

1 アセタミプリド、アゾキシストロピン、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、シラフルオフエン、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、フラザスルフロン、フルトラニル、プロピコナゾール、プロピザミド、ペルメトリン、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

アゾキシストロピン標準原液（500mg/L） 全量フラスコ 50mL にアゾキシストロピン標準品 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 0.025g 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、アセトニトリルを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、アセトンを標線まで加えたもの

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

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、アセトンを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、アセトンを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、アセトンを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、アセトンを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、アセトンを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、アセトンを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、アセトンを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、アセトンを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、アセトンを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、アセトンを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、アセトンを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、アセトンを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、アセトンを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、アセトンを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、アセトンを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、アセトンを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

ピリプチカルブ標準原液 (500mg/L) 全量フラスコ 50mL にピリプチカルブ標準品 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、アゾキシストロピン、イソキサチオン、イソプロチオラン、イブロジオン、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、シラフルオフェン、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)
アゾキシストロピン	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)
エトキシスルフロソ	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)
シマジソ	ESI (+)	202/104(T)、202/68(Q)
シメコナゾール	ESI (+)	294/73(T)、294/70(Q)
ダイアジソ	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)
ハロスルフロソメチル	ESI (-)	433/252(T)、433/78(Q)
ピリブチカルブ	ESI (+)	331/181(T)、331/108(Q)
フェニトロチオン	ESI (+)	278/109(T)
ブタミホス	ESI (+)	333/180(T)、333/96(Q)
フラザスルフロソ	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 0.1～0.25 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：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 1 2 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：E I

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)
ナプロバミド	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 μL 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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。