

(別添)

農薬の分析方法

(1) ダイアジノン

ア 装置 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若しくはガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。

イ 試薬試液

アセトン アセトン (特級)

エチルエーテル エチルエーテル (特級)

ヘキサン ヘキサン (特級)

フロリジルミニカラム Sep-Pak フロリジルカートリッジ

ダイアジノン標準品 本品は、ダイアジノン98%以上を含み、融点は83～84 (0.002mmHg) である。

ウ 試験溶液の調製

採気した捕集カラムを10mL容の注射筒の先端につけ、アセトン20mLを流し100mLのナス型フラスコ中に溶出する。この溶出液を、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。次にフロリジルミニカラムを10mL容の注射筒の先端につけヘキサン6mLで洗う。この注射筒に残留物をヘキサン5mLに溶かして移し、さらに容器内をヘキサン5mLで洗って洗液を注射筒に移し流下させる。この流出液は捨てる。次にこの注射筒にヘキサン及びエチルエーテルの混液 (7 : 3) 10mLを加え、流下させて溶出液を100mLのナス型フラスコにとり、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。これにアセトンを加えて溶かし、2mLとして試験溶液とする。

エ ガスクロマトグラフの操作条件

分離管 内径0.5～0.6mm、長さ15mの溶融シリカ製の管の内面にシリコンを0.5～1.5μmの厚さで被覆したものを用いる。

分離管温度 160

試料気化室温度 250

検出器温度 280

ガス流量 キャリヤーガスとして高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、ダイアジノンが約3分で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。

記録紙送り速度 5mm / 分

感度 ダイアジノンの0.02ngが十分確認できるように感度を調整する。

オ 検量線の作成

ダイアジノン標準品の0.01～1.0mg / 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ダイアジノンの検量線を作成する。

カ 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、オ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、気体試料中のダイアジノンの濃度 (μg / m³) を算出する。

(捕集カラムからの回収試験結果)

添加量 ($\mu\text{g} / \text{m}^3$)	回収率(実測) (%)		平均回収率 (%)
0.005	101	100	100
0.5	103	102	102

(注) 捕集カラムにダイアジノン $0.005\mu\text{g}$ 、 $0.5\mu\text{g}$ を添加し、室温にて20分間放置後、前記分析操作に従って回収率を調べた。

(2) ピリダフェンチオン

ア 装置 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若しくはガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。

イ 試薬試液

アセトン アセトン (特級)

ピリダフェンチオン標準品 本品は、ピリダフェンチオン99%以上を含み、融点は56である。

ウ 試験溶液の調製

採気した捕集カラムを10mL容の注射筒の先端につけ、アセトン20mLを流し100mLのナス型フラスコ中に溶出する。この溶出液を、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。

エ ガスクロマトグラフの操作条件

分離管 内径0.5～0.6mm、長さ15mの溶融シリカ製の管の内面にシリコンを0.5～1.5 μm の厚さで被覆したものをを用いる。

分離管温度 220

試料気化室温度 250

検出器温度 280

ガス流量 キャリヤーガスとして高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、ピリダフェンチオンが約3分で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。

記録紙送り速度 5mm / 分

感度 ピリダフェンチオンの0.04ngが十分確認できるように感度を調整する。

オ 検量線の作成

ピリダフェンチオン標準品の0.02～1.0mg / L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ピリダフェンチオンの検量線を作成する。

カ 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、オ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、気体試料中のピリダフェンチオンの濃度 ($\mu\text{g} / \text{m}^3$) を算出する。

(3) フェニトロチオン (M E P)

ア 装置 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若しくはガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。

イ 試薬試液

アセトン アセトン (特級)

M E P 標準品 本品は、M E P 98 % 以上を含み、沸点は164 (1mm H g) である。

ウ 試験溶液の調製

採気した捕集カラムを10mL容の注射筒の先端につけ、アセトン20mLを流し100mLのナス型フラスコ中に溶出する。この溶出液を、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。

エ ガスクロマトグラフの操作条件

分離管 内径0.5 ~ 0.6mm、長さ15mの熔融シリカ製の管の内面にシリコンを0.5 ~ 1.5 μ mの厚さで被覆したものをを用いる。

分離管温度 200

試料気化室温度 250

検出器温度 280

ガス流量 キャリヤーガスとして高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、M E P が約3分で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。

記録紙送り速度 5mm / 分

感度 M E P の0.02ngが十分確認できるように感度を調整する。

オ 検量線の作成

M E P 標準品の0.01 ~ 1.0mg / 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、縦軸にピーク高、横軸に重量を取ってM E P の検量線を作成する。

カ 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、オの検量線によりM E P の重量を求め、これに基づき、気体試料中のM E P の濃度 (μ g / m³) を算出する。

(ガスクロマトグラフ操作実施例)

1 . N P D , D B — 1 7 0.53mm $\times$ 15m , 160

(捕集カラムからの回収試験結果)

添加量 (μ g / m ³)	回収率(実測) (%)		平均回収率 (%)
0.025	101	100	100

(注) 捕集カラムにフェニトロチオン (M E P) 0.025 μ g (0.5 μ g / m³ 相当) を添加し、前記分析操作に従って回収率を調べた。

(4) マラチオン

ア 装置 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若しくはガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。

イ 試薬試液

アセトン アセトン (特級)

マラチオン標準品 本品は、マラチオン98%以上を含み、沸点は156 ~ 157 (0.7mm Hg) である。

ウ 試験溶液の調製

採気した捕集カラムを10mL容の注射筒の先端につけ、アセトン20mLを流し100mLのナス型フラスコ中に溶出する。この溶出液を、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。

エ ガスクロマトグラフの操作条件

分離管 内径0.5 ~ 0.6mm、長さ15mの溶融シリカ製の管の内面にシリコンを0.5 ~ 1.5 μm の厚さで被覆したものをを用いる。

分離管温度 180

試料気化室温度 250

検出器温度 280

ガス流量 キャリヤーガスとして高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、マラチオンが約3分で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。

記録紙送り速度 5mm / 分

感度 マラチオンの0.05ngが十分確認できるように感度を調整する。

オ 検量線の作成

マラチオン標準品の0.025 ~ 1.0mg / L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マラチオンの検量線を作成する。

カ 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、オの検量線によりマラチオンの重量を求め、これに基づき、気体試料中のマラチオンの濃度 ($\mu\text{g} / \text{m}^3$) を算出する。

(5) フェノブカルブ (B P M C)

ア 装置 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若しくはガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。

イ 試薬試液

アセトン アセトン (特級)

ヘキサン ヘキサン (特級)

フロリジルミニカラム Sep-Pakフロリジルカートリッジ

B P M C 標準品 本品は、B P M C 99% 以上を含み、融点は31 ~ 32 である。

ウ 試験溶液の調製

採気した捕集カラムを10mL容の注射筒の先端につけ、アセトン20mLを流し100mLのナス型フラスコ中に溶出する。この溶出液を、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。次にフロリジルミニカラムを10mL容の注射筒の先端につけヘキサン6mLで洗う。この注射筒に残留物をヘキサン5mLに溶かして移し、さらに容器内をヘキサン5mLで洗って洗液を注射筒に移し流下させる。この流出液は捨てる。次にこの注射筒にヘキサン及びアセトンの混液 (9 : 1) 10mLを加え、流下させて溶出液を100mLのナス型フラスコにとり、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。これにアセトンを加えて溶かし、2mLとして試験溶液とする。

エ ガスクロマトグラフの操作条件

分離管 内径0.5 ~ 0.6mm、長さ15mの溶融シリカ製の管の内面にシリコンを0.5 ~ 1.5 μ mの厚さで被覆したものをを用いる。

分離管温度 180

試料気化室温度 250

検出器温度 280

ガス流量 キャリヤーガスとして高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、B P M C が約3分で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。

記録紙送り速度 5mm / 分

感度 B P M C の0.02ng が十分確認できるように感度を調整する。

オ 検量線の作成

B P M C 標準品の0.01 ~ 1.0mg / 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、縦軸にピーク高、横軸に重量を取ってB P M C の検量線を作成する。

カ 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、オの検量線によりB P M C の重量を求め、これに基づき、気体試料中のB P M C の濃度 (μ g / m³) を算出する。

(ガスクロマトグラフ操作実施例)

1 . N P D , 5% O V — 1 7 , 160 ~ 180

(6) トリシクラゾール

ア 装置 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若しくはガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。

イ 試薬試液

アセトン アセトン (特級)

トリシクラゾール標準品 本品は、トリシクラゾール99%以上を含み、融点は187～188 である。

ウ 試験溶液の調製

採気した捕集カラムを10mL容の注射筒の先端につけ、アセトン20mLを流し100mLのナス型フラスコ中に溶出する。この溶出液を、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、5mLとして試験溶液とする。

エ ガスクロマトグラフの操作条件

分離管 内径0.5～0.6mm、長さ15mの溶融シリカ製の管の内面にシリコンを0.5～1.5 μm の厚さで被覆したものをを用いる。

分離管温度 220

試料気化室温度 250

検出器温度 280

ガス流量 キャリヤーガスとして高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、トリシクラゾールが約4分で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。

記録紙送り速度 5mm / 分

感度 トリシクラゾールの0.1ngが十分確認できるように感度を調整する。

オ 検量線の作成

トリシクラゾール標準品の0.05～1.0mg / L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トリシクラゾールの検量線を作成する。

カ 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、オの検量線によりトリシクラゾールの重量を求め、これに基づき、気体試料中のトリシクラゾールの濃度 ($\mu\text{g} / \text{m}^3$) を算出する。

(7) フサライド

ア 装置 電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフ又はガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。

イ 試薬試液

アセトン 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。

フサライド標準品 本品は、フサライド99%以上を含み、融点は209~210 である。

ウ 試験溶液の調製

採気した捕集カラムを10mL容の注射筒の先端につけ、アセトン20mLを流し100mLのナス型フラスコ中に溶出する。この溶出液を、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、5mLとして試験溶液とする。

エ ガスクロマトグラフの操作条件

分離管 内径0.5~0.6mm、長さ15mの溶融シリカ製の管の内面にシリコンを0.5~1.5 μ mの厚さで被覆したものをを用いる。

分離管温度 200

試料気化室温度 280

検出器温度 電子捕獲型検出器の場合は至適電圧を与え、280~300 で操作する。

ガス流量 キャリヤーガスとして高純度窒素ガスを用い、フサライドが約3分で流出するように流量を調整する。

記録紙送り速度 5mm / 分

感度 フサライドの0.002ngが十分確認できるように感度を調整する。

オ 検量線の作成

フサライド標準品の0.001~0.02mg / 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、縦軸にピーク高、横軸に重量を取ってフサライドの検量線を作成する。

カ 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、オの検量線によりフサライドの重量を求め、これに基づき、気体試料中のフサライドの濃度 (μ g / m³) を算出する。

(8) ブプロフェジン

ア 装置 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若しくはガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。

イ 試薬試液

アセトン アセトン (特級)

エチルエーテル エチルエーテル (特級)

ヘキサン ヘキサン (特級)

フロリジルミニカラム Sep-Pak フロリジルカートリッジ

ブプロフェジン標準品 本品は、ブプロフェジン99%以上を含み、融点は106 である。

ウ 試験溶液の調製

採気した捕集カラムを10mL容の注射筒の先端につけ、アセトン20mLを流し100mLのナス型フラスコ中に溶出する。この溶出液を、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。次にフロリジルミニカラムを10mL容の注射筒の先端につけヘキサン6mLで洗う、この注射筒に残留物をヘキサン及びエチルエーテルの混液 (95 : 5) 5mLに溶かして移し、さらに容器内を同混液5mLで洗って洗液を注射筒に移し流下させる。この流出液は捨てる。次にこの注射筒にヘキサン及びエチルエーテルの混液 (7 : 3) 10mLを加え、流下させて溶出液を100mLのナス型フラスコにとり、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。これにアセトンを加えて溶かし、2mLとして試験溶液とする。

エ ガスクロマトグラフの操作条件

分離管 内径0.5 ~ 0.6mm、長さ15mの溶融シリカ製の管の内面にシリコンを0.5 ~ 1.5 μ mの厚さで被覆したものをを用いる。

分離管温度 210

試料気化室温度 250

検出器温度 280

ガス流量 キャリヤーガスとして高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、ブプロフェジンが約3分で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。

記録紙送り速度 5mm / 分

感度 ブプロフェジンの0.04ngが十分確認できるように感度を調整する。

オ 検量線の作成

ブプロフェジン標準品の0.02 ~ 1.0mg / 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、縦軸にピーク高、横軸に重量を取ってブプロフェジンの検量線を作成する。

カ 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、オの検量線によりブプロフェジンの重量を求め、これに基づき、気体試料中のブプロフェジンの濃度 (μ g / m³) を算出する。

(9) フルトラニル

ア 装置 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若しくはガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。

イ 試薬試液

アセトン アセトン (特級)

ヘキサン ヘキサン (特級)

フロリジルミニカラム Sep-Pakフロリジルカートリッジ

フルトラニル標準品 本品は、フルトラニル99%以上を含み、融点は102～103 である。

ウ 試験溶液の調製

採気した捕集カラムを10mL容の注射筒の先端につけ、アセトン20mLを流し100mLのナス型フラスコ中に溶出する。この溶出液を、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。次にフロリジルミニカラムを10mL容の注射筒の先端につけヘキサン6mLで洗う。この注射筒に残留物をヘキサン5mLに溶かして移し、さらに容器内をヘキサン5mLで洗って洗液を注射筒に移し流下させる。この流出液は捨てる。次にこの注射筒にヘキサン及びアセトンの混液 (95 : 5) 10mLを加え、流下させて溶出液は捨てる。次にヘキサン及びアセトンの混液 (85 : 15) 20mLを流下させて溶出液を100mLのナス型フラスコにとり、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。これにアセトンを加えて溶かし、2mLとして試験溶液とする。

エ ガスクロマトグラフの操作条件

分離管 内径0.5～0.6mm、長さ15mの溶融シリカ製の管の内面にシリコンを0.5～1.5 μm の厚さで被覆したものをを用いる。

分離管温度 210

試料気化室温度 250

検出器温度 280

ガス流量 キャリヤーガスとして高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、フルトラニルが約3分で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。

記録紙送り速度 5mm / 分

感度 フルトラニルの0.04ngが十分確認できるように感度を調整する。

オ 検量線の作成

フルトラニル標準品の0.02～1.0mg/L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フルトラニルの検量線を作成する。

カ 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、オ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、気体試料中のフルトラニルの濃度 ($\mu\text{g} / \text{m}^3$) を算出する。

(捕集カラムからの回収試験結果)

添加量 ($\mu\text{g} / \text{m}^3$)	回収率(実測) (%)		平均回収率 (%)
10	84.7	81.7	83.2

(注) 捕集カラムにフルトラニル10 μg を添加し、前記分析操作に従って回収率を調べた。

(1 0) メプロニル

ア 装置 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若しくはガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。

イ 試薬試液

アセトン アセトン（特級）

メプロニル標準品 本品は、メプロニル99%以上を含み、融点は92～93 である。

ウ 試験溶液の調製

採気した捕集カラムを10mL容の注射筒の先端につけ、アセトン20mLを流し100mLのナス型フラスコ中に溶出する。この溶出液を、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。

エ ガスクロマトグラフの操作条件

分離管 内径0.5～0.6mm、長さ15mの溶融シリカ製の管の内面にシリコンを0.5～1.5 μm の厚さで被覆したものをを用いる。

分離管温度 210

試料気化室温度 250

検出器温度 280

ガス流量 キャリヤーガスとして高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、メプロニルが約4分で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ーに調整する。

記録紙送り速度 5mm / 分

感度 メプロニルの0.04ngが十分確認できるように感度を調整する。

オ 検量線の作成

メプロニル標準品の0.02～1.0mg/L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メプロニルの検量線を作成する。

カ 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、オの検量線によりメプロニルの重量を求め、これに基づき、気体試料中のメプロニルの濃度（ $\mu\text{g} / \text{m}^3$ ）を算出する。