検出部

1) 質量分析計

インターフェース部温度：200～270℃

イオン源温度：150℃以上

測定質量数：アセフェートの場合は、136、94、125、183、メタミドホスの場合は、94、95、141

感度：アセフェート及びメタミドホスのそれぞれ0.2ngが十分確認できるように感度を調整する。

2) 蛍光光度型検出器

蛍光光度型検出器のフィルター：リン用干渉フィルター（波長526nm）を用いる。

検出器温度：260～300℃

ガス流量：水素ガス、空気及び追加ガス（高純度窒素ガス又はヘリウムガス）の流量を至適条件になるように調整する。

感度：アセフェート及びメタミドホスのそれぞれ0.2ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

アセフェート標準品及びメタミドホス標準品のそれぞれ0.1～2mg/Lアセトン溶液を数点調製し、それぞれを2 μ Lずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定しアセフェート及びメタミドホスの検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から2 μ Lを取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりアセフェート及びメタミドホスの重量を求める。このアセフェートの重量の値とメタミドホスの重量の値に係数1.30を乗じてアセフェートの重量に換算したものを和し、これに基づき、試料中のアセフェートの濃度を算出する。

2. イソキサチオン

(1) 装置

高感度窒素リン検出器 (NPD) 又はアルカリ熱イオン型検出器 (FTD) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

ヘキサン、アセトン、酢酸エチル、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム：試薬特級

ケイ酸マグネシウム：カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウムを130℃で16時間活性化後、放冷したもの

水：蒸留水又は精製水

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を6M塩酸で2時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものを用いる。

イソキサチオン標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料400mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム20g、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、有機溶媒層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、有機溶媒層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20～30gを有機溶媒層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10～20mLの酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) で数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) を1～2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン10mLを加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

ケイ酸マグネシウム5gを内径1.5cm、長さ30cmのクロマト管にヘキサンの湿式法で充てんし、無水硫酸ナトリウム約4gを積層する。これに先の溶解液の5mL (試料200mL相当) を注ぎ、流下させる。次いでアセトン—ヘキサン (5:95) 混液50mLを流下させイソキサチオンを溶出させ、200mLのナス型フラスコに受ける。減圧濃縮器を用い、約40℃の水浴で溶媒を1～2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にアセトン4mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径2～3mm、長さ100～150cmのガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器250～300℃、カラム180～220℃

ガス流量：キャリアーガスとしてヘリウム又は高純度窒素ガスを用い、イソキサチオンのピークが保持時間2～4分となるように調整するとともに水素及び空気の流量を至適条件となるように調整する。

感度：イソキサチオンの0.2ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

イソキサチオン標準品より0.05～1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ のアセトン溶液を数点調製し、それぞれ4 μL ずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から4 μL を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりイソキサチオンの重量を求め、これに基づき試料中のイソキサチオン濃度を算出する。

3. エトフェンプロックス

(1) 装置

ガスクロマトグラフ質量分析計又は紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

ヘキサン、メタノール、塩化ナトリウム、無水硫酸ナトリウム：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

エトフェンプロックス標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料200mLを500mLの分液漏斗に量り取り、塩化ナトリウム10g及びヘキサン100mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、ヘキサン層を分取する。残った水層についてもヘキサン100mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全ヘキサン層を300mLの三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20gを加え、時々振り混ぜながら30分間放置した後、300mLのナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコをヘキサン20mLで洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物にヘキサン（高速液体クロマトグラフの場合はメタノール）2mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) 測定機器の操作条件

1) ガスクロマトグラフ質量分析計

カラム：内径0.2～約0.7mm、長さ10～30mの溶融シリカ製の管の内面に5%フェニルメチルポリシロキサンを0.1～1.5 μ mの厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

試料導入部温度：スプリットレス方式の場合は200～270℃、コールドオンカラム方式の場合は50～100℃

カラム槽昇温プログラム：50℃で2分保ち、50～約280℃の範囲で毎分2～20℃の昇温を行う。

キャリアガス：高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、内径0.2～約0.7mmのカラムに対して線速度を毎秒20～40cmとする。

インターフェイス部温度：200～270℃

イオン源温度：150℃以上

測定質量数：163、376、135

感度：エトフェンプロックスの0.1ngが十分確認できるように感度を調整する。

2) 高速液体クロマトグラフ

充てん剤：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを用いる。

カラム：内径2～6mm、長さ15～30cmのステンレス管を用いる。

カラム槽温度：40℃

溶離液：メタノール及び水の混液（9:1）を用い、エトフェンプロックスが8～12分で流出するように流速を調整する。

検出器：波長225nmで測定する。

感度：エトフェンプロックスの1ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

1) ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる場合

エトフェンプロックス標準品より0.05～1mg/Lのヘキサン溶液を数点調製し、それぞれを2 μ Lずつガスクロマトグラフ質量分析計に注入し、ピーク高又はピーク面積を測定しエトフェンプロックスの検量線を作成する。

2) 高速液体クロマトグラフを用いる場合

エトフェンプロックス標準品より0.05～1mg/Lのメタノール溶液を数点調製し、それぞれを20 μ Lずつ高速液体クロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定しエトフェンプロックスの検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液からガスクロマトグラフ質量分析計を用いる場合は2 μ Lを、高速液体クロマトグラフを用いる場合は20 μ Lを取り、ガスクロマトグラフ質量分析計又は高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりエトフェンプロックスの重量を求め、これに基づき、試料中のエトフェンプロックスの濃度を算出する。

4. クロルピリホス

(1) 装置

高感度窒素リン検出器 (NPD) 又はアルカリ熱イオン型検出器 (FTD) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトン、酢酸エチル、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム、塩化ナトリウム：試薬特級又はこれと同等のもの

水：蒸留水又は精製水

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を6M塩酸で2時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものをを用いる。

クロルピリホス標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料200mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム10g、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、有機溶媒層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、有機溶媒層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20~30gを有機溶媒層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10~20mLの酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) で数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) を1~2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にアセトン4mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径2~3mm、長さ100~150cmのガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器250~300℃、カラム160~200℃

ガス流量：キャリアーガスとして窒素ガスを用い、クロルピリホスのピークが保持時間2~4分となるように調整するとともに水素及び空気の流量を至適条件となるように調整する。

感度：クロルピリホスの0.2ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

クロルピリホス標準品より0.05~1.0 μ g/mLのアセトン溶液を数点調製し、それぞれ4 μ Lずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から4 μ Lを取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりクロルピリホスの重量を求め、これに基づき試料中のクロルピリホス濃度を算出する。

5. ダイアジノン

(1) 装置

炎光光度型検出器 (FPD、Pフィルター) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトン、酢酸エチル、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム、塩化ナトリウム：試薬特級又はこれと同等のもの

水：蒸留水又は精製水

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を6M塩酸で2時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものをを用いる。

ダイアジノン標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料200mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム10g、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、有機溶媒層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、有機溶媒層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20~30gを有機溶媒層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10~20mLの酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) で数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) を1~2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にアセトン4mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径2~3mm、長さ100~150cmのガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器250~300℃、カラム160~200℃

ガス流量：キャリアーガスとして窒素ガスを用い、ダイアジノンのピークが保持時間2~4分となるように調整するとともに水素及び空気の流量を至適条件となるように調整する。

感度：ダイアジノンの0.2ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

ダイアジノン標準品より0.05~1.0 $\mu\text{g/mL}$ のアセトン溶液を数点調製し、それぞれ4 μL ずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から4 μL を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりダイアジノンの重量を求め、これに基づき試料中のダイアジノン濃度を算出する。

6. チオジカルブ

(1) 装置

ガスクロマトグラフ質量分析計又はアルカリ熱イオン型検出器、高感度窒素・リン検出器若しくは炎光光度型検出器付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトン、塩化ナトリウム、酢酸エチル、ジエチレングリコール、水酸化ナトリウム、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム、硫酸：試薬特級
メチル チオアセトヒドロキサマー標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料200mLを500mLの分液漏斗に量り取り、塩化ナトリウム20g及び1mol/L硫酸5mLを加えてpH4以下に調整する。この溶液に酢酸エチル100mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、酢酸エチル層を分取する。残った水層についても、酢酸エチル100mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全酢酸エチル層を300mLの三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20gを加え、時々振り混ぜながら30分間放置した後、500mLのナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコを酢酸エチル20mLで洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、2%ジエチレングリコールアセトン溶液0.1mLを加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。

ウ 加水分解、抽出

この残留物に4mol/L水酸化ナトリウム溶液20mLを加えて溶かし、空冷管を付して85℃で30分間放置する。放冷後、1mol/L硫酸100mLを加え、酢酸エチル100mLで300mLの分液漏斗に洗い入れ、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、酢酸エチル層を分取する。残った水層についても、酢酸エチル50mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全酢酸エチル層を300mLの三角フラスコに合わせる。

エ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20gを加え、時々振り混ぜながら30分間放置した後、300mLのナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコを酢酸エチル20mLで洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、2%ジエチレングリコールアセトン溶液0.1mLを加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物にアセトン2mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) 測定機器の操作条件

ガスクロマトグラフ部

カラム：内径0.2～約0.7mm、長さ10～30mの熔融シリカ製の管の内面に5%フェニルメチルポリシロキサンを0.1～15 μ mの厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

キャリアーガス：高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、内径0.2～約0.7mmのカラムに対して線速度を毎秒20～40cmとする。

試料導入部温度：スプリットレス方式の場合は200～270℃、コールドオンカラム方式の場合は50～100℃

カラム槽昇温プログラム：50℃で2分保ち、50～約200℃の範囲で毎分2～20℃の昇温を行う。

検出部

1) 質量分析計

インターフェース部温度：200～270℃

イオン源温度：150℃以上

測定質量数：105、88

感度：メチル チオアセトヒドロキサマートの0.1ngが十分確認できるように感度を調整する。

2) アルカリ熱イオン型検出器、高感度窒素・リン検出器又は炎光光度型検出器

検出器温度：250～300℃

ガス流量：水素ガス、空気及び追加ガス（高純度窒素ガス又はヘリウムガス）の流量を至適条件になるように調整する。

炎光光度型検出器のフィルター：イオウ用干渉フィルター（波長394nm）を用いる。

感度：メチル チオアセトヒドロキサマートの0.1ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

メチル チオアセトヒドロキサマート標準品より0.05～1mg/Lのアセトン溶液を数点調製し、それぞれを2 μ Lずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定しメチル チオアセトヒドロキサマートの検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から2 μ Lを取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりメチル チオアセトヒドロキサマートの重量を求め、これに係数1.69を乗じてチオジカルブの重量に換算し、これに基づき、試料中のチオジカルブの濃度を算出する。

7. トリクロロホン (DEP)

(1) 装置

炎光光度型検出器 (FPD、Pフィルター) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトン、酢酸エチル、無水硫酸ナトリウム、塩化ナトリウム：試薬特級又はこれと同等のもの

水：蒸留水又は精製水

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を6M塩酸で2時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものをを用いる。

トリクロロホン標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料200mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム60g、酢酸エチル100mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、酢酸エチル層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル100mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、酢酸エチル層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20～30gを酢酸エチル層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、300mLのナス型フラスコに受ける。10～20mLの酢酸エチルで数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチルを1～2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にアセトン2mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径2～3mm、長さ100cmのガラス管

固体相液体：ポリエチレングリコール系

温度：注入口・検出器250℃、カラム160～200℃

ガス流量：キャリアーガスとして窒素ガスを用い、トリクロロホン由来のピークが保持時間2～4分となるように調整するとともに水素及び空気の流量を至適条件となるように調整する。

感度：トリクロロホンの0.4ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

トリクロロホン標準品より0.1～2.0μg/mLのアセトン溶液を数点調製し、それぞれ4μLずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から4μLを取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりトリクロロホンの重量を求め、これに基づき試料中のトリクロロホン濃度を算出する。

8. ピリダフェンチオン

(1) 装置

炎光光度型検出器 (FPD、Pフィルター) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトン、酢酸エチル、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム、塩化ナトリウム：試薬特級又はこれと同等のもの

水：蒸留水又は精製水

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を6M塩酸で2時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものをを用いる。

ピリダフェンチオン標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料200mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム10g、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、有機溶媒層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、有機溶媒層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20~30gを有機溶媒層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10~20mLの酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) で数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) を1~2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にアセトン2mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径2~3mm、長さ100~150cmのガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器250~300℃、カラム200~230℃

ガス流量：キャリアーガスとして窒素ガスを用い、ピリダフェンチオンのピークが保持時間2~4分となるように調整するとともに水素及び空気の流量を至適条件となるように調整する。

感度：ピリダフェンチオンの0.4ngが十分確認できるような感度を調整する。

(5) 検量線の作成

ピリダフェンチオン標準品より0.1~2.0 $\mu\text{g/mL}$ のアセトン溶液を数点調製し、それぞれ4 μL ずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から4 μL を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりピリダフェンチオンの重量を求め、これに基づき試料中のピリダフェンチオン濃度を算出する。

9. フェニトロチオン (MEP)

(1) 装置

炎光光度型検出器 (FPD、Pフィルター) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトン、酢酸エチル、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム、塩化ナトリウム：試薬特級又はこれと同等のもの

水：蒸留水又は精製水

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を6M塩酸で2時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものをを用いる。

フェニトロチオン標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料200mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム10g、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、有機溶媒層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、有機溶媒層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20~30gを有機溶媒層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10~20mLの酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) で数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) を1~2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にアセトン2mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径2~3mm、長さ100~150cmのガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器250~300℃、カラム180~220℃

ガス流量：キャリアーガスとして窒素ガスを用い、フェニトロチオンのピークが保持時間2~4分となるように調整するとともに水素及び空気の流量を至適条件となるように調整する。

感度：フェニトロチオンの0.4ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

フェニトロチオン標準品より0.1~2.0 μ g/mLのアセトン溶液を数点調製し、それぞれ4 μ Lずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から4 μ Lを取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりフェニトロチオンの重量を求め、これに基づき試料中のフェニトロチオン濃度を算出する。

10. ベンスタップ

(1) 装置

液体クロマトグラフタンデム型質量分析計を用いる。

(2) 試薬試液

ジエチルエーテル、無水硫酸ナトリウム、メタノール：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

アンモニア水、塩化ニッケル(II)、塩酸、酢酸アンモニウム、L-システイン塩酸塩一水和物：試薬特級

ネライストキシシンシュウ酸塩標準品

(3) 試験溶液の調製

試料100mLを300mLの分液漏斗に量り取り、6mol/L塩酸1mL及びL-システイン塩酸塩2gを加えて5分間振とうする。その後、2%塩化ニッケル溶液5mL及びアンモニア水10mLを加え激しく振とうする。ジエチルエーテル100mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時静置した後、ジエチルエーテル層を分取する。残った水層にジエチルエーテル100mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全ジエチルエーテル層を300mLの三角フラスコに合わせ、無水硫酸ナトリウム適量を加え、時々振り混ぜながら15分間放置した後、300mLのナス型フラスコ中に入ろ過する。使用した三角フラスコをジエチルエーテル20mLで洗い、その洗液で残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、ろ液にメタノール約8mLを加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて30℃以下で溶媒を留去する。ジエチルエーテル臭がしなくなることを確認した後、残留物をメタノール10mLに溶解し、試験溶液とする。

(4) 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計操作条件

液体クロマトグラフ部

カラム：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを内径2～2.1mm、長さ10～15cmのステンレス管に充てんしたもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

カラム槽温度：温度40℃

溶離液：2mmol/L酢酸アンモニウム溶液及びメタノールの混液（55：45）から（5：95）までの濃度勾配を15分間で行う。

質量分析部

イオンモード：ESI（+）

測定質量数：150.1→105.1（定量）、150.1→61.0（確認）

感度：ネライストキシシンシュウ酸塩の0.01ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

ネライストキシシンシュウ酸塩標準品より0.0025～0.5mg/Lのメタノール溶液を数点調製し、それぞれ4μLずつ液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から4μLを取り、液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、（5）の検量線によりネライストキシシンシュウ酸塩の重量を求め、これに換算係数1.80を乗

じてベンスルタップの重量に換算しこれに基づき、試料中のベンスルタップ濃度を算出する。

11. アゾキシストロビン

(1) 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル、アセトン、塩化ナトリウム、酢酸エチル、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム：
試薬特級

水：蒸留水又は精製水

ケイ酸マグネシウムミニカラム：内径10mm、長さ25mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用ケイ酸マグネシウム900mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

固相抽出カラム：内径10mm、長さ10mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用スチレンジビニルベンゼン共重合体（ポリスチレン系ゲル、粒径50 μ m）265mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

アゾキシストロビン標準品

(3) 試験溶液の調製

A法 溶媒抽出法

ア 抽出

試料200mLを500mLの分液漏斗に量り取り、塩化ナトリウム10g及び酢酸エチル50mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、酢酸エチル層を分取する。残った水層についても、酢酸エチル50mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全酢酸エチル層を300mLの三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20gを加え、時々振り混ぜながら30分間放置した後、300mLのナス型フラスコ中をろ過する。使用した三角フラスコを酢酸エチル20mLで洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物にヘキサン及びアセトンの混液（9:1）5mLを加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

あらかじめ、ケイ酸マグネシウムミニカラムにヘキサン5mLを流し入れ、洗浄しておく。これにナス型フラスコ中の溶液を流し入れ、ヘキサン及びアセトンの混液（9:1）30mLで展開し、流出液を捨てる。次いでヘキサン及びアセトンの混液（7:3）20mLで展開し、溶出液を50mLのナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物にアセトニトリル及び水の混液（1:1）4mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

B法 固相抽出法

試料200mLを、あらかじめアセトン5mL、次いで水5mLを流し入れ洗浄した固相抽出カラムに毎分10～20mLの流速で流し入れ、次いで水10mLを流し、流出液を捨てた後、約1分間吸引を続け水分を除去する。アセトン5mLで展開し、溶出液を50mLのナス型フラスコに移し、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。以下、この残留物についてA法のウと同様の操作を行う。

(4) 高速液体クロマトグラフの操作条件

充てん剤：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを用いる。

カラム：内径2～6mm、長さ15～30cmのステンレス管を用いる。

カラム槽温度：40℃

溶離液：アセトニトリル及び水の混液（1:1）を用い、アゾキシストロビンが15～20分で流出するように流速を調整する。

検出器：波長235nmで測定する。

感度：アゾキシストロビンの1ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

アゾキシストロビン標準品より500mg/Lのアセトニトリル溶液を調製し、この溶液をアセトニトリル及び水の混液（1:1）で希釈して0.05～1mg/L溶液を数点調製し、それぞれを20 μ Lずつ高速液体クロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定しアゾキシストロビンの検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から20 μ Lを取り、高速液体クロマトグラフに注入し、（5）の検量線によりアゾキシストロビンの重量を求め、これに基づき、試料中のアゾキシストロビンの濃度を算出する。

12. イソプロチオラン

(1) 装置

電子捕獲型検出器 (ECD) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

ヘキサン、アセトン、酢酸エチル、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム：試薬特級

ケイ酸マグネシウム：カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウムを130℃で16時間活性化後、放冷したもの

水：蒸留水又は精製水

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を6M塩酸で2時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものをを用いる。

イソプロチオラン標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料400mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム20g、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、有機溶媒層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、有機溶媒層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20~30gを有機溶媒層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10~20mLの酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) で数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) を1~2mLまで濃縮し、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン10mLを加え溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

ケイ酸マグネシウム5gを内径1.5cm、長さ30cmのクロマト管にヘキサンの湿式法で充てんし、無水硫酸ナトリウム約4gを積層する。これに先の溶解液の5mL (試料200mL相当) を注ぎ、流下させる。次いでアセトン-ヘキサン (15:85) 混液50mLを流下させイソプロチオランを溶出させ、200mLのナス型フラスコに受ける。減圧濃縮器を用い、約40℃の水浴で溶媒を1~2mLまで濃縮し、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン20mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径2~3mm、長さ100~200cmのガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器250~300℃、カラム200~240℃

ガス流量：キャリアーガスとして高純度窒素ガスを用い、イソプロチオランのピークが保持時

間2～4分となるように調整する。

感度：イソプロチオランの0.02ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

イソプロチオラン標準品より0.01～0.2 $\mu\text{g/mL}$ のヘキサン溶液を数点調製し、それぞれ2 μL ずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から2 μL を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりイソプロチオランの重量を求め、これに基づき試料中のイソプロチオラン濃度を算出する。

13. イプロジオン

(1) 装置

高感度窒素リン検出器 (NPD) 又はアルカリ熱イオン型検出器 (FTD) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

ヘキサン、アセトン、酢酸エチル、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム：試薬特級

ケイ酸マグネシウム：カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウムを130℃で16時間活性化後、放冷したもの

水：蒸留水又は精製水

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を6M塩酸で2時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものを用いる。

イプロジオン標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料400mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム20g、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、有機溶媒層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、有機溶媒層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20~30gを有機溶媒層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10~20mLの酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) で数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) を1~2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン10mLを加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

ケイ酸マグネシウム5gを内径1.5cm、長さ30cmのクロマト管にヘキサンの湿式法で充てんし、無水硫酸ナトリウム約4gを積層する。これに先の溶解液の5mL (試料200mL相当) を注ぎ、流下させる。次いでアセトン—ヘキサン (15:85) 混液50mLを流下させイプロジオンを溶出させ、200mLのナス型フラスコに受ける。減圧濃縮器を用い、約40℃の水浴で溶媒を1~2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にアセトン4mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径2~3mm、長さ100~150cmのガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器250~300℃、カラム180~220℃

ガス流量：キャリアガスとしてヘリウム又は高純度窒素ガスを用い、イプロジオンのピークが保持時間2～4分となるように調整するとともに水素及び空気の流量を至適条件となるように調整する。

感度：イプロジオンの0.2ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

イプロジオン標準品より0.05～1.0 $\mu\text{g/mL}$ のアセトン溶液を数点調製し、それぞれ4 μL ずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から4 μL を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりイプロジオンの重量を求め、これに基づき試料中のイプロジオン濃度を算出する。

1.4. イミノクタジンアルベシル酸塩及びイミノクタジン酢酸塩

(1) 装置

ポストカラム反応蛍光検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル、塩化ナトリウム、過塩素酸ナトリウム、水酸化ナトリウム、乳酸、ニンヒドリン、ブタノール、ヘキサン、メタノール、硫酸、リン酸一カリウム：試薬特級

トリエチルアミン：純度99%以上のもの

CBA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ィー用CBAシリカゲル（シリカゲルにカルボキシメチル基を化学的に結合させたもの）1000mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

水：蒸留水又は精製水

過塩素酸ナトリウム溶液：過塩素酸ナトリウム14.1g、水酸化ナトリウム400mg及び乳酸1.8mLに水を加えて1Lとしたもの

トリエチルアミン溶液：水酸化ナトリウム40g及びトリエチルアミン0.75mLに水を加えて1Lとしたもの

発蛍光液：ニンヒドリン3gに水1Lを加えて溶かしたもの

リン酸緩衝液（pH6）：リン酸一カリウム2.713gを水1Lに溶かした溶液400mLと、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液7mLを混和し、pHを6に調整したもの

イミノクタジン酢酸塩標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料200mLを500mLの分液漏斗に量り取り、トリエチルアミン0.15mL及び水酸化ナトリウム8gを加える。この溶液に塩化ナトリウム5g並びにブタノール及びヘキサンの混液（1:1）100mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、有機溶媒層を分取する。残った水層についても、ブタノール及びヘキサンの混液（1:1）100mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全有機溶媒層を500mLの分液漏斗に合わせる。

イ 濃縮

水30mL及び1mol/L硫酸2mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、水層を分取する。残った有機溶媒層についても、水20mL及び1mol/L硫酸0.5mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全水層を500mLのナス型フラスコに合わせ、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で2mLに濃縮する。この濃縮液にリン酸緩衝液5mLを加えた後、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液を加えてpH6に調整する。

ウ カラムクロマトグラフィー

あらかじめ、CBAシリカゲルミニカラムにメタノール5mL及び水5mLを流し入れ、洗浄しておく。これにナス型フラスコ中の溶液を流し入れ、リン酸緩衝液5mLで展開し、流出液を捨てる。次いで0.1mol/L塩酸メタノール溶液10mLで展開し、溶出液を50mLのナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で有機溶媒を留去する。この残留物に過塩素酸ナトリウム溶液及びアセトニトリルの混液（17:5）2mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) 高速液体クロマトグラフの操作条件

充てん剤：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを用いる。

カラム：内径2～6mm、長さ15～30cmのステンレス管を用いる。

カラム槽温度：50℃

溶離液：過塩素酸ナトリウム溶液及びアセトニトリルの混液（17:5）を用い、イミノクタジン酢酸塩から誘導化される蛍光体が10～15分で流出するように流速を調整する。

検出器：励起波長395nm、けい光波長500nmで測定する。

蛍光反応槽：溶離液に対し、0.5mol/L水酸化ナトリウム溶液及び発蛍光液を一定量注入する。

蛍光反応槽温度：60℃

感度：イミノクタジンの0.5ngから誘導される蛍光体の相当量が十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

イミノクタジン酢酸塩標準品よりイミノクタジンとして200mg/Lのメタノール溶液を調製し、この溶液を過塩素酸ナトリウム溶液及びアセトニトリルの混液(17:5)で希釈して0.025～1mg/L溶液を数点調製し、それぞれを20μLずつ高速液体クロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定しイミノクタジンの検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から20μLを取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりイミノクタジンの重量を求め、これに基づき、試料中のイミノクタジンの濃度を算出する。

15. エトリジアゾール（エクロメゾール）

(1) 装置

電子捕獲型検出器（ECD）付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

ヘキサン、ジエチルエーテル、酢酸エチル、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム：試薬特級

ケイ酸マグネシウム：カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウムを130℃で16時間活性化後、放冷したもの

水：蒸留水又は精製水

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を6M塩酸で2時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものをを用いる。

エトリジアゾール標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料400mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム20g、酢酸エチル50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、酢酸エチル層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、酢酸エチル層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20～30gを酢酸エチル層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10～20mLの酢酸エチルで数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチルを1～2mLまで濃縮し、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン10mLを加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

ケイ酸マグネシウム5gを内径1.5cm、長さ30cmのクロマト管にヘキサンの湿式法で充てんし、無水硫酸ナトリウム約4gを積層する。これに先の溶解液の5mL（試料200mL相当）を注ぎ、流下させる。次いでジエチルエーテル—ヘキサン（5:95）混液50mLを流下させエトリジアゾールを溶出させ、200mLのナス型フラスコに受ける。減圧濃縮器を用い、約40℃の水浴で溶媒を1～2mLまで濃縮し、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン20mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径2～3mm、長さ200cmのガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器250～300℃、カラム160～180℃

ガス流量：キャリアーガスとして高純度窒素ガスを用い、エトリジアゾールのピークが保持時間2～4分となるように調整する。

感度：エトリジアゾールの0.02ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

エトリジアゾール標準品より0.01～0.2 $\mu\text{g/mL}$ のヘキサン溶液を数点調製し、それぞれ2 μL ずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から2 μL を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりエトリジアゾールの重量を求め、これに基づき試料中のエトリジアゾール濃度を算出する。

16. オキシシン銅（有機銅）

(1) 装置

蛍光分光光度検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

酢酸エチル、メタノール、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム、塩酸、水酸化ナトリウム、硫酸銅、硝酸アルミニウム：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

オキシシン銅標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 濃縮、酢酸エチル洗浄

試料1Lを1.5Lのナス型フラスコに取り、減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で約20mLまで濃縮し、300mLの分液漏斗に移す。水80mLでナス型フラスコを洗い、分液漏斗に合わせる。1M塩酸2mL、1%硫酸銅溶液0.5mL、塩化ナトリウム30g及び酢酸エチル100mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、酢酸エチル層を捨てる。

イ 酢酸エチル抽出

分液漏斗中の水層を1M水酸化ナトリウム溶液でpH7～8に調整する。酢酸エチル100mLを加え振とう機を用い5分間激しく振とうする。暫時放置し、分液後下層の酢酸エチル層を300mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル100mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い酢酸エチル層を三角フラスコに合わせる。無水硫酸ナトリウム20～30gを三角フラスコに入れ、軽く振りまぜ約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過する。ろ液は300mLのナス型フラスコに受ける。10～20mLの酢酸エチルで数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチルを約1～2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ、残った酢酸エチルを完全に揮散させる。この残留物にメタノール2mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) 高速液体クロマトグラフ操作条件

カラム：内径3～5mm、長さ15～25cmのステンレス管

カラム充てん剤：多孔性スチレンジビニルベンゼン共重合体（平均粒径10 μ m）

移動相：硝酸アルミニウム10gをメタノール1Lに溶解した溶液

流量：1.0mL/分

カラム恒温槽温度：40℃

測定波長：励起波長380nm、蛍光波長520nm

感度：オキシシン銅の10ngが十分確認できるような感度を調整する。

(5) 検量線の作成

オキシシン銅標準品より0.5～10 μ g/mLのメタノール溶液を数点調製し、それぞれ20 μ Lずつ高速液体クロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から20 μ Lを取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりオキシシン銅の重量を求め、これに基づき試料中のオキシシン銅濃度を算出する。

17. キャプタン

(1) 装置

電子捕獲型検出器 (ECD) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

ヘキサン、アセトン、酢酸エチル、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム：試薬特級

ケイ酸マグネシウム：カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウムを130℃で16時間活性化後、放冷したもの

キャプタン標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料400mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム20g、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、有機溶媒層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、有機溶媒層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20~30gを有機溶媒層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10~20mLの酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) で数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) を1~2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン10mLを加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

ケイ酸マグネシウム5gを内径1.5cm、長さ30cmのクロマト管にヘキサンの湿式法で充てんし、無水硫酸ナトリウム約4gを積層する。これに先の溶解液の5mL (試料200mL相当) を注ぎ、流下させる。次いでアセトン—ヘキサン (15:85) 混液50mLを流下させキャプタンを溶出させ、200mLのナス型フラスコに受ける。減圧濃縮器を用い、約40℃の水浴で溶媒を1~2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン20mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径0.53mm、長さ10~15mのキャピラリー管

固体相液体：シリコン系、膜厚1~1.5 μ m

温度：注入口250℃、検出器280℃、カラム80℃2分→15℃/分→230℃5分

ガス流量：キャリアーガスとしてヘリウムを用い、キャプタンのピークが保持時間10~12分となるように調整する。

感度：キャプタンの0.02ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

キャプタン標準品より0.01~0.2 μ g/mLのヘキサン溶液を数点調製し、それぞれ2 μ Lずつガスク

ロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から $2\mu\text{L}$ を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりキャプタンの重量を求め、これに基づき試料中のキャプタン濃度を算出する。

18. クロロタロニル (TPN)

(1) 装置

電子捕獲型検出器 (ECD) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

ヘキサン、ジエチルエーテル、酢酸エチル、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム：試薬特級

シリカゲル：カラムクロマトグラフィー用シリカゲルを130℃で16時間活性化後、放冷したもの
水：蒸留水又は精製水

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を6M塩酸で2時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものを用いる。

クロロタロニル標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料400mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム20g、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、有機溶媒層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、有機溶媒層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20~30gを有機溶媒層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10~20mLの酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) で数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) を1~2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン10mLを加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

シリカゲル5gを内径1.5cm、長さ30cmのクロマト管にヘキサンの湿式法で充てんし、無水硫酸ナトリウム約4gを積層する。これに先の溶解液の5mL (試料200mL相当) を注ぎ、流下させる。次いでジエチルエーテル—ヘキサン (1:9) 混液60mLを流下させクロロタロニルを溶出させ、200mLのナス型フラスコに受ける。減圧濃縮器を用い、約40℃の水浴で溶媒を1~2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン20mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径2~3mm、長さ100~200cmのガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器250~300℃、カラム180~220℃

ガス流量：キャリアーガスとして高純度窒素ガスを用い、クロロタロニルのピークが保持時間2~4分となるように調整する。

感度：クロロタロニルの0.02ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

クロロタロニル標準品より0.01～0.2 $\mu\text{g/mL}$ のヘキサン溶液を数点調製し、それぞれ2 μL ずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から2 μL を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりクロロタロニルの重量を求め、これに基づき試料中のクロロタロニル濃度を算出する。

19. クロロネブ

(1) 装置

電子捕獲型検出器 (ECD) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

ヘキサン、ジエチルエーテル、酢酸エチル、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム：試薬特級

ケイ酸マグネシウム：カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウムを130℃で16時間活性化後、放冷したもの

水：蒸留水又は精製水

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を6M塩酸で2時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものをを用いる。

クロロネブ標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料400mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム20g、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、有機溶媒層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、有機溶媒層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20～30gを有機溶媒層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10～20mLの酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) で数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) を1～2mLまで濃縮し、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン10mLを加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

ケイ酸マグネシウム5gを内径1.5cm、長さ30cmのクロマト管にヘキサンの湿式法で充てんし、無水硫酸ナトリウム約4gを積層する。これに先の溶解液の5mL (試料200mL相当) を注ぎ、流下させる。次いでジエチルエーテル—ヘキサン (5:95) 混液60mLを流下させ、クロロネブを溶出させ、200mLのナス型フラスコに受ける。減圧濃縮器を用い、約40℃の水浴で溶媒を1～2mLまで濃縮し、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン20mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径2～3mm、長さ100～200cmのガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器250～300℃、カラム180～220℃

ガス流量：キャリアーガスとして高純度窒素ガスを用い、クロロネブのピークが保持時間2～4

分となるように調整する。

感度：クロロネブの0.02ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

クロロネブ標準品より0.01～0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ のヘキサン溶液を数点調製し、それぞれ2 μL ずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から2 μL を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりクロロネブの重量を求め、これに基づき試料中のクロロネブ濃度を算出する。

20. チウラム (チラム)

(1) 装置

紫外分光光度検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル、酢酸エチル、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

チウラム標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料200mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム10g、酢酸エチル及びヘキサンの混液（1:1）50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、有機溶媒層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル及びヘキサンの混液（1:1）50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、有機溶媒層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20～30gを有機溶媒層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10～20mLの酢酸エチル及びヘキサンの混液（1:1）で数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチル及びヘキサンの混液（1:1）を1～2mLまで濃縮し、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にアセトニトリル2mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) 高速液体クロマトグラフ操作条件

カラム：内径3～5mm、長さ15～25cmのステンレス管

カラム充てん剤：シリカゲルにオクタデシル基（C₁₈）を化学的に結合したもの

移動相：水：アセトニトリル（50:50）

流量：1.0mL/分

測定波長：272nm

カラム高温槽温度：40℃

感度：チウラムの2ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

チウラム標準品より0.1～2μg/mLのアセトニトリル溶液を数点調製し、それぞれ20μLずつ高速液体クロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から20μLを取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりチウラムの重量を求め、これに基づき試料中のチウラム濃度を算出する。

21. チオファネートメチル

(1) 装置

液体クロマトグラフタンデム型質量分析計を用いる。

(2) 試薬試液

ジクロロメタン、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

メタノール：高速液体クロマトグラフ用又はこれと同等のもの

アスコルビン酸ナトリウム、塩化ナトリウム、塩酸、酢酸アンモニウム、水酸化ナトリウム
：試薬特級

チオファネートメチル標準品

カルベンダジム標準品

(3) 試験溶液の調製

試料50mLを200mLの分液漏斗に量り取り、塩化ナトリウム5g及びアスコルビン酸ナトリウム1gを加え振とう機を用いて5分間激しく振とうする。暫時放置した後、0.1mol/Lの塩酸及び0.1mol/Lの水酸化ナトリウム溶液でpHを6.8から6.9に調整する。ジクロロメタン50mLを加え振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、ジクロロメタン層を分取する。残った水層についてもジクロロメタン50mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全ジクロロメタン層を200mLの三角フラスコに合わせ、無水硫酸ナトリウム適量を加え、時々振り混ぜながら15分間放置した後、200mLのナス型フラスコにろ過する。使用した三角フラスコをジクロロメタン20mLで洗い、その洗液で残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせる。すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で約1mLまで溶媒を留去し、窒素ガス気流下で乾固する。この残留物にメタノール25mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計操作条件

液体クロマトグラフ部

カラム：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを内径2～2.1mm、長さ10～15cmのステンレス管に充てんしたもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

カラム槽温度：温度40℃

溶離液：2mmol/L酢酸アンモニウム溶液及びメタノールの混液（60：40）を5分間保持し、（60：40）から（5：95）までの濃度勾配を5分間で行い、さらに5分間保持する。

質量分析部

イオンモード：ESI（+）

測定質量数：チオファネートメチル；343.1→151.2（定量）

343.1→93.1（確認）

カルベンダジム；192.1→160.2（定量）

192.1→132.2（確認）

感度：チオファネートメチルの0.02ng及びカルベンダジムの0.01ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

チオファネートメチル標準品より0.01～0.1mg/Lの水溶液を数点調製し、カルベンダジム標準品より0.005～0.05mg/Lの水溶液を数点調製し、それぞれ2μLずつ液体クロマトグラフタンデム

型質量分析計に注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から2 μ Lを取り、液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、(5)の検量線によりチオファネートメチル及びカルベンダジムの重量を求め、これに基づき、各成分の濃度を算出する。チオファネートメチルの濃度と、カルベンダジムの濃度に係数1.79を乗じてチオファネートメチルの濃度に換算したものを和し、試料中のチオファネートメチル（カルベンダジムを含む）の濃度を算出する。

22. トルクロホスメチル

(1) 装置

炎光光度型検出器 (FPD、Pフィルター) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトン、酢酸エチル、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム、塩化ナトリウム：試薬特級又はこれと同等のもの

水：蒸留水又は精製水

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を6M塩酸で2時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものをを用いる。

トルクロホスメチル標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料200mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム20g、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、有機溶媒層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、有機溶媒層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20~30gを有機溶媒層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10~20mLの酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) で数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) を1~2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にアセトン2mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径2~3mm、長さ100~150cmのガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器250~300℃、カラム160~200℃

ガス流量：キャリアーガスとして窒素ガスを用い、トルクロホスメチルのピークが保持時間2~4分となるように調整するとともに水素及び空気の流量を至適条件となるように調整する。

感度：トルクロホスメチルの0.4ngが十分確認できるような感度を調整する。

(5) 検量線の作成

トルクロホスメチル標準品より0.1~2 μ g/mLのアセトン溶液を数点調製し、それぞれ4 μ Lずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から4 μ Lを取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりトルクロホスメチルの重量を求め、これに基づき試料中のトルクロホスメチル濃度を算出する。

23. バリダマイシン

(1) 装置

液体クロマトグラフタンデム型質量分析計を用いる。

(2) 試薬試液

メタノール：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

アセトニトリル：高速液体クロマトグラフ用又はこれと同等のもの

酢酸アンモニウム：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

バリダマイシン標準品

固相抽出カラム：内径10mm、長さ20mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用ジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体30mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

(3) 試験溶液の調製

試料10mLをあらかじめメタノール3mL及び水3mLを流し入れ洗浄したジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体ミニカラムに流し入れ、流出液を20mL全量フラスコに取る。次いで、水5mLで展開し、溶出液を先の流出液と合わせ、水で定容し試験溶液とする。

(4) 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計操作条件

液体クロマトグラフ部

カラム：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを内径2～2.1mm、長さ10～15cmのステンレス管に充てんしたもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

カラム槽温度：温度40℃

溶離液：2mmol/L酢酸アンモニウムで9分間保持したあと、2mmol/L酢酸アンモニウム及びアセトニトリルの混液（1：1）までの濃度勾配を4分間で行い、（1：1）で5分間保持する。

質量分析部

イオンモード：ESI（+）

測定質量数：498.2→178.1（定量用）、498.2→124.1（確認用）

感度：バリダマイシンの0.025ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

バリダマイシン標準品より0.0025～0.05mg/Lの水溶液を数点調製し、それぞれ10μLずつ液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から10μLを取り、液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、（5）の検量線によりバリダマイシンの重量を求め、これに基づき、試料中のバリダマイシンの濃度を算出する。

24. ヒドロキシイソキサゾール（ヒメキサゾール）

(1) 装置

液体クロマトグラフ質量分析計を用いる。

(2) 試薬試液

ジエチルエーテル、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

アセトニトリル：高速液体クロマトグラフ用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム、塩酸、ギ酸：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

ヒドロキシイソキサゾール標準品

(3) 試験溶液の調製

試料50mLを200mLの分液漏斗に量り取り、塩化ナトリウム10g及び1mol/Lの塩酸0.5mLを加え、pHを2付近に調整する。ジエチルエーテル100mLを加え振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、ジエチルエーテル層を分取する。残った水層についてもジエチルエーテル50mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全ジエチルエーテル層を300mLの三角フラスコに合わせ、無水硫酸ナトリウム適量を加え、時々振り混ぜながら15分間放置した後、200mLのナス型フラスコにろ過する。使用した三角フラスコをジエチルエーテル20mLで洗い、その洗液で残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、水2mLを加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を濃縮し、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ溶媒を揮散させる。残留した溶液を水を用いて全量フラスコに移し、10mLに定容して試験溶液とする。

(4) 液体クロマトグラフ質量分析計操作条件

液体クロマトグラフ部

カラム：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを内径2～2.1mm、長さ10～15cmのステンレス管に充てんしたもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

カラム槽温度：温度40℃

溶離液：0.01%ギ酸及びアセトニトリルの混液（96：4）を用いる。

質量分析部

イオンモード：ESI（+）

測定質量数：100

感度：ヒドロキシイソキサゾールの0.025ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

ヒドロキシイソキサゾール標準品より0.0025～0.1mg/Lの水溶液を数点調製し、それぞれ10μLずつ液体クロマトグラフ質量分析計に注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から10μLを取り、液体クロマトグラフ質量分析計に注入し、（5）の検量線によりヒドロキシイソキサゾールの重量を求め、これに基づき、試料中のヒドロキシイソキサゾールの濃度を算出する。

25. フルトラニル

(1) 装置

高感度窒素リン検出器 (NPD) 又はアルカリ熱イオン型検出器 (FTD) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

ヘキサン、アセトン、酢酸エチル、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム：試薬特級

ケイ酸マグネシウム：カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウムを130℃で16時間活性化後、放冷したもの

水：蒸留水又は精製水

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を6M塩酸で2時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものを用いる。

フルトラニル標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料400mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム20g、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、有機溶媒層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、有機溶媒層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20~30gを有機溶媒層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10~20mLの酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) で数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) を1~2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン10mLを加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

ケイ酸マグネシウム5gを内径1.5cm、長さ30cmのクロマト管にヘキサンの湿式法で充てんし、無水硫酸ナトリウム約4gを積層する。これに先の溶解液の5mL (試料200mL相当) を注ぎ、流下させる。次いでアセトン—ヘキサン (2:8) 混液50mLを流下させフルトラニルを溶出させ、200mLのナス型フラスコに受ける。減圧濃縮器を用い、約40℃の水浴で溶媒を1~2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にアセトン4mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径2~3mm、長さ100~150cmのガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器250~300℃、カラム180~220℃

ガス流量：キャリアーガスとしてヘリウム又は高純度窒素ガスを用い、フルトラニルのピークが保持時間2～4分となるように調整するとともに水素及び空気の流量を至適条件となるように調整する。

感度：フルトラニルの0.2ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

フルトラニル標準品より0.05～1.0 $\mu\text{g/mL}$ のアセトン溶液を数点調製し、それぞれ4 μL ずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から4 μL を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりフルトラニルの重量を求め、これに基づき試料中のフルトラニル濃度を算出する。

26. プロピコナゾール

(1) 装置

ガスクロマトグラフ質量分析計、アルカリ熱イオン型検出器又は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル、アセトン、塩化ナトリウム、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム：試薬特級
固相抽出カラム：内径15mm、長さ65mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用C₁₈シリカゲル（シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたもの）500mgを充てんしたもの又はこれと同等の性質を有するもの

ケイ酸マグネシウムミニカラム：内径10mm、長さ25mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム910mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

水：蒸留水又は精製水

プロピコナゾール標準品

(3) 試験溶液の調製

A法 溶媒抽出法

ア 抽出

試料200mLを500mLの分液漏斗に量り取り、塩化ナトリウム10g及びヘキサン100mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、ヘキサン層を分取する。残った水層についても、ヘキサン50mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全ヘキサン層を500mLの三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20gを加え、時々振り混ぜながら30分間放置した後、500mLのナス型フラスコ中をろ過する。使用した三角フラスコをヘキサン20mLで洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物にヘキサン及びアセトンの混液（19:1）5mLを加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

あらかじめ、ケイ酸マグネシウムミニカラムにヘキサン5mLを流し入れ、洗浄しておく。これにナス型フラスコ中の溶液を流し入れ、ヘキサン及びアセトンの混液（19:1）10mLで展開し、流出液を捨てる。次いでヘキサン及びアセトンの混液（17:3）20mLで展開し、溶出液を50mLのナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物にアセトン2mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

B法 固相抽出法

試料200mLを、あらかじめアセトニトリル5mL、次いで水5mLを流し入れ洗浄した固相抽出カラムに毎分10～20mLの流速で流し入れ、水10mLを流し、流出液を捨てた後、約1分間吸引を続け水分を除去する。アセトニトリル10mLで展開し、溶出液を50mLのナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。以下、この残留物についてA法のウと同様の操作を行う。

(4) 測定機器の操作条件

ガスクロマトグラフ部

カラム：内径0.2～約0.7mm、長さ10～30mの熔融シリカ製の管の内面に5%フェニルメチルポリ

シロキサンを0.1～1.5 μm の厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

試料導入部温度：スプリットレス方式の場合は200～270 $^{\circ}\text{C}$ 、コールドオンカラム方式の場合は50～100 $^{\circ}\text{C}$

カラム槽昇温プログラム：50 $^{\circ}\text{C}$ で2分保ち、50～約280 $^{\circ}\text{C}$ の範囲で毎分2～20 $^{\circ}\text{C}$ の昇温を行う。

キャリアーガス：高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、内径0.2～約0.7mmのカラムに対して線速度を毎秒20～40cmとする。

検出部

1) 質量分析計

インターフェイス部温度：200～270 $^{\circ}\text{C}$

イオン源温度：150 $^{\circ}\text{C}$ 以上

測定質量数：259、173、191

感度：プロピコナゾールの0.1ngが十分確認できるように感度を調整する。

2) アルカリ熱イオン型検出器又は高感度窒素・リン検出器

検出器温度：280～300 $^{\circ}\text{C}$

ガス流量：水素ガス、空気及び追加ガス（高純度窒素ガス又はヘリウムガス）の流量を至適条件になるように調整する。

感度：プロピコナゾールの0.1ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

プロピコナゾール標準品より0.05～1mg/Lのアセトン溶液を数点調製し、それぞれ2 μL ずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から2 μL を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりプロピコナゾールの重量を求め、これに基づき、試料中のプロピコナゾールの濃度を算出する。

27. ベノミル

(1) 装置

液体クロマトグラフタンデム型質量分析計を用いる。

(2) 試薬試液

ジクロロメタン、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

メタノール：高速液体クロマトグラフ用又はこれと同等のもの

アスコルビン酸ナトリウム、塩化ナトリウム、塩酸、酢酸アンモニウム、水酸化ナトリウム
：試薬特級

カルベンダジム標準品

(3) 試験溶液の調製

試料50mLを200mLの分液漏斗に量り取り、塩化ナトリウム5g及びアスコルビン酸ナトリウム1gを加え振とう機を用いて5分間激しく振とうする。暫時放置した後、0.1mol/Lの塩酸及び0.1mol/Lの水酸化ナトリウム溶液でpHを6.8から6.9に調整する。ジクロロメタン50mLを加え振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、ジクロロメタン層を分取する。残った水層についてもジクロロメタン50mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全ジクロロメタン層を200mLの三角フラスコに合わせ、無水硫酸ナトリウム適量を加え、時々振り混ぜながら15分間放置した後、200mLのナス型フラスコにろ過する。使用した三角フラスコをジクロロメタン20mLで洗い、その洗液で残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせる。すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で約1mLまで溶媒を留去し、窒素ガス気流下で乾固する。この残留物にメタノール25mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計操作条件

液体クロマトグラフ部

カラム：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを内径2～2.1mm、長さ10～15cmのステンレス管に充てんしたもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

カラム槽温度：温度40℃

溶離液：2mmol/L酢酸アンモニウム溶液及びメタノールの混液（60：40）を5分間保持し、（60：40）から（5：95）までの濃度勾配を5分間で行い、さらに5分間保持する。

質量分析部

イオンモード：ESI（+）

測定質量数：カルベンダジム；192.1→160.2（定量）

192.1→132.2（確認）

感度：カルベンダジムの0.001ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

カルベンダジム標準品より0.0005～0.05mg/Lの水溶液を数点調製し、それぞれ2μLずつ液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から2μLを取り、液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、(5)の検量線によりカルベンダジムの重量を求め、これに換算係数1.52を乗じてベノミルの重量に換算し、

これに基づき、試料中のベノミル（カルベンダジムを含む）の濃度を算出する。

28. ペンシクロン

(1) 装置

高感度窒素リン検出器 (NPD) 又はアルカリ熱イオン型検出器 (FTD) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

ヘキサン、アセトン、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

ベンゼン、ヨウ化メチル、塩化ナトリウム：試薬特級

ジメチルスルホキシド：水分が0.1%以下のもの

水素化ナトリウム：ヘキサンで洗浄し、同溶媒中に保存したもの

ケイ酸マグネシウム：カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウムを130℃で16時間活性化後、放冷したもの

水：蒸留水又は精製水

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を6M塩酸で2時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものを

ペンシクロン標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料400mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム20g、ヘキサン50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、ヘキサン層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層にヘキサン50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、ヘキサン層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20～30gをヘキサン層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10～20mLのヘキサンで数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴でヘキサンを1～2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にアセトン—ヘキサン (15:85) 混液10mLを加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

ケイ酸マグネシウム5gを内径1.5cm、長さ30cmのクロマト管にヘキサンの湿式法で充てんし、無水硫酸ナトリウム約4gを積層する。これに先の溶解液の5mL (試料200mL相当) を注ぎ、流下させる。次いでアセトン—ヘキサン (15:85) 混液50mLを流下させペンシクロンを溶出させ、200mLのナス型フラスコに受ける。減圧濃縮器を用い、約40℃の水浴で溶媒を約10mLまで濃縮し、これを20mLの共栓付き試験管に少量のヘキサンを用い洗い移す。減圧濃縮器を用い約1～2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に溶媒を揮散させる。

エ メチル化

ベンゼン0.5mLを濃縮残留物に加えて溶かし、ジメチルスルホキシド0.5mL、ヨウ化メチル0.5mL、水素化ナトリウム約0.2gを加え、栓をして時々振り混ぜながら30℃で30分間放置する。ヘキサン5mLを加え、約1分間振とう後、水約10mLを徐々に滴下し、過剰の水素化ナトリウムを分解する。少量のヘキサンを用い100mLの分液漏斗に移し、振とう機を用い5分間振とう

うする。分液後、ヘキサン層を50mLの三角フラスコにとり、無水硫酸ナトリウム5～10gを加え、軽く振り混ぜ約10分間放置後ろ紙を用いてろ過し、100mLのナス型フラスコに受ける。5～6mLのヘキサンで数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗いうろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い完全に揮散させる。この残留物にヘキサン4mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径2～3mm、長さ100～150cmのガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器250～300℃、カラム180～220℃

ガス流量：キャリアーガスとしてヘリウム又は高純度窒素ガスを用い、ペンシクロンメチル化物のピークが保持時間2～4分となるように調整するとともに水素及び空気の流量を至適条件となるように調整する。

感度：ペンシクロン0.2ngから誘導されるペンシクロンメチル化物のピークが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

ペンシクロン標準品の50 μ gを(3)エと同様の操作でメチル化を行い、これをヘキサンで希釈して0.05～1.0 μ g/mLの溶液を数点調製し、それぞれ4 μ Lずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

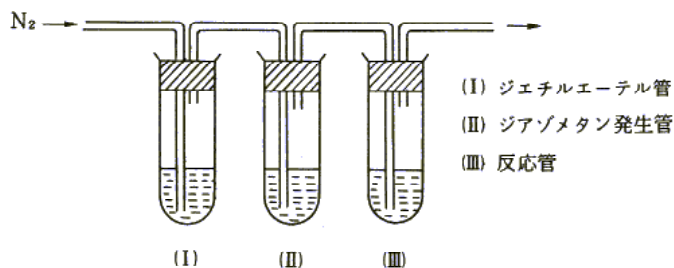
試験溶液から4 μ Lを取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりペンシクロンの重量を求め、これに基づき試料中のペンシクロン濃度を算出する。

29. ホセチル

(1) 装置

アルカリ熱イオン型検出器、炎光光度型検出器又は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ及びメチル化装置(別図)を用いる。

(別図) メチル化装置の一例



(2) 試薬試液

イソプロピルアルコール、ジエチルエーテル、しゅう酸、水酸化カリウム：試薬特級

ジエチレングリコールモノエチルエーテル、N-メチルーN-ニトロソー4-トルエンスルホン酸アミド：純度98%以上のもの

ジアゾメタン・ジエチルエーテル溶液：本品は、以下の操作により用時調製したものであり、黄色を呈する。

メチル化装置のジエチルエーテル管(別図のI)にジエチルエーテル5mLを、ジアゾメタン発生管(別図のII)にジエチレングリコールモノエチルエーテル4mL及び10mol/L水酸化カリウム溶液2mLを、反応管(別図のIII)にジエチルエーテル50mLをそれぞれ入れる。N-メチルーN-ニトロソー4-トルエンスルホン酸アミド2gをジエチルエーテル5mLに溶かしてジアゾメタン発生管に入れ、窒素ガスを5分間穏やかに通じて反応させた後の反応管の内容液をとったもの。

水：蒸留水又は精製水

ホセチル標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 濃縮

試料10mLを100mLのナス型フラスコに量り取り、0.01mol/Lしゅう酸1mL加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で1mLに濃縮し、この溶液にイソプロピルアルコール5mLを加える。

イ メチル誘導体化、濃縮

この溶液にジアゾメタン・ジエチルエーテル溶液を黄色が残るまで加え、栓をして15分間放置した後、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で5mLに濃縮する。この濃縮液にイソプロピルアルコールを加えて10mLとして試験溶液とする。

(4) 測定機器の操作条件

ガスクロマトグラフ部

カラム：内径0.2～約0.7mm、長さ10～15mの溶融シリカ製の管の内面に50%シアノプロピルメチルシリコンを0.1～1.5 μ mの厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

炎光光度型検出器のフィルター：リン用干渉フィルター（波長526nm）を用いる。

試料導入部温度：スプリット方式の場合は200～270 $^{\circ}$ C、コールドオンカラム方式の場合は50～100 $^{\circ}$ C

カラム槽昇温プログラム：50 $^{\circ}$ Cで2分保ち、50～約280 $^{\circ}$ Cの範囲で毎分2～20 $^{\circ}$ Cの昇温を行う。

検出器温度：280～300 $^{\circ}$ C

ガス流量：キャリアーガスとして高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、内径0.2～約0.7mmのカラムに対して線速度を毎秒20～40cmとするとともに、水素ガス、空気及び追加ガス（高純度窒素ガス又はヘリウムガス）の流量を至適条件になるように調整する。

感度：ホセチルの0.1ngから誘導される亜リン酸エチルメチルが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

ホセチル標準品より50mg/Lの水溶液を調製する。100mLのメスフラスコに1～20mLの範囲で各溶液を量り取り、1mol/Lしゅう酸5mLを加え、水を加えて100mLとしたものを数点調製し、その溶液の1mLをそれぞれ100mLのナス型フラスコにとり、イソプロピルアルコール5mLを加える。以下、この溶液について(3)のイと同様の操作を行った後、それぞれ2 μ Lずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から2 μ Lを取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりホセチルの重量を求め、これに基づき、試料中のホセチルの濃度を算出する。

30. ポリカーバメート

(1) 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル、アセトン、エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム、塩酸、ジクロロメタン、L-システイン塩酸塩、水酸化ナトリウム、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム、ヨウ化メチル：試薬特級

ポリエチレングリコール：平均分子量400のもの

硫酸水素テトラブチルアンモニウム：純度98%以上のもの

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ィー用中性アルミナ1710mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

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ィー用C₁₈シリカゲル（シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたもの）360mgを充てんしたものの又はこれと同等の性能を有するもの

水：蒸留水又は精製水

ポリカーバメート標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出、メチル化

試料200mLを500mLの分液漏斗に量り取り、エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム15g及びL-システイン塩酸塩15gを加えた後、12mol/L水酸化ナトリウムを加えてpHを9.6~10に調整する。60分間放置後、0.4mol/L硫酸水素テトラブチルアンモニウム5mLを加えた後、2mol/L塩酸を加えてpHを7.5~7.8に調整し、0.05mol/Lヨウ化メチル含有ジクロロメタン及びヘキサンの混液（3:1）70mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、有機溶媒層を分取する。残った水層についても、同混液70mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全有機溶媒層を300mLの三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20gを加え、時々振り混ぜながら30分間放置した後、300mLのナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコをジクロロメタン及びヘキサンの混液（3:1）20mLで洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、L-システイン塩酸塩0.1g及び1%ポリエチレングリコールアセトン溶液0.5mLを加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物に水5mLを加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

あらかじめ、C₁₈シリカゲルミニカラムにアセトニトリル5mL、次いで水5mLを流し入れ、洗浄しておく。これにナス型フラスコ中の溶液を流し入れ、水5mLで展開し、流出液を捨てる。次いでアセトニトリル5mLで展開し、溶出液を50mLの三角フラスコに取る。

あらかじめ、アルミナミニカラムにアセトニトリル5mLを流し入れ、洗浄しておく。これに三角フラスコ中の溶液を流し入れ、アセトニトリル30mLで展開し、溶出液を100mLのナス型フラスコに取り、L-システイン塩酸塩0.1g及び1%ポリエチレングリコールアセトン溶液0.5mLを加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物に水及びアセトニトリルの混液（7:3）2mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) 高速液体クロマトグラフの操作条件

充てん剤：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを用いる。

カラム：内径2～6mm、長さ15～30cmのステンレス管を用いる。

カラム槽温度：40℃

溶離液：水及びアセトニトリルの混液（7:3）を用い、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酸メチル（以下「DMDCメチル」という）が10～15分で流出するように流速を調整する。

検出器：波長270nmで測定する。

感度：ポリカーバメートの1ngから誘導されるDMDCメチルが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

ポリカーバメート標準品より2mg/Lの水懸濁液を調製し、この5mLを300mLの分液漏斗に取り、水200mL、エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム15g及びL-システイン塩酸塩15gを加えた後、12mol/L水酸化ナトリウムを加えてpHを9.6～10に調整する。60分間放置した後、0.4mol/L硫酸水素テトラブチルアンモニウム5mLを加えた後、2mol/L塩酸を加えてpHを7.5～7.8に調整し、0.05mol/Lヨウ化メチル含有ジクロロメタン及びヘキサンの混液（3:1）70mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、有機溶媒層を分取する。残った水層についても、同混液70mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全有機溶媒層を300mLの三角フラスコに合わせ、無水硫酸ナトリウム20gを加え、時々振り混ぜながら30分間放置した後、300mLのナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコをジクロロメタン及びヘキサンの混液（3:1）20mLで洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、L-システイン塩酸塩0.1g及び1%ポリエチレングリコールアセトン溶液0.5mLを加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。

この残留物を水及びアセトニトリルの混液（7:3）に溶解、希釈して、0.05～1mg/L溶液を数点調製し、それぞれ20μLずつ高速液体クロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から20μLを取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりポリカーバメートの重量を求め、これに基づき、試料中のポリカーバメートの濃度を算出する

3 1. メタラキシル及びメタラキシルM

(1) 装置

ガスクロマトグラフ質量分析計又はアルカリ熱イオン型検出器若しくは高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトン、塩化ナトリウム、酢酸エチル、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム：試薬特級又はこれと同等のもの

メタラキシル標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料200mLを500mLの分液漏斗に量り取り、塩化ナトリウム10g並びに酢酸エチル及びヘキサンの混液（1:1）50mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、有機溶媒層を分取する。残った水層についても、酢酸エチル及びヘキサンの混液（1:1）50mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全有機溶媒層を300mLの三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20gを加え、時々振り混ぜながら30分間放置した後、300mLのナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコを酢酸エチル及びヘキサンの混液（1:1）20mLで洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物にアセトン1mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) 測定機器の操作条件

ガスクロマトグラフ部

カラム：内径0.2～約0.7mm、長さ10～30mの熔融シリカ製の管の内面に50%フェニルメチルポリシロキサンを0.1～1.5 μ mの厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

キャリアーガス：高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、内径0.2～約0.7mmのカラムに対して線速度を毎秒20～40cmとする。

試料導入部温度：スプリットレス方式の場合は200～270℃、コールドオンカラム方式の場合は50～100℃

カラム槽昇温プログラム：50℃で2分保ち、50～約280℃の範囲で毎分2～20℃の昇温を行う。

検出部

1) 質量分析計

インターフェース部温度：200～270℃

イオン源温度：150℃以上

測定質量数：206、132、160、249

感度：メタラキシルの0.4ngが十分確認できるように感度を調整する。

2) アルカリ熱イオン型検出器又は高感度窒素・リン検出器

検出器温度：260～300℃

ガス流量：水素ガス、空気及び追加ガス（高純度窒素ガス又はヘリウムガス）の流量を至

適条件になるように調整する。

感度：メタラキシルの0.4ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

メタラキシル標準品の0.2～4mg/Lアセトン溶液を数点調製し、それぞれ2 μ Lずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から2 μ Lを取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりメタラキシルの重量を求め、これに基づき、試料中のメタラキシルの濃度を算出する。

32. メプロニル

(1) 装置

高感度窒素リン検出器 (NPD) 又はアルカリ熱イオン型検出器 (FTD) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

ヘキサン、アセトン、酢酸エチル、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム：試薬特級

シリカゲル：カラムクロマトグラフィー用シリカゲルを130℃で16時間活性化後、放冷したもの
水：蒸留水又は精製水

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を6M塩酸で2時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものをを用いる。

メプロニル標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料400mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム20g、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、有機溶媒層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、有機溶媒層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20~30gを有機溶媒層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10~20mLの酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) で数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) を1~2mLまで濃縮し、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン10mLを加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

シリカゲル10gを内径1.5cm、長さ30cmのクロマト管にヘキサンの湿式法で充てんし、無水硫酸ナトリウム約4gを積層する。これに先の溶解液の5mL (試料200mL相当) を注ぎ、流下させる。次いでアセトン-ヘキサン (15:85) 混液50mLを流下させメプロニルを溶出させ、200mLのナス型フラスコに受ける。減圧濃縮器を用い、約40℃の水浴で溶媒を1~2mLまで濃縮し、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にアセトン4mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径2~3mm、長さ100~150cmのガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器250~300℃、カラム180~220℃

ガス流量：キャリアーガスとしてヘリウム又は高純度窒素ガスを用い、メプロニルのピークが

保持時間2～4分となるように調整するとともに水素及び空気の流量を至適条件となるように調整する。

感度：メプロニルの0.2ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

メプロニル標準品より0.05～1.0 μ g/mLのアセトン溶液を数点調製し、それぞれ4 μ Lずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

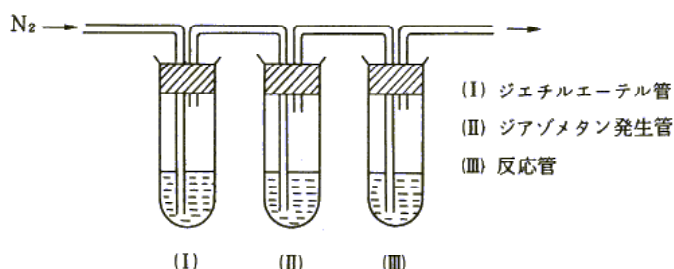
試験溶液から4 μ Lを取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりメプロニルの重量を求め、これに基づき試料中のメプロニル濃度を算出する。

33. アシュラム

(1) 装置

高感度窒素リン検出器 (NPD) 又はアルカリ熱イオン型検出器 (FTD) 付きガスクロマトグラフ及びジアゾメタン発生装置 (別図) を用いる。

別図 メチル化装置の一例



(2) 試薬試液

アセトン、酢酸エチル、ヘキサン、メタノール、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

含水アルミナ：カラムクロマトグラフィー用酸性アルミナ50gに水2mLを加え1時間振とう後、16時間放置したもの

ジアゾメタン—アセトン溶液：別図の I にジエチルエーテル50mLを入れ、II にカルビトール6mL及び10M水酸化ナトリウム溶液3mLを入れ、III にアセトン50mLを入れる。次にII にP—トルエンシルホニル—N—メチル—N—ニトロソアミドの2%ジエチルエーテル溶液10mLを入れ、I、II、IIIを装置に設置した後、窒素ガスを通じて、発生したジアゾメタンをIIIのアセトンに捕集したもの (アセトンが濃黄色になるまで窒素ガスを通じる。)

アシュラム標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料200mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。2M塩酸を用いpH2~3とした後、酢酸エチル50mLを加え、振とう機を用い5分間激しく振とうする。暫時放置し、分液後、酢酸エチル層を分取する。残った水層に酢酸エチル50mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を更に2回行う。全酢酸エチル層を200mLの三角フラスコに合わせ、無水硫酸ナトリウム20~30gを加え軽く振り混ぜ約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過する。ろ液は200mLのナス型フラスコに受ける。10~20mLの酢酸エチルで数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。2%ジエチレングリコールアセトン溶液を数滴加えた後、

減圧濃縮器を用い、約40℃の水浴で酢酸エチルを約1～2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。

イ メチル化

ジアゾメタン—アセトン溶液20mLを上記濃縮残渣に加え、密栓をし、ときどき軽く振り混ぜながら室温に1時間放置する。減圧濃縮器を用い、ジアゾメタン—アセトン溶液を約1～2mLまで濃縮する。残った溶媒は窒素气流をゆるやかにふきつけ、揮散させる。この残留物にアセトン—ヘキサン（15:85）混液10mLを加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

含水アルミナ5gを内径1.0cm、長さ30cmのクロマト管にヘキサンの湿式法で充てんし、無水硫酸ナトリウム約4gを積層する。これに、先の溶解液の5mL（試料100mL相当）を注ぎ、流下させる。次にアセトン—ヘキサン（15:85）混液40mL、次いでアセトン—ヘキサン（30:70）混液50mLを流下させ、初めの40mLは捨て、次の50mLにアシュラムメチル化物を溶出させ、100mLのナス型フラスコに受ける。減圧濃縮器を用い、約40℃の水浴で溶媒を1～2mLまで濃縮する。次いで残った溶媒に窒素气流をゆるやかにふきつけ、完全に揮散させる。この残留物にメタノール1mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径0.53mm、長さ10～15mのキャピラリー管

固体相液体：シリコン系、膜厚1～1.5μm

温度：注入口250℃、検出器280℃、カラム180℃→10℃/分→240℃5分

ガス流量：キャリアーガスとしてヘリウムを用い、アシュラムメチル化物のピークが保持時間5～6分となるように調整するとともに水素及び空気の流量を至適条件となるように調整する。

感度：アシュラムの0.2ng相当のアシュラムメチル化物のピークが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

アシュラム標準品の100ppmメタノール溶液を調製し、その1mLを200mLのナス型フラスコに取り、窒素气流をゆるやかにふきつけメタノールを揮散させる。ここにジアゾメタン—アセトン溶液20mLを加え、(3)イと同様の操作を行い、メチル化を行った後、メタノールで10mLに定容する。これをメタノールで希釈しアシュラムの0.1～2.0μg/mL溶液を数点調製し、それぞれ2μLずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から2μLを取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりアシュラムの重量を求め、これに基づき試料中のアシュラム濃度を算出する。

34. オキサジアルギル

(1) 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル、アセトン、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

リン酸：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

固相抽出カラム：内径15mm、長さ65mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用C₁₈シリカゲル（シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたもの）1000mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

シリカゲルミニカラム：内径10mm、長さ25mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用シリカゲル690mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

オキサジアルギル標準品

(3) 試験溶液の調製

A法 溶媒抽出法

ア 抽出

試料200mLを500mLの分液漏斗に量り取り、ヘキサン100mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、ヘキサン層を分取する。残った水層についても、ヘキサン100mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全ヘキサン層を300mLの三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム適量を加え、時々振り混ぜながら15分間放置した後、500mLのナス型フラスコ中に入ろ過する。使用した三角フラスコをヘキサン20mLで洗い、その洗液で残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせる。すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で約1mLまで溶媒を留去し、窒素ガス気流下で乾固する。この残留物にヘキサン5mLを加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

あらかじめ、シリカゲルミニカラムにヘキサン5mLを流し入れ、洗浄しておく。これにナス型フラスコ中の溶液を流し入れ、ヘキサン5mLで展開し、流出液を捨てる。次いでヘキサン及びアセトンの混液（7：3）10mLで展開し、溶出液を50mLのナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で約1mLまで溶媒を留去し、窒素ガス気流下で乾固する。

この残留物にアセトニトリル及び水の混液（3：2）2mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

B法 固相抽出法

試料200mLを、あらかじめアセトニトリル5mL及び水5mLを順に流し入れ洗浄した固相抽出カラムに毎分10～20mLの流速で流し入れ、次いで水5mLを流し、流出液を捨てた後、約1分間吸引を続け水分を除去する。アセトニトリル10mLで展開し、溶出液を50mLのナス型フラスコに取る。すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で約1mLまで溶媒を留去し、窒素ガス気流下で乾固する。

この残留物にヘキサン5mLを加えて溶解する。以下、この溶液についてA法のウと同様の操作を行う。

(4) 高速液体クロマトグラフの操作条件

カラム：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを内径2～6mm、長さ15～30cmのステンレス管に充てんしたもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

カラム槽温度：40℃

溶離液：アセトニトリル、水及びリン酸の混液（60：40：0.1）を用いる。

検出器：波長230nmで測定する。

感度：オキサジアルギルの2ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

オキサジアルギル標準品より0.1～2mg/Lのアセトニトリル及び水の混液（3：2）溶液を数点調製し、それぞれ20 μ Lずつ高速液体クロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から20 μ Lを取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりオキサジアルギルの重量を求め、これに基づき、試料中のオキサジアルギルの濃度を算出する。

35. ジチオピル

(1) 装置

ガスクロマトグラフ質量分析計又はアルカリ熱イオン型検出器、高感度窒素・リン検出器若しくは電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトン、ヘキサン：それぞれ、300mLをすり合わせ減圧濃縮器を用いて5mLに濃縮し、その5 μ Lをガスクロマトグラフに注入したとき、ガスクロマトグラム上の当該物質が示すピーク以外のピークの高さが 2×10^{-11} gの γ -BHCが示すピークの高さ以下であるもの。ただし、ガスクロマトグラフ質量分析計又はアルカリ熱イオン型検出器若しくは高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフを用いる場合には、それぞれ試薬特級を用いてもよい。

塩化ナトリウム、無水硫酸ナトリウム：試薬特級又はこれと同等のもの

ジエチレングリコール：純度98%以上のもの

ジチオピル標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料200mLを500mLの分液漏斗に量り取り、塩化ナトリウム10g及びヘキサン50mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、ヘキサン層を分取する。残った水層についても、ヘキサン50mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全ヘキサン層を300mLの三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20gを加え、時々振り混ぜながら30分間放置した後、300mLのナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコをヘキサン20mLで洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、2%ジエチレングリコールアセトン溶液0.5mLを加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物にアセトン1mL（電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフを用いる場合は100mL）を加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) 測定機器の操作条件

ガスクロマトグラフ部

カラム：内径0.2～約0.7mm、長さ10～30mの熔融シリカ製の管の内面に50%フェニルメチルポリシロキサンを0.1～1.5 μ mの厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

キャリアーガス：高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、内径0.2～約0.7mmのカラムに対して線速度を毎秒20～40cmとする。

試料導入部温度：スプリットレス方式の場合は200～270℃、コールドオンカラム方式の場合は50～100℃

カラム槽昇温プログラム：50℃で2分保ち、50～約280℃の範囲で毎分2～20℃の昇温を行う。

検出部

1) 質量分析計

インターフェース部温度：200～270℃

イオン源温度：150℃以上

測定質量数：354、286、306

感度：ジチオピルの0.4ngが十分確認できるように感度を調整する。

2) アルカリ熱イオン型検出器又は高感度窒素・リン検出器

検出器温度：260～300℃

ガス流量：水素ガス、空気及び追加ガス（高純度窒素ガス又はヘリウムガス）の流量を至適条件になるように調整する。

感度：ジチオピルの0.4ngが十分確認できるように感度を調整する。

3) 電子捕獲型検出器

検出器温度：260～300℃

ガス流量：追加ガスとして高純度窒素ガスを用い、流量を至適条件になるように調整する。

感度：ジチオピルの0.004ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

ジチオピル標準品の0.2～4mg/Lアセトン溶液（電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフを用いる場合は0.002～0.04mg/Lアセトン溶液）を数点調製し、それぞれ2 μ Lずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から2 μ Lを取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりジチオピルの重量を求め、これに基づき、試料中のジチオピルの濃度を算出する。

36. シデュロン

(1) 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトン、塩化ナトリウム、酢酸エチル、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム、メタノール：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

ケイ酸マグネシウムミニカラム：内径10mm、長さ25mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用ケイ酸マグネシウム900mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

固相抽出カラム：内径10mm、長さ10mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用スチレンジビニルベンゼン共重合体（ポリスチレン系ゲル、粒径50 μ m）265mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

シデュロン標準品

(3) 試験溶液の調製

A法 溶媒抽出法

ア 濃縮

試料200mLを500mLの分液漏斗に量り取り、塩化ナトリウム10g及び酢酸エチル50mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、酢酸エチル層を分取する。残った水層についても、酢酸エチル50mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全酢酸エチル層を300mLの三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20gを加え、時々振り混ぜながら30分間放置した後、300mLのナス型フラスコ中をろ過する。使用した三角フラスコを酢酸エチル20mLで洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。

ウ カラムクロマトグラフィー

この残留物にヘキサン及びアセトンの混液（19:1）5mLを加えて溶解する。

あらかじめ、ケイ酸マグネシウムミニカラムにヘキサン5mLを流し入れ、洗浄しておく。これにナス型フラスコ中の溶液を流し入れ、ヘキサン及びアセトンの混液（19:1）3mLで展開し、流出液を捨てる。次いでヘキサン及びアセトンの混液（9:1）15mLで展開し、溶出液を50mLのナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物にメタノール及び水の混液（3:2）2mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

B法 固相抽出法

試料200mLを、あらかじめアセトン5mL、次いで水5mLを流し入れ洗浄した固相抽出カラムに毎分10～20mLの流速で流し入れ、次いで水10mLを流し、流出液を捨てた後、約1分間吸引を続け水分を除去する。アセトン5mLで展開し、溶出液を50mLのナス型フラスコに移し、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。以下、この残留物についてA法のウと同様の操作を行う。

(4) 高速液体クロマトグラフの操作条件

充てん剤：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを用いる。

カラム：内径2～6mm、長さ15～30cmのステンレス管を用いる。

カラム槽温度：40℃

溶離液：メタノール及び水の混液（3:2）を用い、シデュロンが8～12分で流出するように流速を調整する。

検出器：波長240nmで測定する。

感度：シデュロンの1ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

シデュロン標準品より500mg/Lのメタノール溶液を調製し、この溶液をメタノール及び水の混液（3:2）で希釈して0.05～1mg/L溶液を数点調製し、それぞれ20 μ Lずつ高速液体クロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から20 μ Lを取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりシデュロンの重量を求め、これに基づき、試料中のシデュロンの濃度を算出する。

37. シマジン (CAT)

(1) 装置

高感度窒素リン検出器 (NPD) 又はアルカリ熱イオン型検出器 (FTD) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

ヘキサン、アセトン、酢酸エチル、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム：試薬特級

ケイ酸マグネシウム：カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウムを130℃で16時間活性化後、放冷したもの

水：蒸留水又は精製水

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を6M塩酸で2時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものを用いる。

シマジン標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料400mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム20g、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、有機溶媒層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、有機溶媒層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20~30gを有機溶媒層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10~20mLの酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) で数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) を1~2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン10mLを加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

ケイ酸マグネシウム5gを内径1.5cm、長さ30cmのクロマト管にヘキサンの湿式法で充てんし、無水硫酸ナトリウム約4gを積層する。これに先の溶解液の5mL (試料200mL相当) を注ぎ、流下させる。次いでアセトン-ヘキサン (15:85) 混液50mLを流下させ、シマジンを溶出させ、200mLのナス型フラスコに受ける。減圧濃縮器を用い、約40℃の水浴で溶媒を1~2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にアセトン4mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径2~3mm、長さ100~150cmのガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器250~300℃、カラム180~220℃

ガス流量：キャリアーガスとしてヘリウム又は高純度窒素ガスを用い、シマジンのピークが保持時間2～4分となるように調整するとともに水素及び空気の流量を至適条件となるように調整する。

感度：シマジンの0.2ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

シマジン標準品より0.05～1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ のアセトン溶液を数点調製し、それぞれ4 μL ずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から4 μL を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりシマジンの重量を求め、これに基づき試料中のシマジン濃度を算出する。

38. テルブカルブ (MBPMC)

(1) 装置

高感度窒素リン検出器 (NPD) 又はアルカリ熱イオン型検出器 (FTD) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトン、酢酸エチル、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム：試薬特級

ケイ酸マグネシウム：カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウムを130℃で16時間活性化後、放冷したもの

水：蒸留水又は精製水

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を6M塩酸で2時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものを用いる。

テルブカルブ標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料400mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム20g、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、有機溶媒層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、有機溶媒層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20～30gを有機溶媒層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10～20mLの酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) で数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) を1～2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン10mLを加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

ケイ酸マグネシウム5g内径1.5cm、長さ30cmのクロマト管にヘキサンの湿式法で充てんし、無水硫酸ナトリウム約4gを積層する。これに先の溶解液の5mL (試料200mL相当) を注ぎ、流下させる。次いでアセトン—ヘキサン (5:95) 混液50mLを流下させテルブカルブを溶出させ、200mLのナス型フラスコに受ける。減圧濃縮器を用い、約40℃の水浴で溶媒を1～2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にアセトン4mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径2～3mm、長さ100～150cmのガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器250～300℃、カラム180～220℃

ガス流量：キャリアーガスとしてヘリウム又は高純度窒素ガスを用い、テルブカルブのピークが保持時間2～4分となるように調整するとともに水素及び空気の流量を至適条件となるように調整する。

感度：テルブカルブの0.2ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

テルブカルブ標準品より0.05～1.0 $\mu\text{g/mL}$ のアセトン溶液を数点調製し、それぞれ4 μL ずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から4 μL を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりテルブカルブの重量を求め、これに基づき試料中のテルブカルブ濃度を算出する。

39. トリクロピル

(1) 装置

ガスクロマトグラフ質量分析計及び紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル、アセトン、塩酸、酢酸エチル、水酸化カリウム、無水硫酸ナトリウム、リン酸：試薬特級又はこれと同等のもの

ジエチレングリコール：純度98%以上のもの

水：蒸留水又は精製水

0.01Mリン酸緩衝液：1Mリン酸10mLに水約950mLを加え、10M水酸化カリウム溶液を加えてpHを3.3に調整した後水を加えて1Lとしたもの

トリクロピル酸標準品

トリクロピルブトキシエチル標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料250mLを500mLの分液漏斗に量り取り、2M塩酸5mL及び酢酸エチル50mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、酢酸エチル層を分取する。残った水層についても、酢酸エチル50mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全酢酸エチル層を300mLの三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20gを加え、時々振り混ぜながら30分間放置した後、300mLのナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコを酢酸エチル20mLで洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、2%ジエチレングリコールアセトン溶液0.5mLを加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で25mLに濃縮する。この濃縮液の10mLを100mLのナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物に水及びアセトニトリルの混液(3:2)1mLを加えて溶解し、トリクロピル酸の試験溶液とする。25mLとした濃縮液の10mLを別の100mLのナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物に、ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる場合は、アセトン1mLを加えて溶解し、高速液体クロマトグラフを用いる場合は、アセトニトリル及び水の混液(4:1)1mLを加えて溶解し、トリクロピルブトキシエチルの試験溶液とする。

(4) 測定機器の操作条件

1) 高速液体クロマトグラフ

充てん剤：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを用いる。

カラム：内径2～6mm、長さ15～30cmのステンレス管を用いる。

カラム槽温度：40℃

溶離液：トリクロピル酸の場合は、0.01Mリン酸緩衝液及びアセトニトリルの混液(3:2)を用い、トリクロピル酸が8～10分で流出するように流速を調整する。トリクロピルブトキシエチルの場合は、アセトニトリル及び0.01Mリン酸緩衝液の混液(4:1)を用い、トリクロピルブトキシエチルが8～10分で流出するように流速を調整する。

検出器：波長295nmで測定する。

感度：トリクロピル酸及びトリクロピルブトキシエチルのそれぞれ2ngが十分確認できるように感度を調整する。

2) ガスクロマトグラフ質量分析計

カラム：内径0.2～約0.7mm、長さ10～30mの熔融シリカ製の管の内面に50%フェニルメチルポリシロキサンを0.1～1.5 μ mの厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

キャリアーガス：高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、内径0.2～約0.7mmのカラムに対して線速度を毎秒20～40cmとする。

試料導入部温度：スプリットレス方式の場合は200～270℃、コールドオンカラム方式の場合は50～100℃

カラム槽昇温プログラム：50℃で2分保ち、50～約280℃の範囲で毎分2～20℃の昇温を行う。

インターフェース部温度：200～270℃

イオン源温度：150℃以上

測定質量数：85、182、210

感度：トリクロピルブトキシエチルの0.4ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

I トリクロピル酸の検量線の作成

トリクロピル酸標準品の500mg/Lアセトニトリル溶液を調製し、この溶液を水及びアセトニトリルの混液（3:2）で希釈して0.1～2mg/L溶液を数点調製し、それぞれを20 μ Lずつ高速液体クロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

II トリクロピルブトキシエチルの検量線の作成

1) ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる場合

トリクロピルブトキシエチル標準品の0.2～4mg/Lアセトン溶液を数点調製し、それぞれを2 μ Lずつガスクロマトグラフ質量分析計に注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

2) 高速液体クロマトグラフを用いる場合

トリクロピルブトキシエチル標準品の500mg/Lアセトニトリル溶液を調製し、この溶液をアセトニトリル及び水の混液（4:1）で希釈して0.1～2mg/L溶液を数点調製し、それぞれを20 μ Lずつ高速液体クロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

トリクロピル酸の試験溶液から20 μ Lを取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりトリクロピル酸の重量を求め、これに基づき、試料中のトリクロピル酸の濃度を算出する。

また、トリクロピルブトキシエチルの試験溶液から、ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる場合は2 μ Lを、高速液体クロマトグラフを用いる場合は20 μ Lを取り、ガスクロマトグラフ質量分析計又は高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりトリクロピルブトキシエチルの重量を求め、これに基づき、試料中のトリクロピルブトキシエチルの濃度を算出する。

このトリクロピル酸の濃度の値とトリクロピルブトキシエチルの濃度の値に係数0.72を乗じてトリクロピルの濃度に換算したものを和し、試料中のトリクロピルの濃度を算出する。

40. ナプロパミド

(1) 装置

高感度窒素リン検出器 (NPD) 又はアルカリ熱イオン型検出器 (FTD) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

ヘキサン、アセトン、酢酸エチル、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム：試薬特級

ケイ酸マグネシウム：カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウムを130℃で16時間活性化後、放冷したもの

水：蒸留水又は精製水

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を6M塩酸で2時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものを用いる。

ナプロパミド標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料400mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム20g、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、有機溶媒層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、有機溶媒層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20～30gを有機溶媒層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10～20mLの酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) で数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) を1～2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン10mLを加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

ケイ酸マグネシウム5gを内径1.5cm、長さ30cmのクロマト管にヘキサンの湿式法で充てんし、無水硫酸ナトリウム約4gを積層する。これに先の溶解液の5mL (試料200mL相当) を注ぎ、流下させる。次いでアセトン—ヘキサン (15:85) 混液50mLを流下させナプロパミドを溶出させ、200mLのナス型フラスコに受ける。減圧濃縮器を用い、約40℃の水浴で溶媒を1～2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にアセトン2mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径2～3mm、長さ100～150cmのガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器250～300℃、カラム200～230℃

ガス流量：キャリアガスとして高純度窒素ガスを用い、ナプロパミドのピークが保持時間3～5分となるように調整するとともに水素及び空気の流量を至適条件となるように調整する。

感度：ナプロパミドの0.4ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

ナプロパミド標準品より0.1～2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ のアセトン溶液を数点調製し、それぞれ4 μL ずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から4 μL を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりナプロパミドの重量を求め、これに基づき試料中のナプロパミド濃度を算出する。

4 1. ハロスルフロンメチル

(1) 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル、塩化ナトリウム、塩酸、ぎ酸、酢酸エチル、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム、リン酸：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

固相抽出カラム：内径15mm、長さ65mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用C₁₈シリカゲル（シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたもの）1000mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

NH₂シリカゲルミニカラム：内径10mm、長さ25mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用アミノプロピル（NH₂）シリカゲル（シリカゲルにアミノプロピル基を化学的に結合させたもの）360mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

ハロスルフロンメチル標準品

メチル 3-クロロ-5-(4,6-ジメトキシピリミジン-2-イルアミノ)-1-メチルピラゾール-4-カルボキシラート（以下「ハロスルフロンメチル転位体」という。）標準品

(3) 試験溶液の調製

A法 溶媒抽出法

ア 抽出

試料200mLを500mLの分液漏斗に量り取り、6mol/L塩酸2mL、塩化ナトリウム10g並びに酢酸エチル及びヘキサンの混液（1:1）100mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、有機溶媒層を分取する。残った水層についても、酢酸エチル及びヘキサンの混液（1:1）100mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全有機溶媒層を300mLの三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20gを加え、時々振り混ぜながら30分間放置した後、300mLのナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコを酢酸エチル及びヘキサンの混液（1:1）20mLで洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。

ウ カラムクロマトグラフィー

この残留物に酢酸エチル5mLを加えて溶解する。

あらかじめ、NH₂シリカゲルミニカラムに酢酸エチル及びぎ酸の混液（100:1）5mLを流し入れ、洗浄しておく。これにナス型フラスコ中の溶液を流し入れ、酢酸エチル及びぎ酸の混液（100:1）10mLで展開し、溶出液を50mLのナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物にアセトニトリル及び水の混液（1:1）1mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

B法 固相抽出法

試料200mLを500mLの三角フラスコに量り取り、6mol/L塩酸2mLを加える。これを、あらかじめアセトニトリル5mL、次いで水5mLを流し入れ洗浄した固相抽出カラムに毎分10~20mLの流速で流し入れ、次いで0.1mol/L塩酸及びアセトニトリルの混液（7:3）10mL並びに水10mLを流し入れる。流

出液を捨てた後、約1分間吸引を続け水分を除去する。アセトニトリル10mLで展開し、溶出液を50 mLのナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。以下、この残留物についてA法のウと同様の操作を行う。

(4) 高速液体クロマトグラフの操作条件

充てん剤：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを用いる。

カラム：内径2～6mm、長さ15～30cmのステンレス管を用いる。

カラム槽温度：40℃

溶離液：アセトニトリル、水及びリン酸の混液（60:40:0.1）を用い、ハロスルフロメチル及びハロスルフロメチル転位体がそれぞれ10～15分で流出するように流速を調整する。

検出器：波長245nmで測定する。

感度：ハロスルフロメチル及びハロスルフロメチル転位体のそれぞれ1ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

ハロスルフロメチル標準品及びハロスルフロメチル転位体標準品よりそれぞれ500mg/Lのアセトニトリル溶液を調製し、この溶液をアセトニトリル及び水の混液（1:1）で希釈して0.05～1mg/L溶液を数点調製し、それぞれを20 μ Lずつ高速液体クロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定しハロスルフロメチル及びハロスルフロメチル転位体の検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から20 μ Lを取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりハロスルフロメチル及びハロスルフロメチル転位体の重量を求める。このハロスルフロメチルの重量の値とハロスルフロメチル転位体の重量の値に係数1.33を乗じてハロスルフロメチルの重量に換算したものとを和し、これに基づき、試料中のハロスルフロメチルの濃度を算出する。

4 2. ピリブチカルブ

(1) 装置

ガスクロマトグラフ質量分析計又はアルカリ熱イオン型検出器若しくは高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトン、塩化ナトリウム、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム：試薬特級又はこれと同等のもの
ケイ酸マグネシウムミニカラム：内径10mm、長さ25mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム900mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

ピリブチカルブ標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料100mLを300mLの分液漏斗に量り取り、塩化ナトリウム10g及びヘキサン100mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、ヘキサン層を分取する。残った水層についても、ヘキサン50mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全ヘキサン層を300mLの三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20gを加え、時々振り混ぜながら30分間放置した後、300mLのナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコをヘキサン20mLで洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物にヘキサン10mLを加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

あらかじめ、ケイ酸マグネシウムミニカラムにヘキサン10mLを流し入れ、洗浄しておく。これにナス型フラスコ中の溶液を流し入れ、ヘキサン及びアセトンの混液（4:1）20mLで展開し、溶出液を100mLのナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物にヘキサン4mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) 測定機器の操作条件

ガスクロマトグラフ部

カラム：内径0.2～約0.7mm、長さ10～30mの熔融シリカ製の管の内面に5%フェニルメチルポリシロキサンを0.1～1.5 μ mの厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

キャリアーガス：高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、内径0.2～約0.7mmのカラムに対して線速度を毎秒20～40cmとする。

試料導入部温度：スプリットレス方式の場合は200～270℃、コールドオンカラム方式の場合は50～100℃

カラム槽昇温プログラム：60℃で2分保ち、60～約260℃の範囲で毎分2～20℃の昇温を行う。

検出部

1) 質量分析計

インターフェース部温度：200～270℃

イオン源温度：150℃以上

測定質量数：165、108、181

感度：ピリブチカルブの0.05ngが十分確認できるように感度を調整する。

2) アルカリ熱イオン型検出器又は高感度窒素・リン検出器

検出器温度：260～300℃

ガス流量：水素ガス、空気及び追加ガス（高純度窒素ガス又はヘリウムガス）の流量を至適条件になるように調整する。

感度：ピリブチカルブの0.05ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

ピリブチカルブ標準品の0.025～0.5mg/Lヘキサン溶液を数点調製し、それぞれを2 μ Lずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から2 μ Lを取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりピリブチカルブの重量を求め、これに基づき、試料中のピリブチカルブの濃度を算出する。

43. ブタミホス

(1) 装置

炎光光度型検出器 (FPD、Pフィルター) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトン、酢酸エチル、無水硫酸ナトリウム、塩化ナトリウム：試薬特級又はこれと同等のもの

水：蒸留水又は精製水

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を6M塩酸で2時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものをを用いる。

ブタミホス標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料200mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム20g、酢酸エチル50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、酢酸エチル層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、酢酸エチル層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20~30gを酢酸エチル層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10~20mLの酢酸エチルで数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチルを1~2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にアセトン2mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径2~3mm、長さ100~150cmのガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器250~300℃、カラム200~240℃

ガス流量：キャリアーガスとして窒素ガスを用い、ブタミホスのピークが保持時間2~4分となるように調整するとともに水素及び空気の流量を至適条件となるように調整する。

感度：ブタミホスの0.4ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

ブタミホス標準品より0.1~2.0 μ g/mLのアセトン溶液を数点調製し、それぞれ4 μ Lずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から4 μ Lを取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりブタミホスの重量を求め、これに基づき試料中のブタミホス濃度を算出する。

4 4. フラザスルフロン

(1) 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル、アセトン、塩化ナトリウム、塩酸、酢酸エチル、ジエチレングリコール、無水硫酸ナトリウム、リン酸：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

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ィー用中性アルミナ1710mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

固相抽出カラム：内径10mm、長さ25mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用スチレンビニルベンゼン共重合体（ポリスチレン系ゲル、粒径50 μ m）265mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

フラザスルフロン標準品

(3) 試験溶液の調製

A法 溶媒抽出法

ア 抽出

試料200mLを500mLの分液漏斗に量り取り、6mol/L塩酸2mL、塩化ナトリウム10g及び酢酸エチル50mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、酢酸エチル層を分取する。残った水層についても、酢酸エチル50mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全酢酸エチル層300mLの三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20gを加え、時々振り混ぜながら30分間放置した後、300mLのナス型フラスコ中をろ過する。使用した三角フラスコを酢酸エチル20mLで洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、2%ジエチレングリコールアセトン溶液1mLを加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。

ウ カラムクロマトグラフィー

この残留物にアセトニトリル及び水の混液（4:1）5mLを加えて溶解する。

あらかじめ、アルミナミニカラムにアセトニトリル5mLを流し入れ、洗浄しておく。これにナス型フラスコ中の溶液を流し入れ、アセトニトリル及び水の混液（4:1）20mLで展開し、溶出液を50mLのナス型フラスコに取り、2%ジエチレングリコールアセトン溶液1mLを加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物にアセトニトリル及び水の混液（3:2）2mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

B法 固相抽出法

試料200mLを500mLの三角フラスコに量り取り、6mol/L塩酸2mLを加える。これを、あらかじめアセトニトリル5mL、次いで水5mLを流し入れ洗浄した固相抽出カラムに毎分10~20mLの流速で流し入れ、約1分間吸引を続け水分を除去する。アセトニトリル5mLで展開し、溶出液を50mLのナス型フラスコに移し、2%ジエチレングリコールアセトン溶液1mLを加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。以下、この残留物についてA法のウと同様の操作を行う。

(4) 高速液体クロマトグラフの操作条件

充てん剤：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを用いる。

カラム：内径2～6mm、長さ15～30cmのステンレス管を用いる。

カラム槽温度：40℃

溶離液：アセトニトリル、水及びリン酸の混液（60:40:0.1）を用い、フラザスルフロンの20～25分で流出するように流速を調整する。

検出器：波長240nmで測定する。

感度：フラザスルフロンの1ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

フラザスルフロンの標準品より500mg/Lのアセトニトリル溶液を調製し、この溶液をアセトニトリル及び水の混液（3:2）で希釈して0.05～1mg/L溶液を数点調製し、それぞれ20μLずつ高速液体クロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から20μLを取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりフラザスルフロンの重量を求め、これに基づき、試料中のフラザスルフロンの濃度を算出する。

45. プロピザミド

(1) 装置

電子捕獲型検出器 (ECD) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

ヘキサン、アセトン、酢酸エチル、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を6M塩酸で2時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものを用いる。

ケイ酸マグネシウム：カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウムを130℃で16時間活性化後、放冷したもの

プロピザミド標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料400mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム20g、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、有機溶媒層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、有機溶媒層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20～30gを有機溶媒層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10～20mLの酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) で数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) を1～2mLまで濃縮し、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン10mLを加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

ケイ酸マグネシウム5gを内径1.5cm、長さ30cmのクロマト管にヘキサンの湿式法で充てんし、無水硫酸ナトリウム約4gを積層する。これに先の溶解液の5mL (試料200mL相当) を注ぎ、流下させる。次いでアセトン—ヘキサン (5:95) 混液75mLを流下させプロピザミドを溶出させ、200mLのナス型フラスコに受ける。減圧濃縮器を用い、約40℃の水浴で溶媒を1～2mLまで濃縮し、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン20mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径2～3mm、長さ100～200cmのガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器250～300℃、カラム180～220℃

ガス流量：キャリアーガスとして高純度窒素ガスを用い、プロピザミドのピークが保持時間2

～4分となるように調整する。

感度：プロピザミドの0.02ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

プロピザミド標準品より0.01～0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ のヘキサン溶液を数点調製し、それぞれ2 μL ずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から2 μL を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりプロピザミドの重量を求め、これに基づき試料中のプロピザミド濃度を算出する。

46. ベンスリド (SAP)

(1) 装置

高感度窒素リン検出器 (NPD) 又はアルカリ熱イオン型検出器 (FTD) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

ヘキサン、アセトン、酢酸エチル、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム：試薬特級

ケイ酸マグネシウム：カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウムを130℃で16時間活性化後、放冷したもの

水：蒸留水又は精製水

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を6M塩酸で2時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものを用いる。

ベンスリド標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料400mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム20g、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、有機溶媒層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、有機溶媒層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20~30gを有機溶媒層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10~20mLの酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) で数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) を1~2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン10mLを加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

ケイ酸マグネシウム5gを内径1.5cm、長さ30cmのクロマト管にヘキサンの湿式法で充てんし、無水硫酸ナトリウム約4gを積層する。これに先の溶解液の5mL (試料200mL相当) を注ぎ、流下させる。次いでアセトン-ヘキサン (15:85) 混液50mLを流下させベンスリドを溶出させ、200mLのナス型フラスコに受ける。減圧濃縮器を用い、約40℃の水浴で溶媒を1~2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にアセトン4mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径2~3mm、長さ50cmのガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器250~300℃、カラム200~230℃

ガス流量：キャリアーガスとしてヘリウム又は高純度窒素ガスを用い、ベンスリドのピークが保持時間2～4分となるように調整するとともに水素及び空気の流量が至適条件となるように調整する。

感度：ベンスリドの0.2ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

ベンスリド標準品より0.05～1.0 $\mu\text{g/mL}$ のアセトン溶液を数点調製し、それぞれ4 μL ずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から4 μL を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりベンスリドの重量を求め、これに基づき試料中のベンスリド濃度を算出する。

47. ペンディメタリン

(1) 装置

高感度窒素リン検出器 (NPD) 又はアルカリ熱イオン型検出器 (FTD) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

ヘキサン、アセトン、ジエチルエーテル、酢酸エチル、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

5%含水ケイ酸マグネシウム：ケイ酸マグネシウム100gを130℃で16時間活性化し、放冷した後、水5mLを加え、密栓をして1時間振とうしたもの

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を6M塩酸で2時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものを用いる。

ペンディメタリン標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料400mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム20g、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、有機溶媒層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、有機溶媒層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20~30gを有機溶媒層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10~20mLの酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) で数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) を1~2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン10mLを加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

5%含水ケイ酸マグネシウム5gを内径1.5cm、長さ30cmのクロマト管にヘキサンの湿式法で充てんし、無水硫酸ナトリウム約4gを積層する。これに先の溶解液の5mL (試料200mL相当) を注ぎ、流下させる。次いでジエチルエーテル—ヘキサン (5:95) 混液50mLを流下させペンディメタリンを溶出させ、200mLのナス型フラスコに受ける。減圧濃縮器を用い、約40℃の水浴で溶媒を1~2mLまで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にアセトン4mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径2~3mm、長さ100~150cmのガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器250~300℃、カラム180~220℃

ガス流量：キャリアガスとしてヘリウム又は高純度窒素ガスを用い、ペンディメタリンのピークが保持時間2～4分となるように調整するとともに水素及び空気の流量を至適条件となるように調整する。

感度：ペンディメタリンの0.2ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

ペンディメタリン標準品より0.05～1.0 $\mu\text{g/mL}$ のアセトン溶液を数点調製し、それぞれ4 μL ずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から4 μL を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりペンディメタリンの重量を求め、これに基づき試料中のペンディメタリン濃度を算出する。

48. ベンフルラリン (ベスロジン)

(1) 装置

電子捕獲型検出器 (ECD) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

ヘキサン、ジエチルエーテル、酢酸エチル、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム：試薬特級

ケイ酸マグネシウム：カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウムを130℃で16時間活性化後、放冷したもの

水：蒸留水又は精製水

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を6M塩酸で2時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものをを用いる。

ベンフルラリン標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料400mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム20g、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、有機溶媒層を200mLの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、有機溶媒層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20~30gを有機溶媒層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10~20mLの酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) で数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴で酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) を1~2mLまで濃縮し、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン10mLを加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

ケイ酸マグネシウム5gを内径1.5cm、長さ30cmのクロマト管にヘキサンの湿式法で充てんし、無水硫酸ナトリウム約4gを積層する。これに先の溶解液の5mL (試料200mL相当) を注ぎ、流下させる。次いでジエチルエーテル—ヘキサン (5:95) 混液50mLを流下させベンフルラリンを溶出させ、200mLのナス型フラスコに受ける。減圧濃縮器を用い、約40℃の水浴で溶媒を1~2mLまで濃縮し、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン20mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径2~3mm、長さ100~200cmのガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器250~300℃、カラム180~220℃

ガス流量：キャリアーガスとして高純度窒素ガスを用い、ベンフルラリンのピークが保持時間2~

4分となるように調整する。

感度：ベンフルラリンの0.02ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

ベンフルラリン標準品より0.01～0.2 $\mu\text{g/mL}$ のヘキサン溶液を数点調製し、それぞれ2 μL ずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から2 μL を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりベンフルラリンの重量を求め、これに基づき試料中のベンフルラリン濃度を算出する。

49. メコプロップカリウム塩 (MCPPカリウム塩)、メコプロップジメチルアミン塩 (MCPDジメチルアミン塩)、メコプロップPイソプロピルアミン塩及びメコプロップPカリウム塩

(1) 装置

電子捕獲型検出器 (ECD) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

ヘキサン、ジエチルエーテル、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

ピリジン、塩化ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、塩酸：試薬特級

2,2,2-トリクロロエタノール：純度99%以上のもの

N,N'-ジシクロヘキシルカルボジイミド

ケイ酸マグネシウム：カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウムを130℃で16時間活性化後、放冷したもの

水：蒸留水又は精製水

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を6M塩酸で2時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものを
用いる。

メコプロップ標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料200mLをメスシリンダーに取り、500mLの分液漏斗に移す。1M塩酸10mL、ジエチルエーテル50mLを加え、振とう機を用い5分間振とうする。暫時放置し、分液後、ジエチルエーテル層を200mLの三角フラスコに取る。残った水層にジエチルエーテル50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、ジエチルエーテル層を先の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム20~30gを三角フラスコ中のジエチルエーテル層に加え、軽く振り混ぜ、約10分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mLのナス型フラスコに受ける。10~20mLのジエチルエーテルで数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約40℃の水浴でジエチルエーテルを1~2mLまで濃縮し、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。

ウ エステル化及び洗浄

残留物に2%N,N'-ジシクロヘキシルカルボジイミドピリジン溶液0.2mL、2,2,2-トリクロロエタノール0.5mLを加え、密栓をして60℃の水浴中で1時間加熱し、反応させる。放冷後、反応液をヘキサン50mLで200mLの分液漏斗に移し、2%炭酸水素ナトリウム溶液50mLを加え1分間軽く振とうし、分液後直ちに水層を捨てる。残ったヘキサン層に0.2M塩酸50mLを加え振とう機を用い5分間激しく振とうする。分液後水層を捨て、さらに残ったヘキサン層に水50mLを加え、同様の振とう及び分液の操作を行う。ヘキサン層を100mLの三角フラスコに分取し、無水硫酸ナトリウム20gを加え、(3)イと同様の脱水、濃縮を行い、ヘキサン10mLに溶解する。

エ カラムクロマトグラフィー

ケイ酸マグネシウム5gを内径1.5cm、長さ30cmのクロマト管にヘキサンの湿式法で充てんし、無水硫酸ナトリウム約4gを積層する。これに先の溶解液の5mL (試料100mL相当) を注ぎ、流下させる。次いでジエチルエーテル-ヘキサン (4:96) 混液50mLを流下させメコプロップトリク

ロロエチルエステル化物を溶出させ、200mLのナス型フラスコに受ける。減圧濃縮器を用い、約40℃の水浴で溶媒を1～2mLまで濃縮し、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にヘキサン10mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径2～3mm、長さ100～200cmのガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器250～300℃、カラム200～230℃

ガス流量：キャリアーガスとして高純度窒素ガスを用い、メコプロップトリクロロエチルエステル化物のピークが保持時間2～4分となるように調整する。

感度：メコプロップの0.02ng相当量のメコプロップトリクロロエチルエステル化物のピークが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

メコプロップ標準品の100 μ gを取り、(3)ウのエステル化及び洗浄と同様の操作を行い、ヘキサンの希釈してメコプロップの0.01～0.2 μ g/mL相当の溶液を数点調製し、それぞれ2 μ Lずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から2 μ Lを取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりメコプロップの重量を求め、これに基づき試料中のメコプロップ濃度を算出する。

50. MCPAイソプロピルアミン塩及びMCPAナトリウム塩

(1) 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ又は液体クロマトグラフタンデム型質量分析計を用いる。

(2) 試薬試液

酢酸エチル、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム、メタノール：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

メタノール：高速液体クロマトグラフィー用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム、塩酸、酢酸アンモニウム、水酸化ナトリウム、リン酸：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

MCPA標準品

(3) 試験溶液の調製

試料200mLを500mLの分液漏斗に量り取り、1mol/L塩酸を加えてpHを1に調整する。これに、塩化ナトリウム10g及び酢酸エチル100mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、酢酸エチル層を分取する。残った水層についても、酢酸エチル100mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全酢酸エチル層を300mLのナス型フラスコに合わせ、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で約1mLまで溶媒を留去し、窒素ガス気流下で乾固する。

この残留物にメタノール20mLを加えて溶かし、次いで1mol/L水酸化ナトリウム溶液20mLを加え、10分間振とうする。

ナス型フラスコ中の溶液を10%塩化ナトリウム溶液100mLで300mLの分液漏斗に洗入れ、これにヘキサン50mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、水層を分取する。この水層を300mLの分液漏斗に入れ、4mol/L塩酸10mL及び酢酸エチル100mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、酢酸エチル層を分取する。残った水層についても、酢酸エチル100mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全酢酸エチル層を300mLの三角フラスコに合わせ、無水硫酸ナトリウム適量を加え、時々振り混ぜながら15分間放置した後、300mLのナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコを酢酸エチル20mLで洗い、その洗液で残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせる。すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で約1mLまで溶媒を留去し、窒素ガス気流下で乾固する。この残留物にメタノール2mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) 測定機器の操作条件

1) 高速液体クロマトグラフ

カラム：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを内径2～6mm、長さ15～30cmのステンレス管に充てんしたもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

カラム槽温度：温度40℃

溶離液：メタノール、水及びリン酸の混液（60：40：0.1）を用いる。

検出器：波長230nmで測定する。

感度：MCPAの1ngが十分確認できるように感度を調整する。

2) 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計

液体クロマトグラフ部

カラム：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを内径2～2.1mm、長さ10～15cmのステンレス管に充てんしたもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

カラム槽温度：40℃

溶離液：5mmol/L酢酸アンモニウム溶液及びメタノールの混液（60：40）から（5：95）までの濃度勾配を10分間で行い、そのまま2分間維持する。

質量分析部

イオンモード：ESI（－）

測定質量数：198.9→141.0

感度：MCPAの0.025ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

MCPA標準品の0.05～5mg/Lメタノール溶液を数点調製し、それぞれを20μLずつ高速液体クロマトグラフに注入し、ピーク面積を測定し検量線を作成する。又はMCPA標準品の0.005～0.5mg/Lメタノール溶液を数点調製し、それぞれを5μLずつ液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から20μLを取り、高速液体クロマトグラフに注入、又は5μLを取り液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、(5)の検量線によりMCPAの重量を求め、これに基づき、試料中のMCPAの濃度を算出する。

5 1. トリネキサパックエチル

(1) 装置

高速液体クロマトグラフ及び液体クロマトグラフタンデム型質量分析計を用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル、ジエチルエーテル、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

酢酸、リン酸：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

液相分離ろ紙

トリネキサパックエチル標準品

トリネキサパック標準品

(3) 試験溶液の調製

1) トリネキサパックエチル

試料200mLを500mLの分液漏斗に量り取り、リン酸10mL及びヘキサン50mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、ヘキサン層を分取する。残った水層についても、ヘキサン50mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を2回繰り返す。全ヘキサン層を300mLの三角フラスコに合わせ、無水硫酸ナトリウム適量を加え、時々振り混ぜながら15分間放置した後、300mLのナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコをヘキサン20mLで洗い、その洗液で残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で約1mLまで溶媒を留去し、窒素ガス気流下で乾固する。この残留物に水及びアセトニトリルの混液（3：2）4mLを加えて溶解し、トリネキサパックエチル試験溶液とする。

2) トリネキサパック

1)において残った水層を500mLの分液漏斗にとり、ジエチルエーテル及びヘキサンの混液（7：3）50mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、有機溶媒層を分取する。残った水層についても、同混液50mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を2回繰り返す。全有機溶媒層を液相分離ろ紙を用いて300mLのナス型フラスコに脱水ろ過する。ろ紙を同混液10mLで洗い、ろ液、洗液をナス型フラスコに合わせ、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で約1mLまで溶媒を留去し、窒素ガス気流下で乾固する。この残留物に水及びアセトニトリルの混液（4：1）3mLを加えて溶解し、トリネキサパック試験溶液とする。

(4) 測定機器の操作条件

1) 高速液体クロマトグラフ

トリネキサパックエチル

カラム：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを内径2～6mm、長さ15～30cmのステンレス管に充てんしたもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

カラム槽温度：40℃

溶離液：0.5%リン酸及びアセトニトリルの混液（3：2）を用いる。

検出器：波長280nmで測定する。

感度：トリネキサパックエチルの1ngが十分確認できるように感度を調整する。

トリネキサパック

カラム：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを内径2～6mm、長さ15

～30cmのステンレス管に充てんしたもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

カラム槽温度：40℃

溶離液：0.5%リン酸及びアセトニトリルの混液（4：1）を用いる。

検出器：波長280nmで測定する。

感度：トリネキサパックの1 ngが十分確認できるように感度を調整する。

2) 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計

液体クロマトグラフ部

カラム：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを内径2～2.1mm、長さ10～15cmのステンレス管に充てんしたもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

カラム槽温度：40℃

溶離液：0.1%酢酸及びアセトニトリルの混液（4：1）から（1：4）までの濃度勾配を15分間で行う。

質量分析部

イオンモード：ESI（－）

測定質量数：251.1→136.9（トリネキサパックエチル）

223.1→135.0（トリネキサパック）

感度：トリネキサパックエチルの0.025ng、トリネキサパックの0.025ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

1) トリネキサパックエチル

トリネキサパックエチル標準品より0.025～1mg/Lの水及びアセトニトリルの混液（3：2）溶液を数点調製し、それぞれ40μLずつ高速液体クロマトグラフに注入し、ピーク高を測定し検量線を作成する。

2) トリネキサパック

トリネキサパック標準品より0.025～1mg/Lの水及びアセトニトリルの混液（4：1）溶液を数点調製し、それぞれ40μLずつ高速液体クロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

トリネキサパックエチル及びトリネキサパックの試験溶液からそれぞれ40μLを取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりトリネキサパックエチル及びトリネキサパックの重量を求め、これに基づき、各成分の濃度を算出する。トリネキサパックエチルの濃度と、トリネキサパックの濃度に係数1.13を乗じてトリネキサパックエチルの濃度に換算したものを和し、試料中のトリネキサパックエチル（トリネキサパック含む）の濃度を算出する。

(7) 留意事項

液体クロマトグラフタンデム型質量分析計での測定の場合、測定感度や検量線の直線性は使用する装置に依存するため、測定前に感度や検量線の範囲を確認し、試験溶液の量、注入量を適宜調整する。

II 排水に係る標準分析方法（多成分同時分析法）

- 1 アセタミプリド、アゾキシストロビン、イソキサチオン、イソプロチオラン、イプロジオン、イミダクロプリド、エトキシスルフロン、エトフェンプロックス、オキサジクロメホン、カフェンストロール、カフェンストロール脱カルバモイル体、キャプタン、クロチアニジン、シクロスルフアムロン、ジチオピル、シデュロン、ジフェノコナゾール、シプロコナゾール、シマジン、シメコナゾール、ダイアジノン、チアメトキサム、チフルザミド、テトラコナゾール、テブコナゾール、テブフェノジド、テルブカルブ、トリクロピル、トリフルミゾール、トリフルミゾール代謝物、ナプロパミド、ハロスルフロンメチル、ピリダフェンチオン、ピリブチカルブ、フェニトロチオン、ブタミホス、フラザスルフロン、フルトラニル、プロピコナゾール、プロピザミド、ペンシクロン、ベンスリド、ペンディメタリン、ボスカリド、メコプロップ、メタラキシル及びメプロニルの測定方法

(1) 装置

液体クロマトグラフタンデム型質量分析計又はガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。

(2) 試薬試液

アセトン、アセトニトリル、ヘキサン、メタノール：残留農薬試験用又はこれと同等のもの
ポリエチレングリコール300：試薬一級

塩酸、酢酸アンモニウム：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

固相抽出カラム：内径10mm、長さ20mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用ジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体500mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

アセタミプリド標準原液（500mg/L） 全量フラスコ50mLにアセタミプリド標準品0.025gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

アゾキシストロビン標準原液（500mg/L） 全量フラスコ50mLにアゾキシストロビン標準品0.025gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

イソキサチオン標準原液（500mg/L） 全量フラスコ50mLにイソキサチオン標準品0.025gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

イソプロチオラン標準原液（500mg/L） 全量フラスコ50mLにイソプロチオラン標準品0.025gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

イプロジオン標準原液（500mg/L） 全量フラスコ50mLにイプロジオン標準品0.025gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

イミダクロプリド標準原液（500mg/L） 全量フラスコ50mLにイミダクロプリド標準品0.025gを量り取り、アセトニトリルを標線まで加えたもの

エトキシスルフロン標準原液（500mg/L） 全量フラスコ50mLにエトキシスルフロン標準品0.025gを量り取り、アセトニトリルを標線まで加えたもの

エトフェンプロックス標準原液（500mg/L） 全量フラスコ50mLにエトフェンプロックス標準品0.025gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

オキサジクロメホン標準原液（500mg/L） 全量フラスコ50mLにオキサジクロメホン標準品0.025gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

カフェンストロール標準原液（500mg/L） 全量フラスコ50mLにカフェンストロール標準品0.

0.025gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

カフェンストロール脱カルバモイル体標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにカフェンストロール脱カルバモイル体標準品0.025gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

キャプタン標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにキャプタン標準品0.025gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

クミロン標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにクミロン標準品0.025gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

クロチアニジン標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにクロチアニジン標準品0.025gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

シクロスルファミロン標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにシクロスルファミロン標準品0.025gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

ジチオピル標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにジチオピル標準品0.025gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

シデュロン標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにシデュロン標準品0.025gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

ジフェノコナゾール標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにジフェノコナゾール標準品0.025gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

シプロコナゾール標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにシプロコナゾール標準品0.025gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

シマジン標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにシマジン標準品0.025gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

シメコナゾール標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにシメコナゾール標準品0.025gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

シラフルオフエン標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにシラフルオフエン標準品0.025gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

ダイアジノン標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにダイアジノン標準品0.025gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

チアメトキサム標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにチアメトキサム標準品0.025gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

チフルザミド標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにチフルザミド標準品0.025gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

テトラコナゾール標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにテトラコナゾール標準品0.025gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

テブコナゾール標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにテブコナゾール標準品0.025gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

テブフェノジド標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにテブフェノジド標準品0.025gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

テルブカルブ標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにテルブカルブ標準品0.025gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

トリクロピル標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにトリクロピル標準品0.025gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

り、アセトンを標線まで加えたもの

トリフルミゾール標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにトリフルミゾール標準品0.025gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

トリフルミゾール代謝物標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにトリフルミゾール代謝物標準品0.025gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

ナプロパミド標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにナプロパミド標準品0.025gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

ハロスルフロンメチル標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにハロスルフロンメチル標準品0.025gを量り取り、アセトニトリルを標線まで加えたもの

ピリダフェンチオン標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにピリダフェンチオン標準品0.025gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

ピリブチカルブ標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにピリブチカルブ標準品0.025gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

フェニトロチオン標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにフェニトロチオン標準品0.025gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

ブタミホス標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにブタミホス標準品0.025gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

フラザスルフロンエチル標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにフラザスルフロンエチル標準品0.025gを量り取り、アセトニトリルを標線まで加えたもの

フルトラニル標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにフルトラニル標準品0.025gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

プロピコナゾール標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにプロピコナゾール標準品0.025gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

プロピザミド標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにプロピザミド標準品0.025gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

ペルメトリン標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにペルメトリン標準品0.025gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

ペンシクロン標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにペンシクロン標準品0.025gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

ベンスリド標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにベンスリド標準品0.025gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

ペンディメタリン標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにペンディメタリン標準品0.025gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

ボスカリド標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにボスカリド標準品0.025gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

メコプロップ標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにメコプロップ標準品0.025gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

メタラキシル標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにメタラキシル標準品0.025gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

メプロニル標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ50mLにメプロニル標準品0.025gを量り取り、

アセトンを標線まで加えたもの

液体クロマトグラフタンデム型質量分析計測定用混合標準原液（アセタミプリド、アゾキシストロビン、イソキサチオン、イソプロチオラン、イプロジオン、イミダクロプリド、エトキシスルフロロン、オキサジクロメホン、カフェンストロール、カフェンストロール脱カルバモイル体、クミルロン、クロチアニジン、シクロスルファミロン、ジチオピル、シデュロン、ジフェノコナゾール、シプロコナゾール、シマジン、シメコナゾール、ダイアジノン、チアメトキサム、チフルザミド、テトラコナゾール、テブコナゾール、テブフェノジド、テルブカルブ、トリクロピル、トリフルミゾール、トリフルミゾール代謝物、ハロスルフロロンメチル、ピリプチカルブ、フェニトロチオン、ブタミホス、フラザスルフロロン、フルトラニル、プロピコナゾール、プロピザミド、ペンシクロン、ベンスリド、ペンディメタリン、ボスカリド、メコプロップ、メタラキシル、メプロニルそれぞれ5mg/L） 全量フラスコ100mLに各標準原液1mLを取り、メタノールを標線まで加えたもの

ガスクロマトグラフ質量分析計測定用混合標準原液（エトフェンプロックス、キャプタン、シラフルオフエン、ナプロパミド、ピリダフェンチオン、ペルメトリンそれぞれ5mg/L） 全量フラスコ100mLに各標準原液1mLを取り、アセトンを標線まで加えたもの

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料200mLを500mLの三角フラスコに量り取り、1mol/L塩酸2mLを加える。これを、あらかじめアセトン5mL、次いで水5mLを流し入れ洗浄した固相抽出カラムに毎分5～10mLの流速で流し入れ、次いで水10mLを流し、流出液を捨てた後、窒素ガスを通じ水分を除去する。アセトン30mLで展開し、溶出液を50mLのナス型フラスコに取り、アセトニトリル2mLを加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で約1mLまで溶媒を留去し、窒素ガス気流下で乾固する。この残留物にアセトン及びヘキサンの混液（1：1）2mLを加えて溶解する。

イ 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計測定用試験溶液の調製

アの溶解液1mLを取り、窒素ガス気流下で乾固する。この残留物に水及びメタノールの混液（1：1）50mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

ウ ガスクロマトグラフ質量分析計測定用試験溶液の調製

アの溶解液1mLを取り、窒素ガス気流下で乾固する。この残留物に0.01%ポリエチレングリコール含有アセトン及びヘキサンの混液（1：1）10mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) 機器操作条件

1) 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計操作条件

カラム：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを内径2～2.1mm、長さ10～15cmのステンレス管に充てんしたもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

カラム槽温度：40℃

溶離液：5mmol/L酢酸アンモニウム溶液及びメタノールの混液（80：20）から（10：90）までの濃度勾配を13分間で行い、そのまま10分間維持する。

イオン化法及び設定質量数：表1参照（T：定量イオン、Q：確認イオン）

感度：各成分の0.005ngが十分確認できるように感度を調整する。

表1

測定対象成分名	イオン化法	測定質量数
アセタミプリド	ESI(+)	223/126(T)、225/128(Q)
アゾキシストロビン	ESI(+)	404/372(T)、404/329(Q)
イソキサチオン	ESI(+)	314/105(T)、314/97(Q)
イソプロチオラン	ESI(+)	291/231(T)、291/189(Q)
イプロジオン	ESI(-)	328/243(T)、330/245(Q)
イミダクロプリド	ESI(+)	256/175(T)、256/209(Q)
エトキシスルフロン	ESI(+)	399/261(T)、399/218(Q)
オキサジクロメホン	ESI(+)	376/190(T)、376/161(Q)
カフェンストロール	ESI(+)	351/100(T)、351/72(Q)
カフェンストロール脱カルバモイル体	ESI(-)	250/186(T)、250/67(Q)
クミルロン	ESI(+)	303/185(T)、303/125(Q)
クロチアニジン	ESI(+)	250/132(T)、250/169(Q)
シクロスルファミロン	ESI(-)	420/265(T)、420/78(Q)
ジチオピル	ESI(-)	400/352(T)、400/304(Q)
シデュロン	ESI(+)	233/137(T)、233/94(Q)
ジフェノコナゾール	ESI(+)	406/251(T)、408/253(Q)
シプロコナゾール	ESI(+)	292/70(T)、292/125(Q)
シマジン	ESI(+)	202/104(T)、202/68(Q)
シメコナゾール	ESI(+)	294/73(T)、294/70(Q)
ダイアジノン	ESI(+)	305/169(T)、305/97(Q)
チアメトキサム	ESI(+)	292/132(T)、292/211(Q)
チフルザミド	ESI(-)	527/125(T)、527/166(Q)
テトラコナゾール	ESI(+)	372/159(T)、372/70(Q)
テブコナゾール	ESI(+)	308/70(T)、310/70(Q)
テブフェノジド	ESI(-)	351/149(T)、351/105(Q)
テルブカルブ	ESI(+)	278/222(T)、278/166(Q)
トリクロピル	ESI(-)	254/196(T)、256/198(Q)
トリフルミゾール	ESI(+)	346/278(T)、348/280(Q)
トリフルミゾール代謝物	ESI(+)	295/215(T)、295/176(Q)
ハロスルフロンメチル	ESI(-)	433/252(T)、433/78(Q)
ピリブチカルブ	ESI(+)	331/181(T)、331/108(Q)
フェントロチオン	ESI(+)	278/109(T)
ブタミホス	ESI(+)	333/180(T)、333/96(Q)
フラザスルフロン	ESI(-)	406/251(T)、406/154(Q)
フルトラニル	ESI(+)	324/242(T)、324/262(Q)
プロピコナゾール	ESI(+)	342/159(T)、344/161(Q)
プロピザミド	ESI(+)	256/190(T)、258/192(Q)

ペンシクロン	ESI(+)	329/125(T)、329/89(Q)
--------	--------	----------------------

測定対象成分名	イオン化法	測定質量数
ベンスリド	ESI(-)	396/213(T)、396/111(Q)
ペンディメタリン	ESI(+)	282/212(T)、282/194(Q)
ボスカリド	ESI(-)	341/112(T)、343/112(Q)
メコプロップ	ESI(-)	213/141(T)、215/143(Q)
メタラキシル	ESI(+)	280/220(T)、280/192(Q)
メプロニル	ESI(+)	270/119(T)、270/91(Q)

2) ガスクロマトグラフ質量分析計操作条件

カラム：内径0.2～0.3mm、長さ10～30mの熔融シリカ製の管の内面に5%フェニルメチルポリシロキサンを0.1～0.25 μ mの厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

キャリアーガス：ヘリウムガスを用い、内径0.2～0.3mmのカラムに対して線速度を毎秒20～40cmとする。

試料導入部温度：スプリットレス方式の場合は200～250℃

カラム槽昇温プログラム：50℃で2分保ち、50～280℃の範囲で毎分20℃の昇温を行い12分間維持する。

インターフェース温度：200～270℃

イオン源温度：150℃以上

イオン化法：EI

設定質量数：表2参照（T：定量イオン、Q：確認イオン）

感度：各成分の0.01ngが十分確認できるように感度を調整する。

表2

測定対象成分名	測定質量数
エトフェンプロックス	163(T)、135(Q)
キャプタン	79(T)、149(Q)
シラフルオフェン	179(T)、286(Q)
ナプロパミド	72(T)、128(Q)
ピリダフェンチオン	340(T)、199(Q)
ペルメトリン	183(T)、163(Q)

(5) 検量線の作成

1) 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計測定用

液体クロマトグラフタンデム型質量分析計測定用混合標準原液より0.0002～0.04mg/Lの水及びメタノールの混液（1：1）溶液を数点調製し、それぞれ5 μ Lずつ液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

2) ガスクロマトグラフ質量分析計測定用

ガスクロマトグラフ質量分析計測定用混合標準原液より0.005~0.1mg/Lの0.01%ポリエチレングリコール含有アセトン及びヘキサンの混液(1:1)溶液を数点調製し、それぞれ2 μ Lずつガスクロマトグラフ質量分析計に注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

1) 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計測定対象成分

試験溶液から5 μ Lを取り、液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、(5)1)の検量線により各測定対象成分の重量を求め、これに基づき、試料中の各測定対象成分の濃度を算出する。

ただし、カフェンストロールについては、カフェンストロールの濃度と、カフェンストロール脱カルバモイル体の濃度に1.39を乗じてカフェンストロールの濃度に換算したものとを和し、試料中のカフェンストロールの濃度を算出する。チアメトキサムについては、チアメトキサムの濃度と、クロチアニジンの濃度に1.17を乗じてチアメトキサムの濃度に換算したものとを和し、試料中のチアメトキサムの濃度を算出する。トリフルミゾールについては、トリフルミゾールの濃度と、トリフルミゾール代謝物の濃度に1.17を乗じてトリフルミゾールの濃度に換算したものとを和し、試料中のトリフルミゾールの濃度を算出する。

2) ガスクロマトグラフ質量分析計測定対象成分

試験溶液から2 μ Lを取り、ガスクロマトグラフ質量分析計に注入し、(5)2)の検量線により各測定対象成分の重量を求め、これに基づき、試料中の各測定対象成分の濃度を算出する。

(7) 注意事項

トリフルミゾールは光分解し易いため、試験に用いるガラス器具は褐色のものを使用する。

2 イソキサチオン、イソプロチオラン、イプロジオン、キャプタン、クロルピリホス、クロロタロニル、ジチオピル、シマジン、ダイアジノン、テルブカルブ、トリクロピル（トリクロピルブトキシエチル）、トルクロホスメチル、ナプロパミド、ピリダフェンチオン、フェニトロチオン、ブタミホス、フルトラニル、プロピコナゾール、プロピザミド、ペンシクロン、ベンスリド、ペンディメタリン、メタラキシル及びメプロニルの測定方法

(1) 装置 ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル アセトニトリル（特級）

アセトン アセトン（特級）

塩酸 塩酸（特級）

ジエチレングリコール ジエチレングリコール（純度98%以上のもの）

水酸化ナトリウム 水酸化ナトリウム（特級）

水：蒸留水又は精製水

固相抽出カラム 内径9mm、長さ60mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用C₁₈シリカゲル（シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたもの）500mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの（以下「C₁₈シリカゲルミニカラム」という。）及び内径10mm、長さ20mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用活性炭（粒径70~100μm）400mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの（以下「活性炭カラム」という。）

イソキサチオン標準原液（1000mg/L） 全量フラスコ100mLにイソキサチオン標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

イソプロチオラン標準原液（1000mg/L） 全量フラスコ100mLにイソプロチオラン標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

イプロジオン標準原液（1000mg/L） 全量フラスコ100mLにイプロジオン標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

キャプタン標準原液（1000mg/L） 全量フラスコ100mLにキャプタン標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

クロルピリホス標準原液（1000mg/L） 全量フラスコ100mLにクロルピリホス標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

クロロタロニル標準原液（1000mg/L） 全量フラスコ100mLにクロロタロニル標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

ジチオピル標準原液（1000mg/L） 全量フラスコ100mLにジチオピル標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

シマジン標準原液（1000mg/L） 全量フラスコ100mLにシマジン標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

ダイアジノン標準原液（1000mg/L） 全量フラスコ100mLにダイアジノン標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

テルブカルブ標準原液（1000mg/L） 全量フラスコ100mLにテルブカルブ標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

トリクロピルエステル体標準原液（1000mg/L） 全量フラスコ100mLにトリクロピルエステル体標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

トルクロホスメチル標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにトルクロホスメチル標準品0.1gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

ナプロパミド標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにナプロパミド標準品0.1gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

ピリダフェンチオン標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにピリダフェンチオン標準品0.1gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

フェニトロチオン標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにフェニトロチオン標準品0.1gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

ブタミホス標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにブタミホス標準品0.1gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

フルトラニル標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにフルトラニル標準品0.1gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

プロピコナゾール標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにプロピコナゾール標準品0.1gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

プロピザミド標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにプロピザミド標準品0.1gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

ペンシクロン標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにペンシクロン標準品0.1gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

ベンスリド標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにベンスリド標準品0.1gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

ペンディメタリン標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにペンディメタリン標準品0.1gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

メプロニル標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにメプロニル標準品0.1gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

メタラキシル標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにメタラキシル標準品0.1gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

混合標準原液 (イソキサチオン、イソプロチオラン、イプロジオン、キャプタン、クロルピリホス、クロロタロニル、ジチオピル、シマジン、ダイアジノン、テルブカルブ、トリクロピルエステル体、トルクロホスメチル、ナプロパミド、ピリダフェンチオン、フェニトロチオン、ブタミホス、フルトラニル、プロピコナゾール、プロピザミド、ペンシクロン、ベンスリド、ペンディメタリン、メタラキシル、メプロニルそれぞれ10mg/L)

全量フラスコ100mLに各標準原液1mLを取り、アセトンで標線まで加えたもの

(3) 試験溶液の調製

試料200mLを500mLの三角フラスコに量り取り、0.1mol/L塩酸又は0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液を加え、pHを7に調整する。あらかじめC₁₈シリカゲルミニカラムにアセトニトリル5mL、アセトン5mL次いで水5mLを流し入れ、活性炭カラムにメタノール5mL、1mol/L塩酸30mL、次いで水10mLを流し入れ洗浄しておく。C₁₈シリカゲルミニカラムの下に活性炭カラムを連結し、pHを調整した試料を毎分10~20mLの流速で流し入れ、次いで水10mLを流し、流出液を捨てた後、約10分間吸引を続け水分を除去する。次に連結した固相抽出カラムを分離する。アセトン10mLで試料が入っていた容器の内壁を洗い、その洗液でC₁₈シリカゲルミニカラムを展開する。次いでアセトニトリル5mL

LでC₁₈シリカゲルミニカラムを展開する。全溶出液を100mLのナス型フラスコに取り、2%ジエチレングリコールアセトン溶液0.5mLを加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で約1mLまで溶媒を留去し、窒素ガス気流下で乾固する。この残留物にアセトン2mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) 測定機器の操作条件

カラム 内径0.2～約0.7mm、長さ10～30mの溶融シリカ製の管の内面にメチルポリシロキサンを0.1～1.5μmの厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

キャリアーガス 高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、内径0.2～約0.7mmのカラムに対して線速度を毎秒20～40cmとする。

試料導入部温度 スプリットレス方式の場合は200～270℃、コールドオンカラム方式の場合は50～100℃

カラム槽昇温プログラム 50℃で2分保ち、50～約280℃の範囲で毎分10℃の昇温を行う。

インターフェース部温度 200～270℃

イオン源温度 150℃以上

測定質量数 以下のとおり。

化合物名	測定質量数
イソキサチオン	105、 177、 313
イソプロチオラン	118、 162、 189
イプロジオン	314、 316、 187
キャプタン	79、 149、 117
クロルピリホス	197、 199、 314
クロロタロニル	266、 264、 268
ジチオピル	354、 286、 306
シマジン	201、 186、 173
ダイアジノン	137、 179、 304
テルブカルブ	205、 220
トリクロピルブトキシエチル	85、 182、 210
トルクロホスメチル	265、 267、 125
ナプロパミド	72、 128、 271
ピリダフェンチオン	97、 340、 199
フェニトロチオン	125、 109、 277
ブタミホス	286、 200、 232
フルトラニル	173、 145、 281
プロピコナゾール	259、 173、 191
プロピザミド	173、 175、 145
ペンシクロン	125、 180、 127
ベンスリド	77、 131、 141
ペンディメタリン	252、 162、 191
メタラキシル	206、 132、 160
メプロニル	119、 91、 269

感度 各分析対象農薬のそれぞれ0.2ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

混合標準原液1~20mLを全量フラスコ100mLに段階的に取り、それぞれアセトンを標線まで加える。この混合標準液を2 μ Lずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し分析対象農薬の検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から2 μ Lを取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線により重量を求め、これに基づき、試料中の各分析対象農薬の濃度を算出する。

ただし、トリクロピルについては1で求めたトリクロピルブトキシエチルの濃度に係数0.72を乗じてトリクロピルの濃度に換算したものと、5で求めたトリクロピル酸の濃度の値を和し、試料中のトリクロピルの濃度を算出する。

3 アセフェート及びトリクロロホンの測定方法

(1) 装置 ガスクロマトグラフ質量分析計又は炎光光度型検出器付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

1 (2)と同様である。ただし、メタノール メタノール（特級）を追加し、標準原液を下記のものに置き換える。

アセフェート標準原液（1000mg/L） 全量フラスコ100mLにアセフェート標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

トリクロロホン標準原液（1000mg/L） 全量フラスコ100mLにトリクロロホン標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

混合標準原液（アセフェート、トリクロロホンそれぞれ10mg/L） 全量フラスコ100mLに各標準原液1mLを取り、アセトンを標線まで加えたもの

(3) 試験溶液の調製

1 (3)でC₁₈シリカゲルミニカラムと分離した活性炭カラムをメタノール30mLで展開し、溶出液を100mLのナス型フラスコに取り、2%ジエチレングリコールアセトン溶液0.5mLを加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で約1mLまで溶媒を留去し、窒素ガス気流下で乾固する。この残留物にアセトン2mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) 測定機器の操作条件

ガスクロマトグラフ部

カラム 内径0.2～約0.7mm、長さ10～30mの溶融シリカ製の管の内面にポリエチレングリコール20Mを0.1～1.5μmの厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

キャリアーガス 高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、内径0.2～約0.7mmのカラムに対して線速度を毎秒20～40cmとする。

試料導入部温度 スプリットレス注入方式の場合は200～270℃、コールドオンカラム方式の場合は50～100℃

カラム槽昇温プログラム 50℃で2分保ち、50～約280℃の範囲で毎分2～20℃の昇温を行う。

検出部

1) 質量分析計インターフェース部温度 200～270℃

イオン源温度 150℃以上

測定質量数 アセフェートの場合は136、94、183、トリクロロホンの場合は79、109、145

感度 アセフェート及びトリクロロホンのそれぞれ0.2ngが十分確認できるように感度を調整する。

2) 炎光光度型検出器

炎光光度型検出器のフィルター リン用干渉フィルター（波長526nm）を用いる。

検出器温度 280℃

ガス流量 キャリヤーガスとして窒素ガスを用い、トリクロロホンが5～8分に流出するように流量を調整するとともに、水素ガス及び空気の流量を至適条件になるように調整する。

(5) 検量線の作成

混合標準原液1～20mLを100mLのメスフラスコに段階的に取り、それぞれアセトンを標線まで加える。この混合標準液を2μLずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し分析対象農薬の検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から $2\mu\text{L}$ を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線により重量を求め、これに基づき、試料中のアセフェート及びトリクロルホンの濃度を算出する。

ただし、アセフェートについては、2で求めたアセフェートの濃度の値と4で求めたメタミドホスの濃度の値に係数1.30を乗じてアセフェートの濃度に換算したものを和し、試料中のアセフェート濃度を算出する。

4 エトリジアゾール、クロロネブ、ピリブチカルブ及びベンフルラリンの測定方法

(1) 装置 ガスクロマトグラフ質量分析計又はアルカリ熱イオン型検出器、高感度窒素・リン検出器若しくは電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトン、酢酸エチル それぞれ、300mLをすり合わせ減圧濃縮器を用いて5mLに濃縮し、その5 μ Lをガスクロマトグラフに注入したとき、ガスクロマトグラム上の当該物質が示すピーク以外のピークの高さが 2×10^{-11} gの γ -BHCが示すピークの高さ以下であるもの。ただし、ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる場合には、それぞれ試薬特級を用いてもよい。

塩化ナトリウム 塩化ナトリウム (特級)

塩酸 塩酸 (特級)

ジエチレングリコール ジエチレングリコール (純度98%以上のもの)

エトリジアゾール標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにエトリジアゾール標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

クロロネブ標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにクロロネブ標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

ピリブチカルブ標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにピリブチカルブ標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

ベンフルラリン標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにベンフルラリン標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

混合標準原液 (エトリジアゾール、クロロネブ、ピリブチカルブ、ベンフルラリンそれぞれ10mg/L) 全量フラスコ100mLに各標準原液1mLを取り、アセトンを標線まで加えたもの

(3) 試験溶液の調製

試料200mLを500mLの三角フラスコに量り取り、0.1mol/L塩酸又は0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液を加え、pHを7に調整する。この溶液を500mLの分液漏斗に移し、塩化ナトリウム10g及び酢酸エチル50mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、酢酸エチル層を分取する。残った水層についても、酢酸エチル50mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全酢酸エチル層を300mLの三角フラスコに合わせ、無水硫酸ナトリウム20gを加え、時々振り混ぜながら30分間放置した後、300mLのナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコを酢酸エチル20mLで洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、2%ジエチレングリコール・アセトン溶液0.5mLを加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40°C以下で1mLに濃縮し、室温で窒素ガスを通じて溶媒を留去する。この残留物にアセトン2mL (電子捕獲型検出器を用いる場合は20mL) を加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) 測定機器の操作条件

ガスクロマトグラフ部

カラム 内径0.2~約0.7mm、長さ10~30mの熔融シリカ製の管の内面に50%フェニルメチルポリシロキサンを0.1~1.5 μ mの厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

キャリアーガス 高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、内径0.2~約0.7mmのカラムに対して線速度を毎秒20~40cmとする。

試料導入部温度 スプリットレス方式の場合は200~270°C、コールドオンカラム方式の場合は5

0～約100℃

カラム槽昇温プログラム 50℃で2分保ち、50～約280℃の範囲で毎分2～20℃の昇温を行う。

検出部

1) 質量分析計

インターフェース部温度 200～270℃

イオン源温度 150℃以上

測定質量数 エトリジアゾールの場合は211、183、213、クロロネブの場合は191、193、206、
ピリブチカルブの場合は165、108、181、ベンフルラリンの場合は292、264、276

感度 それぞれの0.2ngが十分確認できるように感度を調整する。

2) 電子捕獲型検出器

検出器温度 280～300℃

ガス流量 追加ガスとして高純度窒素ガスを用い、流量を至適条件になるように調整する。

感度 それぞれの0.02ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

混合標準原液1～20mLを100mLのメスフラスコに段階的に取り、それぞれアセトンで標線まで加える。この混合標準液を2μLずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し各分析対象農薬の検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から2μLを取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線により重量を求め、これに基づき、試料中の各分析対象農薬の濃度を算出する。

5 メタミドホスの測定方法

(1) 装置 ガスクロマトグラフ質量分析計又は炎光光度型検出器付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトン アセトン（特級）

メタミドホス標準原液（1000mg/L） 全量フラスコ100mLにメタミドホス標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

メタミドホス標準液（10mg/L） メタミドホス標準原液1mLを全量フラスコ100mLに取り、アセトンを標線まで加えたもの

(3) 試験溶液の調製

試料200mLを500mLのナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて50℃以下で水を留去する。この残留物にアセトン2mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) 測定機器の操作条件

ガスクロマトグラフ部

カラム 内径0.2～約0.7mm、長さ10～30mの溶融シリカ製の管の内面に50%フェニルメチルポリシロキサンを0.1～1.5 μ mの厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

キャリアーガス 高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、内径0.2～約0.7mmのカラムに対して線速度を毎秒20～40cmとする。

試料導入部温度 スプリットレス注入方式の場合は150℃、コールドオンカラム方式の場合は50～100℃

カラム槽昇温プログラム 50℃で2分保ち、50～約280℃の範囲で毎分2～20℃の昇温を行う。

検出部

1) 質量分析計

インターフェース部温度 200～270℃

イオン源温度 150℃以上

測定質量数 94、95、141

感度 メタミドホスの0.2ngが十分確認できるように感度を調整する。

2) 炎光光度型検出器

炎光光度型検出器のフィルター リン用干渉フィルター（波長526nm）を用いる。

検出器温度 280℃

ガス流量 キャリヤーガスとして窒素ガスを用い、メタミドホスが5～8分に流出するように流量を調整するとともに、水素ガス及び空気の流量を至適条件になるように調整する。

(5) 検量線の作成

標準液1～20mLを全量フラスコ100mLに段階的に取り、それぞれアセトンを標線まで加える。この混合標準液を2 μ Lずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定しメタミドホスの検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から2 μ Lを取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線により重量を求め、これに基づき、試料中のメタミドホスの濃度を算出する。

6 アシュラム、アゾキシストロビン、イソキサベン、オキシシン銅、シデュロン、チウラム、トリクロピル酸、ハロスルフロンメチル、フラザスルフロン及びメコプロップの測定方法

(1) 装置 紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル アセトニトリル (特級)

アセトン アセトン (特級)

クロロホルム クロロホルム (特級)

ジエチレングリコール ジエチレングリコール (純度98%以上のもの)

水酸化カリウム 水酸化カリウム (特級)

リン酸 リン酸 (特級)

水：蒸留水又は精製水

固相抽出カラム 内径10mm、長さ10mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用スチレンジビニルベンゼン共重合体 (ポリスチレン系ゲル、粒径50 μ m) 265mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

0.01mg/Lリン酸緩衝液 1mg/Lリン酸10mLに水約950mLを加えた後、10mg/L水酸化カリウム溶液を加えてpHを3.3に調整し、水を加えて1Lとしたもの

アシュラム標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにアシュラム標準品0.1gを量り取り、アセトニトリルを標線まで加えたもの

アゾキシストロビン標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにアゾキシストロビン標準品0.1gを量り取り、アセトニトリルを標線まで加えたもの

オキシシン銅標準原液 (200mg/L) 全量フラスコ100mLにオキシシン銅標準品0.02gを量り取り、クロロホルムを標線まで加えたもの

シデュロン標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにシデュロン標準品0.1gを量り取り、アセトニトリルを標線まで加えたもの

チウラム標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにチウラム標準品0.1gを量り取り、クロロホルムを標線まで加えたもの

トリクロピル酸標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにトリクロピル酸標準品0.1gを量り取り、アセトニトリルを標線まで加えたもの

ハロスルフロンメチル標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにハロスルフロンメチル標準品0.1gを量り取り、アセトニトリルを標線まで加えたもの

フラザスルフロン標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにフラザスルフロン標準品0.1gを量り取り、アセトニトリルを標線まで加えたもの

メコプロップ標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにメコプロップ標準品0.1gを量り取り、アセトニトリルを標線まで加えたもの

混合標準原液 (アシュラム、アゾキシストロビン、オキシシン銅、シデュロン、チウラム、トリクロピル酸、ハロスルフロンメチル、フラザスルフロン及びメコプロップそれぞれ25mg/L)

全量フラスコ100mLにオキシシン銅標準原液12.5mL及びその他の標準原液各2.5mLを取り、アセトニトリルを標線まで加えたもの

(3) 試験溶液の調製

試料250mLを1Lの三角フラスコに量り取り、0.1mg/L塩酸を加え、pHを3.5に調整する。

あらかじめ固相抽出カラムにアセトニトリル5mL次いで水5mLを流し入れ洗浄しておく。これにpHを調整した試料を毎分10～20mLの流速で流し入れ、次いで水10mLを流し、流出液を捨てた後、約10分間吸引を続け水分を除去する。アセトニトリル5mLで展開し、溶出液を100mLのナス型フラスコに取り、2%ジエチレングリコールアセトン溶液0.5mLを加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で約1mLまで溶媒を留去し、窒素ガス気流下で乾固する。この残留物に水及びアセトニトリルの混液（13:7）2mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) 高速液体クロマトグラフの操作条件

充てん剤 シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを用いる。

カラム 内径2～6mm、長さ15～30cmのステンレス管を用いる。

溶離液 0.01mg/Lリン酸緩衝液及びアセトニトリルの混液（13:7）を用いる。

検出器 アシュラムが流出するときは波長270nmで測定し、アゾキシストロビンが流出するときは波長235nmで測定し、オキシシン銅又はフラザスルフロンが流出するときは波長240nmで測定し、シデュロンが流出するときは波長255nmで測定し、トリクロピル酸、チウラム及びメコプロップが流出するときは波長230nmで測定し、ハロスルフロンメチルが流出するときは波長245nmで測定する。

感度 各分析対象農薬のそれぞれ5ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

混合標準原液0.5～10mLを全量フラスコ100mLに段階的に取り、それぞれ水及びアセトニトリルの混液（13:7）を標線まで加える。この混合標準液を40μLずつ高速液体クロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し各分析対象農薬の検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から40μLを取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線により重量を求め、これに基づき、試料中の各分析対象農薬の濃度を算出する。