

(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について」(平成2年5月24日付け環水土第77号水質保全局長通知)の一部を次のように改正する。

別表を次のように改める。

農 薬 名	指針値 (mg / L)
(殺虫剤)	
アセフェート	0.8
イソキサチオン	0.08
イソフェンホス	0.01
エトフェンプロックス	0.8
クロルピリホス	0.04
ダイアジノン	0.05
チオジカルブ	0.8
トリクロルホン (DEP)	0.3
ピリダフェンチオン	0.02
フェニトロチオン (MEP)	0.03
(殺菌剤)	
アゾキシストロピン	5
イソプロチオラン	0.4
イプロジオン	3
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
チウラム (チラム)	0.06
トリクロホスメチル	0.8
フルトラニル	2
プロピコナゾール	0.5
ペンシクロン	0.4
ホセチル	23
ポリカーバメート	0.3
メタラキシル	0.5
メプロニル	1

(除草剤)	
アシュラム	2
ジチオピル	0 . 0 8
シデュロン	3
シマジン (C A T)	0 . 0 3
テルブカルブ (M B P M C)	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	0 . 3
ピリプチカルブ	0 . 2
ブタミホス	0 . 0 4
フラザスルフロン	0 . 3
プロピザミド	0 . 0 8
ベンスリド (S A P)	1
ペンディメタリン	0 . 5
ベンフルラリン (ベスロジン)	0 . 8
メコプロップ (M C P P)	0 . 0 5
メチルダイムロン	0 . 3

別添を次のように改める。

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（ F P D、 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 2 cm のカラムに 2 0 ml 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 2 5 0 ml を 5 0 0 ml 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 5 0 以下で 2 0 ml に濃縮する。これに、塩化ナトリウム 5 g 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を加えて溶かし、1ml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

分離管：内径0.2～約0.7mm、長さ5～15m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0.1～1.5 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の分離管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

分離管槽昇温プログラム：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) 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：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/1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、縦軸にピーク高、横軸に重量を取って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

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、次いで蒸留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。ヘキサンを用い10mlに定容する。

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。これに先の定容液の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。アセトンを用い4mlに定容し、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0.2 ng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 μg/mlのアセトン溶液を数点調製し、それを4 μlずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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. イソフェンホス

(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(FID)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

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6 M塩酸で2時間還流して洗い、次いで蒸留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。

イソフェンホス標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料200 mlをメスシリンダーに取り、500 mlの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム10 g、酢酸エチル及びヘキサンの混液(1:1)50 ml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200 ml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)50 ml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20～30 g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、200 mlのナス型フラスコに受ける。10～20 ml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1～2 ml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。アセトンを用い4 mlに定容し、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2～3 mm、長さ100～150 cm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、イソフェン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：イソフェンホスの0.2 ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

イソフェンホス標準品より0.05～1.0 µg/mlのアセトン溶液を数点調製し、それを4 µlずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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フェンホスの重量を求め、これに基づき試料中のイソフェンホス濃度を算出する。

4. 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

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200 mlを500 mlの分液漏斗に量り取り、塩化ナトリウム10 g及びヘキサン100 ml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100 ml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300 ml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 gを加え、時々振り混ぜながら30分間放置した後、300 mlのナス型フラスコ中に入過する。使用した三角フラスコをヘキサン20 mlで洗い、その洗液で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）を加えて溶かし、2 mlとして試験溶液とする。

(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

分離管：内径0.2～約0.7 mm、長さ10～30 m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 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、コールドオンカラム方式の場合は50～100

分離管槽昇温プログラム：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0.7 mmの分離管に対して線速度を毎秒20～40 cm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。

分離管：内径2～6mm、長さ15～30cmのステンレス管を用いる。

分離管槽温度：40

溶離液：メタノール及び蒸留水の混液(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2μlずつガスクロマトグラフ質量分析計に注入し、縦軸にピーク高、横軸に重量を取って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20μlずつ高速液体クロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高、横軸に重量を取って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2μlを、高速液体クロマトグラフを用いる場合は20μl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。

5. 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

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、次いで蒸留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 200 ml をメスシリンダーに取り、500 ml の分液漏斗に移す。塩化ナトリウム 10 g、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1 : 1) 50 ml 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 200 ml 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) 50 ml 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 ~ 30 g 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、200 ml のナス型フラスコに受ける。10 ~ 20 ml 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 ~ 2 ml 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。アセトンを用い 4 ml に定容し、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 ~ 3 mm、長さ 100 ~ 150 cm 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 0.2 ng 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 µg/ml のアセトン溶液を数点調製し、それを 4 µl ずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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。

6. 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

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 6 M 塩酸で 2 時間還流して洗い、次いで蒸留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 200 ml をメスシリンダーに取り、500 ml の分液漏斗に移す。塩化ナトリウム 10 g、

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。アセトンを用い4mlに定容し、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0.05~1.0µg/mlのアセトン溶液を数点調製し、それを4µlずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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。

7. 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蛍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

I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入過する。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入過する。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を加えて溶かし、2ml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

分離管：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。

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の分離管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

分離管槽昇温プログラム：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2μlずつガスクロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高、横軸に重量を取ってメチル 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。

8. 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

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、次いで蒸留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。アセトンを用い2mlに定容し、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0.4 ng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0.1～2.0 µg/mlのアセトン溶液を数点調製し、それを4 µlずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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。

9. 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

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6 M塩酸で2時間還流して洗い、次いで蒸留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200 mlをメスシリンダーに取り、500 mlの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム10 g、酢酸エチル及びヘキサンの混液(1:1)50 ml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200 ml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)50 ml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20～30 g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、200 mlのナス型フラスコに受ける。10～20 ml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1～2 ml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。アセトンを用い2 mlに定容し、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2～3 mm、長さ100～150 cm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0.4 ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(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 µg/mlのアセトン溶液を数点調製し、それを4 µlずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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。

10. 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

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6 M塩酸で2時間還流して洗い、次いで蒸留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。アセトンを用い2mlに定容し、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 µg/mlのアセトン溶液を数点調製し、それを4 µlずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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。

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

ケイ酸マグネシウムミニカラム：内径10 mm、長さ25 mm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900 mg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10 mm、長さ10 mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用スチレンジニルベンゼン共重合体（ポリスチレン系ゲル、粒径50 µm）265 mg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200 mlを500 mlの分液漏斗に量り取り、塩化ナトリウム10 g及び酢酸エチル50 ml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50 ml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300 ml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 gを加え、時々振り混ぜながら30分間放置した後、300 ml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20 ml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（9：1）5 mlを加えて溶かす。

あらかじめ、ケイ酸マグネシウムミニカラムにヘキサン5 ml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）30 ml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）20 ml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。この残留物にアセトニトリル及び蒸留水の混液（1：1）を加えて溶かし、4 mlとして試験溶液とする。

B法 固相抽出法

試料 200 ml を、あらかじめアセトン 5 ml、次いで蒸留水 5 ml を流し入れ洗浄した固相抽出カラムに毎分 10 ~ 20 ml の流速で流し入れ、次いで蒸留水 10 ml 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 5 ml で展開し、溶出液を 50 ml 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。

分離管：内径 2 ~ 6 mm、長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管を用いる。

分離管槽温度：40

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

検出器：波長 235 nm で測定する。

感度：アゾキシストロピンの 1 ng 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

アゾキシストロピン標準品より 500 mg / 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蒸留水の混液 (1 : 1) で希釈して 0.05 ~ 1 mg / l 溶液を数点調製し、それぞれを 20 µl ずつ高速液体クロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高、横軸に重量を取ってアゾキシストロピンの検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から 20 µl 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ピンの重量を求め、これに基づき、試料中のアゾキシストロピ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 度 16 時間活性化後、放冷したもの

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 6 M 塩酸で 2 時間還流して洗い、次いで蒸留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 400 ml をメスシリンダーに取り、500 ml の分液漏斗に移す。塩化ナトリウム 20 g、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1 : 1) 50 ml 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 200 ml 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) 50 ml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20~30 g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、200 mlのナス型フラスコに受ける。10~20 ml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1~2 ml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。ヘキサンを用い10 mlに定容する。

ウ カラムクロマトグラフィー

ケイ酸マグネシウム5 gを内径1.5 cm、長さ30 cmのクロマト管にヘキサンの湿式法で充填し、無水硫酸ナトリウム約4 gを積層する。これに先の定容液の5 ml(試料200 ml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50 mlを流下させイソプロチオランを溶出させ、200 ml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1~2 ml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。ヘキサンを用い20 mlに定容し、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2~3 mm、長さ100~200 cm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0.02 ng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 µg/mlのヘキサン溶液を数点調製し、それを2 µlずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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

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6 M塩酸で2時間還流して洗い、次いで蒸留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、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。ヘキサンを用い10mlに定容する。

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。これに先の定容液の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、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。アセトンを用い4mlに定容し、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0.05~1.0µg/mlのアセトン溶液を数点調製し、それを4µlずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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。

14. 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 - 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を充てんしたものの又はこれと同等の性能を有するもの

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に蒸留水を加えて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に蒸留水を加えて1lとしたもの

発蛍光液：ニンヒドリン3gに蒸留水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を蒸留水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

蒸留水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、蒸留水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及び蒸留水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）を加えて溶かし、2mlと

して試験溶液とする。

(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。

分離管：内径2～6mm、長さ15～30cmのステンレス管を用いる。

分離管槽温度：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：イミノクタジン酢酸塩の1ng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500mg/lのアセトニトリル溶液を調製し、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0.05～1mg/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、縦軸にピーク高、横軸に重量を取ってイミノクタジン酢酸塩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酢酸塩の重量を求め、これに係数0.66を乗じてイミノクタジンの重量に換算し、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

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、次いで蒸留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。ヘキサンを用い10mlに定容する。

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填し、無水硫酸ナトリウム約4gを積層する。これに先の定容液の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。ヘキサンを用い20mlに定容し、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0.01～0.2μg/mlのヘキサン溶液を数点調製し、それを2μlずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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
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。蒸留水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。メタノールを用い2mlに定容し、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

カラム充填剤：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：オキシ銅の10ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

オキシ銅標準品より0.5~10 μ g/mlのメタノール溶液を数点調製し、それを20 μ lずつ、高速液体クロマトグラフに注入し、それぞれの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銅の重量を求め、これに基づき試料中のオキシ銅濃度を算出する。

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、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。ヘキサンを用い10mlに定容する。

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。これに先の定容液の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、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。ヘキサンを用い20mlに定容し、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、それを2 μ lずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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

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、次いで蒸留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、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。ヘキサンを用い10mlに定容する。

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。これに先の定容液の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、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。ヘキサンを用い20mlに定容し、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0.01~0.2µg/mlのヘキサン溶液を数点調製し、それを2µlずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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

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、次いで蒸留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。ヘキサンを用い10mlに定容する。

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填し、無水硫酸ナトリウム約4gを積層する。これに先の定容液の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。ヘキサンを用い20mlに定容し、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0.01～0.2μg/mlのヘキサン溶液を数点調製し、それを2μlずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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

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、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。アセトニトリルを用い2mlに定容し、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2 ng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0.1～2 µg/mlのアセトニトリル溶液を数点調製し、それを20 µlずつ、高速液体クロマトグラフに注入し、それぞれの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 µl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。

2.1. 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

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6 M塩酸で2時間還流して洗い、次いで蒸留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200 mlをメスシリンダーに取り、500 mlの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム20 g、酢酸エチル及びヘキサンの混液（1：1）50 ml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200 ml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）50 ml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20～30 g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、200 mlのナス型フラスコに受ける。10～20 ml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1～2 ml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。アセトンを用い2 mlに定容し、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2～3 mm、長さ100～150 cm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0.4 ngが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

トルクロホスメチル標準品より0.1～2 µg/mlのアセトン溶液を数点調製し、それを4 µlずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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。

2.2. 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(FID)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

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、次いで蒸留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、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。ヘキサンを用い10mlに定容する。

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填し、無水硫酸ナトリウム約4gを積層する。これに先の定容液の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、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。アセトンを用い4mlに定容し、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0.05~1.0µg/mlのアセトン溶液を数点調製し、それを4µlずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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。

2.3. 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

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 20 g を加え、時々振り混ぜながら 30 分間放置した後、500 ml 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 20 ml 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) 5 ml を加えて溶かす。

あらかじめ、ケイ酸マグネシウムミニカラムにヘキサン 5 ml 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) 10 ml 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) 20 ml 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。この残留物にアセトンを加えて溶かし、2 ml として試験溶液とする。

B法 固相抽出法

試料 200 ml を、あらかじめアセトニトリル 5 ml、次いで蒸留水 5 ml を流し入れ洗浄した固相抽出カラムに毎分 10 ~ 20 ml の流速で流し入れ、蒸留水 10 ml 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 10 ml 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) 測定機器の操作条件

ガスクロマトグラフ部

分離管：内径 0.2 ~ 約 0.7 mm、長さ 10 ~ 30 m 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

分離管槽昇温プログラム：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 0.7 mm の分離管に対して線速度を毎秒 20 ~ 40 cm 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

イオン源温度：150 以上

測定質量数：259、173、191

感度：プロピコナゾールの 0.1 ng 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

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 0.1 ng 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、それぞれを2μlずつガスクロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高、横軸に重量を取ってプロピコナゾール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。

24. 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(FID)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

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、次いで蒸留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。

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、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。アセトン-ヘキサン(15:85)混液を用い10mlに定容する。

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。これに先の定容液の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、蒸留水約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のヘキサンの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う液に合わせる。減圧濃縮器を用い完全に揮散させる。ヘキサンを用い4mlに定容し、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50μg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0.05～1.0μg/mlの溶液を数点調製し、その4μlをガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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

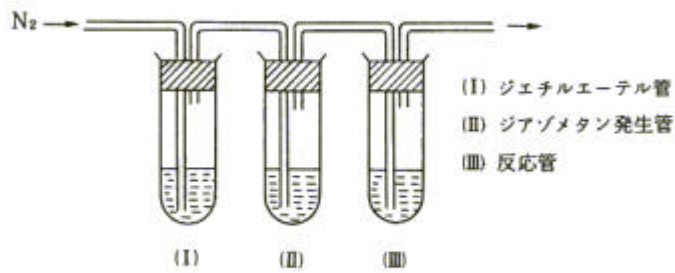
試験溶液から4μlを取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりペンシクロンの重量を求め、これに基づき試料中のペンシクロン濃度を算出する。

25. 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 - N - ニトロソ - 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5 ml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4 ml及び1.0 mol / l水酸化カリウム溶液2 mlを、反応管（別図の (III)）にジエチルエーテル5.0 mlをそれぞれ入れる。N - メチル - N - ニトロソ - 4 - トルエンスルホン酸アミド2 gをジエチルエーテル5 ml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。

ホセチル標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 濃縮

試料1.0 mlを100 mlのナス型フラスコに量り取り、0.01 mol / lしゅう酸1 ml加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で1 mlに濃縮し、この溶液にイソプロピルアルコール5 ml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5 ml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1.0 ml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

分離管：内径0.2 ~ 約0.7 mm、長さ10 ~ 15 mの熔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 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。

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、コールドオンカラム方式の場合は50～100

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

検出器温度：280～300

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の分離管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、蒸留水を加えて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、それぞれを2μlずつガスクロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高、横軸に重量を取ってホセチル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。

26. 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を充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

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15

g 及び L - システイン塩酸塩 1.5 g を加えた後、1.2 mol / 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、0.4 mol / l 硫酸水素テトラブチルアンモニウム 5 ml を加えた後、2 mol / l 塩酸を加えて pH を 7.5 ~ 7.8 に調整し、0.05 mol / 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) 70 ml 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 70 ml 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 300 ml 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 g を加え、時々振り混ぜながら 30 分間放置した後、300 ml 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) 20 ml で洗い、その洗液で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 0.1 g 及び 1% ポリエチレングリコールアセトン溶液 0.5 ml 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。この残留物に蒸留水 5 ml を加えて溶かす。

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 5 ml、次いで蒸留水 5 ml 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、蒸留水 5 ml で展開し、流出液を捨てる。次いでアセトニトリル 5 ml で展開し、溶出液を 50 ml 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 5 ml 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 30 ml で展開し、溶出液を 100 ml のナス型フラスコに取り、L - システイン塩酸塩 0.1 g 及び 1% ポリエチレングリコールアセトン溶液 0.5 ml 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。この残留物に蒸留水及びアセトニトリルの混液 (7 : 3) を加えて溶かし、2 ml として試験溶液とする。

(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。

分離管：内径 2 ~ 6 mm、長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管を用いる。

分離管槽温度：40

溶離液：蒸留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 270 nm で測定する。

感度：ポリカーバメートの 1 ng 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 2 mg / l の水懸濁液を調製し、この 5 ml を 300 ml の分液漏斗に取り、蒸留水 200 ml、エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム 1.5 g 及び L - システイン塩酸塩 1.5 g を加えた後、1.2 mol / 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、0.4 mol / l 硫酸水素テトラブチルアンモニウム 5 ml を加えた後、2 mol / l 塩酸を加えて pH を 7.5 ~ 7.8 に調整し、0.05 mol / 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) 70 ml 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もろ過する。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。

この残留物を蒸留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、それぞれを20 μ lずつ高速液体クロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高、横軸に重量を取ってポリカーバメート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

27. メタラキシル

(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もろ過する。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を加えて溶かし、1ml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

分離管：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の分離管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

分離管槽昇温プログラム：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、それぞれを2μlずつガスクロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高、横軸に重量を取ってメタラキシル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。

28. 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

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、次いで蒸留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。ヘキサンを用い10mlに定容する。

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。これに先の定容液の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。アセトンを用い4mlに定容し、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0.05~1.0µg/mlのアセトン溶液を数点調製し、それを4µlずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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

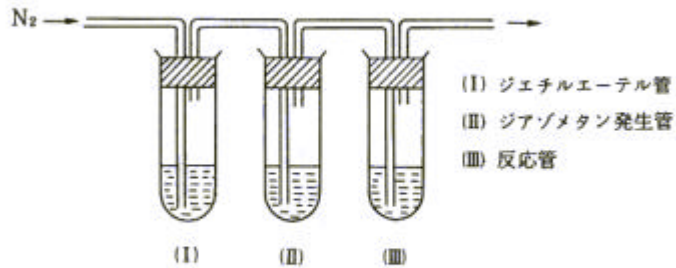
試験溶液から4µlを取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりメプロニルの重量を求め、これに基づき試料中のメプロニル濃度を算出する。

29. 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(FID)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) 試薬試薬

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

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 50 g に水 2 ml 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 にジエチルエーテル 50 ml を入れ、 にカルビトール 6 ml 及び 10 M 水酸化ナトリウム溶液 3 ml を入れ、 にアセトン 50 ml を入れる。次に に P トルエンスルホニル N メチル N ニトロソアミドの 2% ジエチルエーテル溶液 10 ml を入れ、 、 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 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 200 ml をメスシリンダーに取り、500 ml の分液漏斗に移す。2 M 塩酸を用い pH 2 ~ 3 とした後、酢酸エチル 50 ml 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 50 ml 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 200 ml の三角フラスコに合わせ、無水硫酸ナトリウム 20 ~ 30 g 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 200 ml のナス型フラスコに受ける。10 ~ 20 ml 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 ~ 2 ml 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。

イ メチル化

ジアゾメタン アセトン溶液 20 ml 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 ~ 2 ml まで濃縮する。残った溶媒は窒素気流をゆるやかにふきつけ、揮散させる。アセトン ヘキ

サン(15:85)混液を用い10mlに定容する。

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、先の定容液の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気流をゆるやかにふきつけ、完全に揮散させる。メタノールを用い1mlに定容し、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、窒素気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0.1~2.0 μ g/ml溶液を数点調製し、その2 μ lずつをガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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。

30. 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を加えて溶かし、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)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

分離管：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の分離管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

分離管槽昇温プログラム：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0.2～4 mg / 1 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0.002～0.04 mg / 1 アセトン溶液）を数点調製し、それぞれを2 µlずつガスクロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高、横軸に重量を取ってジチオピルの検量線を作成する。

(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。

3.1 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) 試薬試験

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

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

固相抽出カラム：内径10 mm、長さ10 mmのカラムにカラムクロマトグラフィ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 µm）265 mg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200 mlを500 mlの分液漏斗に量り取り、塩化ナトリウム10 g及び酢酸エチル50 ml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50 ml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300 ml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 gを加え、時々振り混ぜながら30分間放置した後、300 ml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20 ml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

この残留物にヘキサン及びアセトンの混液（19：1）5 mlを加えて溶かす。

あらかじめ、ケイ酸マグネシウムミニカラムにヘキサン5 ml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）3 ml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）15 ml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。この残留物にメタノール及び蒸留水の混液（3：2）を加えて溶かし、2 mlと

して試験溶液とする。

B法 固相抽出法

試料200mlを、あらかじめアセトン5ml、次いで蒸留水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、次いで蒸留水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。

分離管：内径2～6mm、長さ15～30cmのステンレス管を用いる。

分離管槽温度：40

溶離液：メタノール及び蒸留水の混液(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蒸留水の混液(3：2)で希釈して0.05～1mg/l溶液を数点調製し、それぞれを20μlずつ高速液体クロマトグラフに注入し、縦軸に2本のピーク面積の合計値、横軸に重量を取ってシデュロ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。

3.2. 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

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、次いで蒸留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。

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。ヘキサンを用い10mlに定容する。

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。これに先の定容液の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。アセトンを用い4mlに定容し、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0.05~1.0µg/mlのアセトン溶液を数点調製し、それを4µlずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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。

3.3. 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

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、次いで蒸留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。

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。ヘキサンを用い10mlに定容する。

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。これに先の定容液の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。アセトンをを用い4mlに定容し、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0.05~1.0µg/mlのアセトン溶液を数点調製し、それを4µlずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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。

34. 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

0.01Mリン酸緩衝液：1Mリン酸10mlに蒸留水約950mlを加え、10M水酸化カリウム溶液を加えてpHを3.3に調整した後蒸留水を加えて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。この残留物に蒸留水及びアセトニトリルの混液(3:2)を加えて溶かし、1mlとして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、アセトンを加えて溶かし、1mlとして、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蒸留水の混液(4:1)を加えて溶かし、1mlとして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。

分離管：内径2~6mm、長さ15~30cmのステンレス管を用いる。

分離管槽温度：40

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

検出器：波長295 nmで測定する。

感度：トリクロピル酸及びトリクロピルプトキシエチルのそれぞれ2 ng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

分離管：内径0.2～約0.7 mm、長さ10～30 m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 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。

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0.7 mmの分離管に対して線速度を毎秒20～40 cm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

分離管槽昇温プログラム：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：トリクロピルプトキシエチルの0.4 ng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

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500 mg / 1 アセトニトリル溶液を調製し、この溶液を蒸留水及びアセトニトリルの混液（3：2）で希釈して0.1～2 mg / 1 溶液を数点調製し、それぞれを20 μlずつ高速液体クロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高、横軸に重量を取ってトリクロピル酸の検量線を作成する。

トリクロピルプ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

トリクロピルプトキシエチル標準品の0.2～4 mg / 1 アセトン溶液を数点調製し、それぞれを20 μlずつガスクロマトグラフ質量分析計に注入し、縦軸にピーク高、横軸に重量を取ってトリクロピルプトキシエチル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

トリクロピルプトキシエチル標準品の500 mg / 1 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蒸留水の混液（4：1）で希釈して0.1～2 mg / 1 溶液を数点調製し、それぞれを20 μlずつ高速液体クロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高、横軸に重量を取ってトリクロピルプトキシエチルの検量線を作成する。

(6) 定量試験

トリクロピル酸の試験溶液から20 μl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 µlを、高速液体クロマトグラフを用いる場合は20 µl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。

35. 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

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、次いで蒸留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。

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、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。ヘキサンを用い10mlに定容する。

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。これに先の定容液の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℃

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。アセトンを用い2mlに定容し、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0.1～2.0μg/mlのアセトン溶液を数点調製し、それを4μlずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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。

36. ハロスルフロメチル

(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、ギ酸、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

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 20 g を加え、時々振り混ぜながら 30 分間放置した後、300 ml 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酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1 : 1) 20 ml 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 5 ml を加えて溶かす。

あらかじめ、NH₂シリカゲルミニカラムに酢酸エチル及びギ酸の混液 (100 : 1) 5 ml 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、酢酸エチル及びギ酸の混液 (100 : 1) 10 ml 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。この残留物にアセトニトリル及び蒸留水の混液 (1 : 1) を加えて溶かし、1 ml として試験溶液とする。

B法 固相抽出法

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

分離管：内径 2 ~ 6 mm、長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管を用いる。

分離管槽温度：40

溶離液：アセトニトリル、蒸留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 245 nm 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 1 ng 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 500 mg / 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蒸留水の混液 (1 : 1) で希釈して 0.05 ~ 1 mg / 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、縦軸にピーク高、横軸に重量を取って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。

37. ピリプチカルブ

(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
ピリプチカルブ標準品

(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を加えて溶かす。

ウ カラムクロマトグラフィ

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を加えて溶かし、4ml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

分離管：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。

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の分離管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

分離管槽昇温プログラム：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0.05 ng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0.05 ng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0.025～0.5 mg/lヘキサン溶液を数点調製し、それぞれを2 µlずつガスクロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高、横軸に重量を取ってピリブチカルブの検量線を作成する。

(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。

38. ブタミホス

(1) 装置

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、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

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6 M塩酸で2時間還流して洗い、次いで蒸留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200 mlをメスシリンダーに取り、500 mlの分液漏斗に移す。塩化ナトリウム20 g、酢酸エチル50 ml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200 mlの三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル50 ml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20～30 g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、200 mlのナス型フラスコに受ける。10～20 ml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 mmの水浴で酢酸エチルを1～2 ml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。アセトンを用い2 mlに定容し、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2～3 mm、長さ100～150 cm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 0.4 ng 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 µg/ml のアセトン溶液を数点調製し、それを 4 µl ずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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。

39. 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

アルミナミニカラム：内径 10 mm、長さ 25 mm のカラムにカラムクロマトグラフィー用中性アルミナ 1710 mg 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 10 mm、長さ 25 mm 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 µm）265 mg 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 200 ml を 500 ml の分液漏斗に量り取り、6 mol/l 塩酸 2 ml、塩化ナトリウム 10 g 及び酢酸エチル 50 ml 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 50 ml 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 300 ml 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 g を加え、時々振り混ぜながら 30 分間放置した後、300 ml 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 20 ml 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 1 ml 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蒸留水の混液（4：1）5 ml を加えて溶かす。

あらかじめ、アルミナミニカラムにアセトニトリル 5 ml 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蒸留水の混液（4：1）20 ml で展開し、溶出液を 50 ml 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 1

ml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蒸留水の混液(3:2)を加えて溶かし、2mlとして試験溶液とする。

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、次いで蒸留水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。

分離管：内径2~6mm、長さ15~30cmのステンレス管を用いる。

分離管槽温度：40

溶離液：アセトニトリル、蒸留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

フラザスルフィン標準品より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蒸留水の混液(3:2)で希釈して0.05~1mg/l溶液を数点調製し、それぞれを20μlずつ高速液体クロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高、横軸に重量を取ってフラザスルフロ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。

40. 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

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、次いで蒸留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。

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

(4) 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。ヘキサンを用い10mlに定容する。

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。これに先の定容液の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、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。ヘキサンを用い20mlに定容し、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0.01~0.2µg/mlのヘキサン溶液を数点調製し、それを2µlずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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。

4.1. 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(FID)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

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、次いで蒸留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。ヘキサンを用い10mlに定容する。

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。これに先の定容液の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。アセトンを用い4mlに定容し、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0.05~1.0µg/mlのアセトン溶液を数点調製し、それを4µlずつ、

ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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。

4.2. 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

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、蒸留水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、次いで蒸留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。

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。ヘキサンを用い10mlに定容する。

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。これに先の定容液の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。アセトンを用い4mlに定容し、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0.05～1.0μg/mlのアセトン溶液を数点調製し、それを4μlずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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。

4.3. 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

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、次いで蒸留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、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。ヘキサンを用い10mlに定容する。

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。これに先の定容液の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、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。ヘキサンを用い20mlに定容し、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0.01~0.2µg/mlのヘキサン溶液を数点調製し、それを2µlずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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。

4.4. メコプロップ(MCPP)

(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

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、次いで蒸留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、更に窒素气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蒸留水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、ヘキサンを用い10mlに定容する。

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。これに先の定容液の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、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。ヘキサンを用い10mlに定容し、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100μgを取り、(3)ウのエステル化及び洗浄と同様の操作を行い、ヘキサンで希釈してメコプロップの0.01～0.2μg/ml相当の溶液を数点調製し、それを2μlずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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。

45. メチルダイムロン

(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(FID)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

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、次いで蒸留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。

メチルダイムロン標準品

(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、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。ヘキサンを用い10mlに定容する。

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填し、無水硫酸ナトリウム約4gを積層する。これに先の定容液の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を流下させメチルダイムロンを溶出させ、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。アセトンを用い2mlに定容し、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、メチルダイムロ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：メチルダイムロンの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

メチルダイムロン標準品より0.1～2.0μg/mlのアセトン溶液を数点調製し、それを4μlずつ、ガスクロマトグラフに注入し、それぞれの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)の検量線によりメチルダイムロンの重量を求め、これに基づき試料中のメチルダイムロン濃度を算出する。

排水に係る標準分析方法（多成分同時分析法）

1 イソキサチオン、イソフェンホス、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、ペンスリド、ペンディメタリン、メタラキシル、メチルダイムロン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）

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

イソフェンホス標準原液（1000mg/l） 全量フラスコ100mlにイソフェンホス標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

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

イブプロジオン標準原液(1000mg/l) 全量フラスコ100mlにイブプロジオン標準品0.1gを量り取り、アセトンで標線まで加えたもの

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、アセトンで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、アセトンで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、アセトンで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、アセトンで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、アセトンで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、アセトンで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、アセトンで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、アセトンで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

メチルダイムロン標準原液(1000mg/l) 全量フラスコ100mlにメチルダイムロン標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

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、アセトンを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、アセトンを標線まで加えたもの

混合標準原液(イソキサチオン、イソフェンホス、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、ベンシクロン、ベンスリド、ペンディメタリン、メタラキシル、メチルダイムロン、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。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次いで蒸留水5mlを流し入れ、活性炭カラムにメタノール5ml、1mol/l塩酸30ml、次いで蒸留水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、次いで蒸留水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を加えて溶かし、2mlとして試験溶液とする。

(4) 測定機器の操作条件

分離管 内径0.2~約0.7mm、長さ10~30mの熔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の分離管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

分離管槽昇温プログラム 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
イソフェンホス	213、121、185

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	
トリクロピルプトキシエチル	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
メチルダイムロン	107、	119、	91
メプロニル	119、	91、	269

感度 各分析対象農薬のそれぞれ0.2 ng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1~20 mlを全量フラスコ100 ml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 µlずつガスクロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高、横軸に重量を取って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 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プ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。

2 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、アセトンで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、アセトンで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、アセトンで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を加えて溶かし、2ml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

分離管 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の分離管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

分離管槽昇温プログラム 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 キャリア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、縦軸にピーク高、横軸に重量を取って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、試料中のアセフェート及びトリクロロ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。

3 エトリジアゾール、クロロネブ、ピリプ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-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

ピリプチカルブ標準原液(1000mg/l) 全量フラスコ100mlにピリプチカルブ標準品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、ピリプチカルブ、ベンフルラリンそれぞれ100mg/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入過する。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を加えて溶かし、2ml(電子捕獲型検出器を用いる場合は20ml)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

分離管 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の分離管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～約100

分離管槽昇温プログラム 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、ピリプチカルブの場合は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、縦軸にピーク高、横軸に重量を取って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。

4 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を加えて溶かし、2 ml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

分離管 内径0.2～約0.7 mm、長さ10～30 m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 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。

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0.7 mmの分離管に対して線速度を毎秒20～40 cm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

分離管槽昇温プログラム 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0.2 ng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526 nm）を用いる。

検出器温度 280

ガス流量 キャリア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1～20 mlを全量フラスコ100 ml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 μlずつガスクロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高、横軸に重量を取って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 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。

5 アシュラム、アゾキシストロピン、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）

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に蒸留水約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、蒸留水を加えて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

アゾキシストロピン標準原液（1000mg/l） 全量フラスコ100mlにアゾキシストロピン標準品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、アゾキシストロピン、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2.5mg/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次いで蒸留水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、次いで蒸留水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。この残留物に蒸留水及びアセトニトリルの混液（13：7）を加えて溶かし、2mlとして試験溶液とする。

(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。

分離管 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、オキシ銅又はフラザスルフロンの場合は波長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0.5～1.0mlを全量フラスコ100mlに段階的に取り、それぞれ蒸留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、縦軸にピーク高、横軸に重量を取って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。