

99 チオファネートメチル

99.1 カルベンダジム、チオファネートメチル及びベノミルの液体クロマトグラフ質量分析計による分析法<sup>註1</sup>

48.1 による。

注 1 チオファネートメチルは、カルベンダジムとしての量に換算され、カルベンダジム、カルベンダジムに換算したチオファネートメチル及びカルベンダジムに換算したベノミルの総和として定量される。

100 チオベンカルブ

100.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

101 ディルドリン

101.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

101.2 有機塩素系及び酸アミド系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法  
第2節1による。

101.3 有機塩素系農薬のガスクロマトグラフによる同時分析法  
第3節2による。

102 テクナゼン

102.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

103 テトラクロルビンホス

103.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

104 テトラコナゾール

104.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

105 テトラジホン

105.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

## 106 テトラメトリン

- 106.1 ピレスロイド系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法  
第2節4による。

## 107 テブコナゾール

- 107.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

- 107.2 テブコナゾール及びフェナリモルのガスクロマトグラフ質量分析計による同時分析法  
第3節16による。

- 107.3 テブコナゾールのガスクロマトグラフ質量分析計による単成分分析法  
(適用範囲：乾牧草<sup>註1)</sup>)

### A 試薬の調製

- 1) テブコナゾール標準液 テブコナゾール [C<sub>16</sub>H<sub>22</sub>ClN<sub>3</sub>O] 25 mg を正確に量って 50 mL の褐色全量フラスコに入れ、アセトンを加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加えてテブコナゾール標準原液を調製する（この液 1 mL はテブコナゾールとして 0.5 mg を含有する。）。

使用に際して、テブコナゾール標準原液の一定量を希釈溶媒で正確に希釈して、1 mL 中にテブコナゾールとして 0.001~1.5 µg を含有する数点のテブコナゾール標準液を調製する。

- 2) 希釈溶媒 ポリエチレングリコール 50 µL を 2,2,4-トリメチルペンタン-アセトン (4+1) 100 mL に加えて希釈溶媒を調製する。

### B 定 量

抽出 分析試料 10.0 g を量って 200 mL の共栓三角フラスコに入れ、アセトニトリル-水 (3+1) 20 mL を加えた後 10 分間静置し、更にアセトニトリル 100 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。

200 mL の全量フラスコをブフナー漏斗の下に置き、抽出液をろ紙 (5 種 B) で吸引ろ過した後、先の三角フラスコ及び残さを順次アセトニトリル 50 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過する。更に全量フラスコの標線までアセトニトリルを加え、この液 10 mL を 50 mL のなす形フラスコに正確に入れ、40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、水 20 mL を加えてカラム処理 I に供する試料溶液とする。

カラム処理 I 試料溶液を多孔性ケイソウ土カラム (20 mL 保持用) に入れ、5 分間静置する。300 mL のなす形フラスコをカラムの下に置き、試料溶液の入っていたなす形フラスコをヘキサン 20 mL ずつで 3 回洗浄し、洗液を順次カラムに加える。液面が充てん剤の上端に達するまで流下してテブコナゾールを溶出させ、更にヘキサン 60 mL をカラムに加えて同様に溶出させる。溶出液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。

ヘキサン 10 mL を正確に加えて残留物を溶かし、カラム処理 II に供する試料溶液とする。

カラム処理 II 合成ケイ酸マグネシウムミニカラム (910 mg) をヘキサン 5 mL で洗浄する。

試料溶液 2 mL を正確にミニカラムに入れ、液面が充てん剤の上端に達するまで流出させる。ミニカラムをヘキサン 4 mL で洗浄し、同様に流出させる。更にヘキサン-アセトン (19+1) 10 mL をミニカラムに加え、同様に流出させる。50 mL のなす形フラスコをミニカラムの下に置き、ヘキサン-アセトン (7+3) 15 mL をミニカラムに加えてテブコナゾールを溶出させる。溶出液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。

希釈溶媒 10 mL を正確に加えて残留物を溶かし、ガスクロマトグラフ質量分析計による測定に供する試料溶液とする。

ガスクロマトグラフ質量分析計による測定 試料溶液及び各標準液各 2 µL をガスクロマトグラフ質量分析計に注入し、選択イオン検出クロマトグラムを得る。

測定条件 例

カラム : 熔融石英製キャピラリーカラム (5%ジフェニルー  
95%ジメチルポリシロキサン化学結合型、内径  
0.25 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25 µm)

キャリアーガス : He (1.0 mL/min、初期流量)

試料導入法 : スプリットレス (60 s)

試料導入部温度 : 250 °C

カラム槽温度 : 初期温度 70 °C (2 min 保持) →昇温 20 °C/min→  
280 °C (10 min 保持)

インターフェース温度 : 280 °C

検出器 : 四重極型質量分析計<sup>注2</sup>

イオン源温度 : 200 °C

イオン化法 : 電子衝撃イオン化 (EI) 法

イオン化電圧 : 70 eV

モニターイオン : 定量イオン  $m/z$  250、確認イオン  $m/z$  125

計算 得られた選択イオン検出クロマトグラムからピーク面積を求めて検量線を作成し、試料中のテブコナゾール量を算出する。

注 1 本法は、試料中のテブコナゾール量がおよそ 5 mg/kg を超える場合に適用する。

2 GCMS-QP2010 (島津製作所製) による条件例

(参考) 分析法バリデーション

・添加回収率及び繰返し精度

試料の種類	添加濃度 (mg/kg)	繰返し	平均回収率 (%)	繰返し精度 RSD (%以下)
オーツヘイ	0.5~30	3	93.3~98.8	2.3
アルファルファ	0.5~30	3	88.8~93.5	5.2
チモシー	0.5~30	3	93.5~94.3	8.2
バミューダストロー	0.5~30	3	87.7~99.4	5.4

・共同試験

成分名	試料の種類	試験室 数	添加濃度 (mg/kg)	添加回収率 (%)	室内繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)	室間再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)	HorRat
テブコナゾール	オーツヘイ	10	20	91.5	5.8	9.7	0.94
	チモシーヘイ	9	20	93.5	3.1	9.0	0.87

・定量下限 試料中 0.5 mg/kg

・検出下限 試料中 0.2 mg/kg

108 テブフェンピラド

108.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

109 テフルトリン

109.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

109.2 ピレスロイド系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法  
第2節4による。

110 デルタメトリン (デルタメトリン、*trans*-デルタメトリン及びトラロメトリン)

110.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

110.2 ピレスロイド系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法  
第2節4による。

111 テルブトリン

111.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

112 テルブホス

112.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

112.2 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法（その1）  
第2節2による。

113 トラロメトリン

113.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法<sup>注1</sup>  
第3節1による。

注1 トラロメトリンは、デルタメトリンに変換され、デルタメトリンとの含量として定量される。

114 トリアジメノール

114.1 トリアゾール系農薬のガスクロマトグラフによる同時分析法  
第3節6による。

115 トリアジメホン

115.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

115.2 トリアゾール系農薬のガスクロマトグラフによる同時分析法  
第3節6による。

116 トリアレート

116.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

117 トリクロロホン

117.1 ガスクロマトグラフ法

#### A 試薬の調製

トリクロロホン標準原液 トリクロロホン〔C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>Cl<sub>3</sub>O<sub>4</sub>P〕20 mgを正確に量って100 mLの全量フラスコに入れ、アセトンを加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加える（この溶液1 mLは、トリクロロホンとして0.2 mgを含有する。）。更にこの液の一定量をアセトンで正確に希釈し、1 mL中にトリクロロホンとして20 µgを含むトリクロロホン標準原液を調製する。

#### B 定 量

抽出 分析試料10.0 gを量って200 mLの共栓三角フラスコに入れ、水15 mLを加えて潤し、30分間静置後、更にアセトン80 mLを加え、30分間振り混ぜて抽出する。300 mLのなす形フラスコをブフナー漏斗の下に置き、抽出液をろ紙（5種B）で吸引ろ過した後、先の三角フラスコ及び残さを順次アセトン50 mLで洗浄し、同様に吸引ろ過する。ろ液を40 °C以下の水浴で約15 mLまで減圧濃縮し、塩化ナトリウム5 gを加えてカラム処理Iに供する試料溶液とする。  
カラム処理 I 試料溶液を多孔性ケイソウ土カラム（20 mL保持用）に入れ、5

分間静置する。200 mL のなす形フラスコをカラムの下に置き、試料溶液の入っていたなす形フラスコを酢酸エチル 10 mL ずつで 3 回洗浄し、洗液を順次カラムに加える。液面が充てん剤の上端に達するまで流下してトリクロロホンを溶出させ、更に同溶媒 70 mL をカラムに加えて同様に溶出させる。溶出液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。

シクロヘキサン-アセトン (4+1) 10 mL を正確に加えて残留物を溶かし、メンブランフィルター (孔径 0.5 µm 以下) でろ過し、ゲル浸透クロマトグラフィーに供する試料溶液とする。

ゲル浸透クロマトグラフィー 試料溶液 5.0 mL をゲル浸透クロマトグラフに注入し、トリクロロホンが溶出する画分を 100 mL のなす形フラスコに分取し、40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。

ヘキサン-アセトン (9+1) 2 mL を正確に加えて残留物を溶かし、カラム処理 II に供する試料溶液とする。

ゲル浸透クロマトグラフィー 例

カラム：スチレンジビニルベンゼン共重合体カラム (内径 20 mm、長さ 300 mm、粒径 15 µm)

ガードカラム：スチレンジビニルベンゼン共重合体カラム (内径 20 mm、長さ 100 mm、粒径 15 µm)

溶離液：シクロヘキサン-アセトン (4+1)

流速：5 mL/min

分取画分：85~115 mL

カラム処理 II シリカゲルミニカラム (690 mg) をヘキサン 5 mL で洗浄する。

試料溶液をミニカラムに入れ、試料溶液の入っていたなす形フラスコをヘキサン-アセトン (9+1) 2 mL ずつで 2 回洗浄し、洗液を順次シリカゲルミニカラムに加える。更に同溶媒 4 mL をミニカラムに加え、ミニカラムを洗浄<sup>注1</sup>する。

50 mL のなし形フラスコをミニカラムの下に置き、ヘキサン-アセトン (7+3) 30 mL をミニカラムに加えてトリクロロホンを溶出<sup>注1</sup>させる。溶出液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。

アセトン 1 mL を加えて残留物を溶かし、アセチル化反応に供する試料溶液とする。

アセチル化反応 試料溶液に無水酢酸 1 mL を加え、室温で 16 時間静置する。

試料溶液を 5 mL の全量フラスコに入れ、試料溶液の入っていたなし形フラスコを少量のアセトンで洗浄し、洗液を全量フラスコに合わせる。更に全量フラスコの標線までアセトンを加え、ガスクロマトグラフィーに供する試料溶液<sup>注2</sup>とする。

標準原液のアセチル化 トリクロロホン標準原液 1 mL を 50 mL のなし形フラスコに正確に入れ、無水酢酸 1 mL を加え、室温で 16 時間静置する。アセチル化した標準原液をアセトンで正確に希釈し、1 mL 中にトリクロロホンとして 0.02~2.0 µg 相当量を含む数点の標準液を調製する。

ガスクロマトグラフィー 試料溶液及び各標準液各 1  $\mu\text{L}$  をガスクロマトグラフに注入し、クロマトグラムを得る。

測定条件 例

検 出 器：炎光光度検出器（リン検出用フィルター）  
 カ ラ ム：溶融石英製キャピラリーカラム（50%トリフルオロプロピルメチル-50%ジメチルポリシロキサンコーティング、内径 0.25 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25  $\mu\text{m}$ ）

キャリアーガス：He（1.5 mL/min）

メイクアップガス：He（30 mL/min）

水 素：75 mL/min

乾 燥 空 気：100 mL/min

試 料 導 入 法：スプリットレス（60 s）

試料導入部温度：150  $^{\circ}\text{C}$

カ ラ ム 槽 温 度：初期温度 80  $^{\circ}\text{C}$ （1 min 保持） $\rightarrow$ 昇温 20  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  $\rightarrow$ 280  $^{\circ}\text{C}$ （5 min 保持）

検 出 器 温 度：250  $^{\circ}\text{C}$

計 算 得られたクロマトグラムからピーク面積を求めて検量線を作成し、試料中のトリクロルホン量を算出する。

注 1 流速は 2~3 mL/min とする。

2 必要に応じて、試料溶液をプラスチック製遠心沈殿管（容量 1.5 mL）に入れ、5,000 $\times g$  で 5 分間遠心分離し、その上澄み液をガスクロマトグラフィーに供する。

（参考）分析法バリデーション

・添加回収率及び繰返し精度

試料の種類	添加濃度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD (%以下)
成鶏飼育用配合飼料	50~250	3	83.4~92.4	7.8
乳牛飼育用配合飼料	50~250	3	78.9~90.9	8.3
アルファルファヘイキューブ	50~250	3	85.9~98.9	8.0
オーツヘイ	50~250	3	101.9~102.5	8.8

・共同試験

試料の種類	試験室 数	添加濃度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	添加回収率 (%)	室内繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)	室間再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)	HorRat
成鶏飼育用配合飼料	7	100	94.4	5.0	9.0	0.41
アルファルファ ヘイキューブ	7	100	97.9	7.1	9.7	0.44

・定量下限 試料中 20  $\mu\text{g}/\text{kg}$

## 118 トリシクラゾール

### 118.1 ガスクロマトグラフ質量分析計による単成分分析法

#### A 試薬の調製

トリシクラゾール標準液 トリシクラゾール [ $\text{C}_9\text{H}_7\text{N}_3\text{S}$ ] 50 mg を正確に量って

100 mL の全量フラスコに入れ、アセトンを加えて溶かし、更に標線までアセトンを加えてトリシクラゾール標準原液を調製する（この液 1 mL は、トリシクラゾールとして 0.50 mg を含有する。）。

使用に際して、標準原液の一定量をアセトンで正確に希釈し、1 mL 中にトリシクラゾールとして 0.002~0.2 µg を含有する数点のトリシクラゾール標準液を調製する。

## B 定 量

### 抽 出

- 1) 乾牧草 分析試料 10.0 g を量って 200 mL の共栓三角フラスコに入れ、アセトニトリル-水 (13+7) 100 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。200 mL の全量フラスコをブフナー漏斗の下に置き、抽出液をろ紙 (5 種 B) で吸引ろ過した後、先の三角フラスコ及び残さを順次アセトニトリル 50 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過する。更に全量フラスコの標線までアセトニトリルを加える<sup>注1</sup>。この液 20 mL を 100 mL のなす形フラスコに正確に入れ、40 °C 以下の水浴で約 5 mL まで減圧濃縮し、カラム処理 I に供する試料溶液とする。
- 2) その他の飼料 分析試料 10.0 g を量って 200 mL の共栓三角フラスコに入れ、アセトニトリル-水 (13+7) 50 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。300 mL のなす形フラスコをブフナー漏斗の下に置き、抽出液をろ紙 (5 種 B) で吸引ろ過した後、先の三角フラスコ及び残さを順次アセトニトリル 50 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過する。ろ液を 40 °C 以下の水浴で約 15 mL まで減圧濃縮し、カラム処理 I に供する試料溶液とする。

カラム処理 I 試料溶液を多孔性ケイソウ土カラム (20 mL 保持用) に入れ、試料溶液の入っていたなす形フラスコを水 5 mL で洗浄し、洗液をミニカラムに加え、5 分間静置する。200 mL のなす形フラスコをカラムの下に置き、試料溶液の入っていたなす形フラスコをヘキサン-酢酸エチル (1+1) 20 mL ずつで 3 回洗浄し、洗液を順次カラムに加え、液面が充てん剤の上端に達するまで自然流下させてトリシクラゾールを溶出させる。更にヘキサン-酢酸エチル (1+1) 40 mL をカラムに加えて同様に溶出させ、溶出液にアセトン-ジエチレングリコール (49+1) 1 mL を加える。

溶出液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。シクロヘキサン-アセトン (4+1) 10 mL を正確に加えて残留物を溶かし、この液を 10 mL の遠心沈殿管に入れ、1,000×g で 5 分間遠心分離する。上澄み液をメンブランフィルター (孔径 0.5 µm 以下) でろ過し、ゲル浸透クロマトグラフィーに供する試料溶液とする。

ゲル浸透クロマトグラフィー 試料溶液 5.0 mL をゲル浸透クロマトグラフに注入し、トリシクラゾールが溶出する画分を 100 mL のなす形フラスコに分取し、40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。

ヘキサン-アセトン (1+1) 2 mL を加えて残留物を溶かし、カラム処理 II に供する試料溶液とする。



### ゲル浸透クロマトグラフィー 例

カラム：スチレンジビニルベンゼン共重合体カラム（内径 20 mm、長さ 300 mm、粒径 15  $\mu\text{m}$ ）

ガードカラム：スチレンジビニルベンゼン共重合体カラム（内径 20 mm、長さ 100 mm、粒径 15  $\mu\text{m}$ ）

溶離液：シクロヘキサン-アセトン（4+1）

流量：5 mL/min

分取画分：150~190 mL

カラム処理 II シリカゲルミニカラム（690 mg）をアセトン 5 mL 及びヘキサン 5 mL で順次洗浄する。50 mL のなし形フラスコをミニカラムの下に置き、試料溶液をミニカラムに入れ、液面が充てん剤の上端に達するまで流下してトリシクラゾールを流出<sup>注2</sup>させる。試料溶液の入っていたなし形フラスコをヘキサン-アセトン（1+1）2 mL ずつで2回洗浄し、洗液を順次ミニカラムに加え、同様に流出<sup>注2</sup>させる。更にヘキサン-アセトン（1+1）14 mL をミニカラムに加えて同様に流出<sup>注2</sup>させる。

流出液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。アセトン 2 mL を正確に加えて残留物を溶かし、ガスクロマトグラフ質量分析計による測定に供する試料溶液とする。

ガスクロマトグラフ質量分析計による測定 試料溶液及び各トリシクラゾール標準液各 1  $\mu\text{L}$  をガスクロマトグラフ質量分析計に注入し、選択イオン検出クロマトグラムを得る。

### 測定条件 例

カラム：溶融石英製キャピラリーカラム（5%ジフェニル-95%ジメチルポリシロキサン化学結合型、内径 0.25 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25  $\mu\text{m}$ ）

キャリアーガス：He（1.0 mL/min、初期流量）

試料導入法：スプリットレス（60 s）

試料導入部温度：280 °C

カラム槽温度：初期温度 70 °C（1 min 保持）→昇温 25 °C/min→200 °C→昇温 8 °C/min→280 °C（10 min 保持）

検出器：四重極型質量分析計<sup>注3</sup>

インターフェース温度：250 °C

イオン源温度：230 °C

イオン化電圧：70 eV

イオン化法：電子衝撃イオン化（EI）法

モニターイオン：定量イオン  $m/z$  189、確認イオン  $m/z$  162 及び 161

計算 得られた選択イオン検出クロマトグラムからピーク高さ又は面積を求めて検量線を作成し、試料中のトリシクラゾール量を算出する。

注 1 試料中のトリシクラゾール含量が多い場合には、抽出液をアセトニトリルで希釈してから以後の操作を行う。

2 流速は 2~3 mL/min とする。必要に応じて吸引マニホールドを使用する。

3 GCMS-QP2010（島津製作所製）による条件例

(参考) 分析法バリデーション

・添加回収率及び繰返し精度

試料の種類	添加濃度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD (%以下)
とうもろこし	4~20	3	116.3~116.8	1.6
ライグラス	400~5,000	3	81.4~98.1	2.3

・共同試験

試料の種類	試験室 数	添加濃度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	添加回収率 (%)	室内繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)	室間再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)	HorRat
とうもろこし	7	20	100.7	7.1	15.7	0.72
チモシー	7	5,000	101.8	6.8	16.8	1.34

・定量下限 試料中 4  $\mu\text{g}/\text{kg}$  (乾牧草 400  $\mu\text{g}/\text{kg}$ )

・検出下限 試料中 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$  (乾牧草 100  $\mu\text{g}/\text{kg}$ )

## 119 トリフルラリン

119.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

119.2 ジコホール及びトリフルラリンのガスクロマトグラフによる同時分析法  
第3節15による。

## 120 トリフロキシストロビン

120.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

## 121 トリルフルアニド

121.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

## 122 トルクロホスメチル

122.1 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法 (その1)  
第2節2による。

## 123 ナプロパミド

123.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

## 124 二臭化エチレン

124.1 EPTC 及び二臭化エチレンのガスクロマトグラフ質量分析計による同時分析法  
第 3 節 8 による。

## 125 ニトロフェン

125.1 有機塩素系及び酸アミド系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法  
第 2 節 1 による。

## 126 ノナクロール (*cis*-ノナクロール及び *trans*-ノナクロール)

126.1 有機塩素系及び酸アミド系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法  
第 2 節 1 による。

## 127 パラコート

127.1 液体クロマトグラフ法

### A 試薬の調製

- 1) パラコート標準原液　パラコート [ $C_{12}H_{14}N_2Cl_2$ ] 20 mg を正確に量って 100 mL の全量フラスコに入れ、塩酸 (0.01 mol/L) を加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加えてパラコート標準原液を調製する (この液 1 mL は、パラコート 0.2 mg を含有する。)
- 2) 陽イオン交換樹脂 (Na<sup>+</sup>型)　強酸性陽イオン交換樹脂<sup>注1</sup> 100 g を量って、500 mL の三角フラスコに入れ、水 300 mL を加えてかき混ぜ、上澄み液を捨てる。上澄み液の pH が 6.8~7.2 になるまでこの操作を繰り返した後、水 300 mL を加えて一夜静置する。次にこの樹脂に水酸化ナトリウム溶液 (2 mol/L) 200 mL を加えてかき混ぜ、上澄み液を捨てる。上澄み液の pH が 12 以上になるまでこの操作を繰り返した後、水酸化ナトリウム溶液 (2 mol/L) 200 mL を加えて一夜静置する。次にこの樹脂に水 300 mL を加えてかき混ぜ、上澄み液を捨てる。上澄み液の pH が 6.8~7.2 になるまでこの操作を繰り返した後、水 300 mL を加えて水中に保存する。

### B 定 量

抽 出　分析試料 10.0 g を量って 500 mL のなす形フラスコに入れ、硫酸 (1+2) 90 mL、沸騰石 3~4 粒及びシリコン油 2~3 滴を加え、還流冷却器を接続し、5 時間加熱して抽出する。

500 mL のビーカーをブフナー漏斗の下に置き、抽出液をガラス繊維ろ紙<sup>注2</sup>で吸引ろ過した後、先のなす形フラスコ及び残さを順次水 50 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過し、更にろ液に水を加えて約 200 mL とする。この液の pH を水酸化ナトリウム溶液 (12 mol/L) で 8.9~9.1 に調整した後、ガラス繊維ろ紙<sup>注2</sup>でろ過し、先のビーカー及びろ紙を順次少量の水で洗浄し、洗液を先のろ紙を通してろ液を合わせ、カラム処理に供する試料溶液とする。

カラム処理<sup>注3</sup>　陽イオン交換樹脂 (Na<sup>+</sup>型) をカラム管 (内径 15 mm) に 6 cm の高さまで流し込み、水 20 mL を加えて液面が充てん剤の上端から 3 mm の高さ

に達するまで流出させ、カラムを調製する。

試料溶液をカラムに入れ、試料溶液の入っていた容器を少量の水で洗浄し、洗液をカラムに加え、液面が充てん剤の上端から 3 mm の高さまで流出させる。水 100 mL をカラムに加え、同様に流出させ、カラムを洗浄する。以下同様に、塩酸 (2 mol/L) 50 mL、水 100 mL、塩化アンモニウム溶液 (5 w/v%) 50 mL 及び水 100 mL を順次カラムに加えカラムを洗浄する。

塩化アンモニウム溶液 (5 mol/L) 50 mL をカラムに加え、初めの流出液 5 mL を捨てた後、50 mL の全量フラスコをカラムの下に置き、パラコート<sup>®</sup>を溶出させる。全量フラスコの標線まで塩化アンモニウム溶液 (5 mol/L) を加え、蛍光化に供する試料溶液とする。

蛍光化 試料溶液 10 mL を 100 mL の分液漏斗に正確に入れ、水酸化ナトリウム溶液 (12 mol/L) 10 mL 及びフェリシアン化カリウム溶液 (1 w/v%) 1 mL を加えて軽く振り混ぜる。更に分液漏斗にクロロホルム 20 mL を加えて 5 分間激しく振り混ぜた後静置し、クロロホルム層 (下層) を三角フラスコに入れる。先の分液漏斗にクロロホルム 20 mL を加え、同様に操作し、クロロホルム層を先の三角フラスコに合わせる。クロロホルム層を適量の硫酸ナトリウム (無水) で脱水し、100 mL のなす形フラスコにろ紙 (5 種 A) でろ過した後、先の三角フラスコ及びろ紙を順次少量のクロロホルムで洗浄し、洗液を先のろ紙を通してろ液を合わせる。ろ液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。

水-アセトニトリル (93+7) 4 mL を正確に加えて残留物を溶かし、メンブレンフィルター (孔径 0.5 µm 以下) でろ過し、液体クロマトグラフィーに供する試料溶液とする。

同時にパラコート標準原液 1 mL 及び塩化アンモニウム溶液 (5 mol/L) 9 mL を 100 mL の分液漏斗に正確に入れ、試料溶液と同一条件で蛍光化する。

水-アセトニトリル (93+7) 4 mL を正確に加えて残留物を溶かし、メンブレンフィルター (孔径 0.5 µm 以下) でろ過し、更に同溶媒で正確に希釈し、1 mL 中にパラコートとして 0.01~0.5 µg 相当量を含む数点の標準液を調製する。

液体クロマトグラフィー 試料溶液及び各標準液各 20 µL を液体クロマトグラフに注入し、クロマトグラムを得る。

#### 測定条件 例

検 出 器：蛍光検出器 (励起波長 330 nm、蛍光波長 436 nm)

カ ラ ム：オクタデシルシリル化シリカゲルカラム (内径 4.6 mm、長さ 250 mm、粒径 5 µm) <sup>注 4</sup>

溶 離 液：水-アセトニトリル (93+7)

流 速：1.3 mL/min

カラム槽温度：40 °C

計 算 得られたクロマトグラムからピーク高さ又は面積を求めて検量線を作成し、試料中のパラコート量を算出する。

注 1 AG 50W-X8 H<sup>+</sup>型 (粒径 200~100 メッシュ) (Bio-Rad Laboratories 製) 又

はこれと同等のもの

2 GF/A (Whatman 製) 又はこれと同等のもの

3 洗浄時の流速は 10 mL/min、溶出時の流速は 10 mL/h とする。

4 Shodex C18-5B (昭和電工製) 又はこれと同等のもの

(参考) 分析法バリデーション

・ 添加回収率及び繰返し精度

試料の種類	添加濃度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD (%以下)
成鶏飼育用配合飼料	100~500	3	76.7~96.3	19.3
子豚育成用配合飼料	100~500	3	80.7~92.7	7.7
スーダングラス	100~500	3	79.3~96.0	13.5

・ 共同試験

試料の種類	試験室 数	添加濃度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	添加回収率 (%)	室内繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)	室間再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)	HorRat
ブロイラー用配合飼料	7	200	88.2	6.8	7.5	0.36

・ 定量下限 配合飼料：試料中 50  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、乾牧草：試料中 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$

## 128 パラチオン

128.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法

第3節1による。

128.2 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法 (その1)

第2節2による。

128.3 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法 (その2)

第2節3による。

## 129 パラチオンメチル

129.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法

第3節1による。

129.2 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法 (その1)

第2節2による。

## 130 ハルフェンプロックス

130.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法

第3節1による。

## 131 ピコリナフェン

### 131.1 ピコリナフェンのガスクロマトグラフ質量分析計による単成分分析法

#### A 試薬の調製

- 1) ピコリナフェン標準液 ピコリナフェン [C<sub>19</sub>H<sub>12</sub>F<sub>4</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>] 25 mg を正確に量って 50 mL の全量フラスコに入れ、アセトンを加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加えてピコリナフェン標準原液を調製する（この液 1 mL は、ピコリナフェンとして 0.5 mg を含有する。）。

使用に際して、標準原液の一定量を希釈溶媒で正確に希釈し、1 mL 中にピコリナフェンとして 0.002~1 µg を含有する数点のピコリナフェン標準液を調製する。

- 2) 希釈溶媒 ポリエチレングリコール（平均分子量 400）50 µL をアセトン 100 mL に加えて希釈溶媒を調製する。

#### B 定 量

抽出 分析試料 10.0 g を量って 200 mL の共栓三角フラスコに入れ、水 20 mL（乾牧草は 30 mL）を加え、30 分間静置後、更にアセトン 100 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。

200 mL の全量フラスコをブフナー漏斗の下に置き、抽出液をろ紙（5 種 B）で吸引ろ過した後、先の三角フラスコ及び残さを順次アセトン 50 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過し、更に全量フラスコの標線までアセトンを加える。この液 40 mL を 200 mL のなす形フラスコに正確に入れ、40 °C 以下の水浴で約 4 mL まで減圧濃縮し、カラム処理 I に供する試料溶液とする。

カラム処理 I 試料溶液を多孔性ケイソウ土カラム（20 mL 保持用）に入れ、試料溶液の入っていたなす形フラスコを水 5 mL で洗浄し、洗液をカラムに加えた後 5 分間静置する。200 mL のなす形フラスコをカラムの下に置き、試料溶液の入っていたなす形フラスコをヘキサン 10 mL ずつで 3 回洗浄し、洗液を順次カラムに加え、液面が充てん剤の上端に達するまで流下してピコリナフェンを溶出させる。更に同溶媒 50 mL をカラムに加えて同様に溶出させる。溶出液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。

シクロヘキサン-アセトン（4+1）10 mL を正確に加えて残留物を溶かし、1,000×g で 5 分間遠心分離し、上澄み液をメンブランフィルター（孔径 0.45 µm）でろ過し、ゲル浸透クロマトグラフィーに供する試料溶液とする。

ゲル浸透クロマトグラフィー 試料溶液 5.0 mL をゲル浸透クロマトグラフに注入し、ピコリナフェンが溶出する画分を 100 mL のなす型フラスコに分取し、40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。

ヘキサン 5 mL を加えて残留物を溶かし、カラム処理 II に供する試料溶液とする。

ゲル浸透クロマトグラフィー 例

カラム：スチレンジビニルベンゼン共重合体カラム（内径 20 mm、長さ 300 mm、粒径 15 µm）

ガードカラム：スチレンジビニルベンゼン共重合体カラム（内径 20 mm、長さ 100 mm、粒径 15  $\mu\text{m}$ ）

溶 離 液：シクロヘキサン-アセトン（4+1）

流 速：5 mL/min

分 取 画 分：75~105 mL

カラム処理 II 合成ケイ酸マグネシウムミニカラム（910 mg）をヘキサン 5 mL で洗浄する。

試料溶液をミニカラムに入れ、試料溶液の入っていたなす形フラスコをヘキサン 5 mL ずつで 2 回洗浄し、洗液を順次ミニカラムに加え、液面が充てん剤の上端に達するまで流出させる。

50 mL のなす形フラスコをミニカラムの下に置き、ヘキサン-アセトン（17+3）10 mL をミニカラムに加えてピコリナフェンを溶出させる。溶出液を 40  $^{\circ}\text{C}$  以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。

希釈溶媒 1 mL を正確に加えて残留物を溶かし、ガスクロマトグラフ質量分析計による測定に供する試料溶液とする。

ガスクロマトグラフ質量分析計による測定 試料溶液及び各ピコリナフェン標準液各 2  $\mu\text{L}$  をガスクロマトグラフ質量分析計に注入し、選択イオン検出クロマトグラムを得る。

測定条件 例

カ ラ ム：熔融石英製キャピラリーカラム（5 %ジフェニルー 95 %ジメチルポリシロキサンコーティング、内径 0.25 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25  $\mu\text{m}$ ）

キャリヤーガス：He（1.0 mL/min、初期流量）

試料導入法：スプリットレス（60 s）

試料導入部温度：250  $^{\circ}\text{C}$

カラム槽温度：初期温度 80  $^{\circ}\text{C}$ （1 min 保持） $\rightarrow$ 昇温 20  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  $\rightarrow$  280  $^{\circ}\text{C}$ （10 min 保持） $\rightarrow$ 300  $^{\circ}\text{C}$ （10 min 保持）

検 出 器：四重極型質量分析計<sup>注1</sup>

インターフェース温度：280  $^{\circ}\text{C}$

イオン源温度：230  $^{\circ}\text{C}$

イオン化電圧：70 eV

イオン化法：電子衝撃イオン化（EI）法

モニターイオン： $m/z$  376（定量イオン）、238（確認イオン）

計 算 得られた選択イオン検出クロマトグラムからピーク面積を求めて検量線を作成し、試料中のピコリナフェン量を算出する。

注 1 GCMS-QP2010 Plus（島津製作所製）による条件例

(参考) 分析法バリデーション

・添加回収率及び繰返し精度

試料の種類	添加濃度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD(%以下)
乳用牛飼育用配合飼料	5~100	3	99.4~105	10
肉豚肥育用配合飼料	10~100	3	97.2~106	3.1
小麦	10~100	3	91.5~98.2	5.5
とうもろこし	10~100	3	90.0~97.7	8.9
ライグラスストロー	5~100	3	77.7~91.8	8.7

・共同試験

試料の種類	試験室 数	添加濃度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	添加回収率 (%)	室内繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)	室間再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)	HorRat
ライグラスわら	8	100	88.1	7.5	12	0.54
乳用牛飼育用配合飼料	8	100	97.6	4.2	12	0.53

- ・定量下限 試料中 5  $\mu\text{g}/\text{kg}$
- ・検出下限 試料中 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$

132 ビフェントリン

132.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

132.2 ピレスロイド系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法  
第2節4による。

133 ピペロニルブトキシド

133.1 液体クロマトグラフ法

A 試薬の調製

1) ピペロニルブトキシド標準液 ピペロニルブトキシド [ $\text{C}_{19}\text{H}_{30}\text{O}_5$ ] 20 mg を正確に量って 100 mL の全量フラスコに入れ、メタノールを加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加えてピペロニルブトキシド標準原液とする（この液 1 mL は、ピペロニルブトキシドとして 0.2 mg を含有する。）。

使用に際して、標準原液の一定量をメタノールで正確に希釈し、1 mL 中にピペロニルブトキシドとして 0.5~5  $\mu\text{g}$  を含有する数点のピペロニルブトキシド標準液を調製する。

2) 塩基性アルミナ カラムクロマトグラフ用塩基性アルミナ（粒径 63~200  $\mu\text{m}$  (230~70 メッシュ)）<sup>注1</sup>を 105 °C で 1 時間乾燥する。

3) ケイ酸マグネシウム 合成ケイ酸マグネシウム（粒径 74~149  $\mu\text{m}$  (200~100 メッシュ)）<sup>注2</sup>を 105 °C で 1 時間乾燥する。

B 定 量

抽 出 分析試料 40.0 g を量って 300 mL の分液漏斗に入れ、メタノール 100 mL を加え、1 時間振り混ぜて抽出し、ろ紙（2 種）でろ過し、精製に供する試料溶液とする。



精製 試料溶液 25 mL を 100 mL のなす形フラスコに正確に入れ、50 °C 以下の水浴で 2~3 mL まで減圧濃縮し、濃縮液を 100 mL の分液漏斗 A に入れる。先のなす形フラスコを少量のメタノールで洗浄し、洗液を分液漏斗 A に合わせた後、分液漏斗 A にヘキサン 50 mL 及び塩化ナトリウム溶液 (10 w/v%) 50 mL を加え、激しく振り混ぜた後静置する。水層 (下層) を 100 mL の分液漏斗 B に入れ、ヘキサン層 (上層) を三角フラスコに入れる。分液漏斗 B にヘキサン 50 mL を加え、穏やかに振り混ぜた後静置し、水層を分液漏斗 A に合わせ、ヘキサン層を先の三角フラスコに合わせる。ヘキサン 50 mL を分液漏斗 A に加え、穏やかに振り混ぜた後静置し、水層を捨て、ヘキサン層を先の三角フラスコに合わせる。ヘキサン層を適量の硫酸ナトリウム (無水) で脱水し、200 mL の三角フラスコに分液ろ紙でろ過する。先の三角フラスコ及びろ紙を順次少量のヘキサンで洗浄し、洗液を先のろ紙を通してろ液を合わせ、カラム処理に供する試料溶液とする。

カラム処理 硫酸ナトリウム (無水) 2 g、塩基性アルミナ 1 g、ケイ酸マグネシウム 1 g 及び硫酸ナトリウム (無水) 2 g をそれぞれヘキサンに懸濁させてカラム管 (内径 10 mm) に順次流し込み、液面が充てん剤の上端から 3 mm の高さには達するまで流出させ、カラムを調製する。

試料溶液をカラムに入れ、試料溶液の入っていた三角フラスコを少量のヘキサンので洗浄し、洗液をカラムに加え、液面が充てん剤の上端から 3 mm の高さには達するまで流出させる。100 mL のなす形フラスコをカラムの下に置き、ヘキサン-クロロホルム (1+1) 50 mL をカラムに加えてピペロニルブトキシドを溶出させる。

溶出液を 50 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮し、更に窒素ガスを送って乾固した後、メタノール 2 mL を正確に加えて残留物を溶かし、メンブランフィルター (孔径 0.5 µm 以下) でろ過し、液体クロマトグラフィーに供する試料溶液とする。

液体クロマトグラフィー 試料溶液及び各ピペロニルブトキシド標準液各 20 µL を液体クロマトグラフに注入し、クロマトグラムを得る。

測定条件 例

検出器：蛍光検出器 (励起波長：294 nm、蛍光波長：326 nm)

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲルカラム (内径 4.6 mm、長さ 250 mm、粒径 5 µm) 注 3

溶離液：メタノール-水 (17+3)

流速：1.0 mL/min

計算 得られたクロマトグラムからピーク高さ又は面積を求めて検量線を作成し、試料中のピペロニルブトキシド量を算出する。

注 1 Aluminiumoxid aktiv basisch Art.1076 (Merck 製) 又はこれと同等のもの

2 フロリジル (Floridin 製) 又はこれと同等のもの

3 UNISIL PACK 5C18-250A (ジーエルサイエンス製) 又はこれと同等のもの

(参考) 分析法バリデーション

・添加回収率及び繰返し精度

試料の種類	添加濃度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD (%以下)
とうもろこし	50~1,000	3	80.4~83.9	4.0
マイロ	50~1,000	3	80.0~84.1	2.5
ブロイラー肥育後期用配合飼料	50~1,000	3	83.0~84.7	7.4

・共同試験

試料の種類	試験室 数	添加濃度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	添加回収率 (%)	室内繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)	室間再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)	HorRat
ブロイラー肥育 後期用配合飼料	6	500	92.0	2.9	5.8	0.32

134 ピペロホス

134.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

135 ピリダフェンチオン

135.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

136 ピリダベン

136.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

137 ピリプロキシフェン

137.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

138 ピリミホスメチル

138.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

138.2 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法 (その1)  
第2節2による。

138.3 クロルピリホスメチル及びピリミホスメチルのガスクロマトグラフによる同  
時分析法  
第3節12による。

## 139 ビンクロゾリン

### 139.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法 第3節1による。

### 139.2 ガスクロマトグラフ法

#### A 試薬の調製

- 1) ビンクロゾリン標準液 ビンクロゾリン [ $C_{12}H_9Cl_2NO_3$ ] 20 mg を正確に量って 100 mL の全量フラスコに入れ、アセトン 20 mL を加えて溶かし、更に標線まで 2,2,4-トリメチルペンタンを加えてビンクロゾリン標準原液を調製する（この液 1 mL は、ビンクロゾリンとして 0.2 mg を含有する。）。

使用に際して、標準原液の一定量を 2,2,4-トリメチルペンタン-アセトン (4+1) で正確に希釈し、1 mL 中にビンクロゾリンとして 0.01~2  $\mu$ g を含有する数点のビンクロゾリン標準液を調製する。

- 2) ケイ酸マグネシウム 合成ケイ酸マグネシウム（粒径 149~250  $\mu$ m (100~60 メッシュ)）を 130  $^{\circ}$ C で 16 時間乾燥する。

#### B 定 量

抽出 分析試料 5~10 g を正確に量って 200 mL の共栓三角フラスコに入れ、水 15 mL を加えて潤し、30 分間静置後、更にアセトン 80 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。300 mL のなす形フラスコをブフナー漏斗の下に置き、抽出液をろ紙（5 種 B）で吸引ろ過した後、先の三角フラスコ及び残さを順次アセトン 50 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過する。ろ液を 40  $^{\circ}$ C 以下の水浴で約 15 mL まで減圧濃縮し、塩化ナトリウム 5 g を加え、カラム処理 I に供する試料溶液とする。

カラム処理 I 試料溶液を多孔性ケイソウ土カラム（20 mL 保持用）に入れ、5 分間静置する。300 mL のなす形フラスコをカラムの下に置き、試料溶液の入っていたなす形フラスコをヘキサン 10 mL ずつで 3 回洗浄し、洗液を順次カラムに加え、液面が充てん剤の上端に達するまで流下してビンクロゾリンを溶出させる。更にヘキサン 90 mL をカラムに加えて同様に溶出させ、溶出液を 40  $^{\circ}$ C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。シクロヘキサン-アセトン (7+3) 10 mL を正確に加えて残留物を溶かし、メンブランフィルター（孔径 5  $\mu$ m 以下）でろ過した後、ゲル浸透クロマトグラフィーに供する試料溶液とする。

ゲル浸透クロマトグラフィー 試料溶液 5.0 mL をゲル浸透クロマトグラフに注入し、ビンクロゾリンが溶出する画分を 50 mL のなす形フラスコに分取し、40  $^{\circ}$ C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。

ヘキサノ-ジエチルエーテル (49+1) 5 mL を加えて残留物を溶かし、カラム処理 II に供する試料溶液とする。

### ゲル浸透クロマトグラフィー 例

カラム：スチレンジビニルベンゼン共重合体カラム（内径 20 mm、長さ 300 mm、粒径 15  $\mu\text{m}$ ）

ガードカラム：スチレンジビニルベンゼン共重合体カラム（内径 20 mm、長さ 100 mm、粒径 15  $\mu\text{m}$ ）

溶離液：シクロヘキサン-アセトン（7+3）

流速：5 mL/min

分取画分：60~75 mL

カラム処理 II ケイ酸マグネシウム 10 g をヘキサンに懸濁させてカラム管（内径 15 mm）に流し込み、液面が充てん剤の上端から 3 mm の高さに達するまで流出させ、カラムを調製する。

試料溶液をカラムに入れ、試料溶液の入っていたなす形フラスコをヘキサン-ジエチルエーテル（49+1）5 mL ずつで 3 回洗浄し、洗液を順次カラムに加え、液面が充てん剤の上端から 3 mm の高さに達するまで流出させる。更にヘキサン-ジエチルエーテル（49+1）30 mL をカラムに加え、同様に流出させる。

200 mL のなす形フラスコをカラムの下に置き、ヘキサン-ジエチルエーテル（17+3）80 mL をカラムに加えてピンクロゾリンを溶出させ、溶出液を 40  $^{\circ}\text{C}$  以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。

2,2,4-トリメチルペンタン-アセトン（4+1）5 mL を正確に加えて残留物を溶かし、ガスクロマトグラフィーに供する試料溶液とする。

ガスクロマトグラフィー 試料溶液及び各ピンクロゾリン標準液各 2  $\mu\text{L}$  をガスクロマトグラフに注入し、クロマトグラムを得る。

### 測定条件 例

検出器：アルカリ熱イオン化検出器

カラム：溶融石英製キャピラリーカラム（5%ジフェニル-95%ジメチルポリシロキサンコーティング、内径 0.25 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25  $\mu\text{m}$ ）

キャリアーガス：He（1.5 mL/min）

メイクアップガス：He（30 mL/min）

水素：3 mL/min

乾燥空気：140 mL/min

試料導入法：スプリットレス（60 s）

試料導入部温度：250  $^{\circ}\text{C}$

カラム槽温度：初期温度 80  $^{\circ}\text{C}$ （1 min 保持）→昇温 20  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ →280  $^{\circ}\text{C}$ （10 min 保持）

検出器温度：280  $^{\circ}\text{C}$

計算 得られたクロマトグラムからピーク高さ又は面積を求めて検量線を作成し、試料中のピンクロゾリン量を算出する。

(参考) 分析法バリデーション

・添加回収率及び繰返し精度

試料の種類	添加濃度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD (%以下)
幼すう用配合飼料	250~1,000	3	80.3~91.0	8.3
肉豚肥育用配合飼料	250~1,000	3	86.0~92.0	6.7
アルファルファヘイ	250~1,000	3	82.3~86.7	9.7

・共同試験

試料の種類	試験室 数	添加濃度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	添加回収率 (%)	室内繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)	室間再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)	HorRat
肉豚肥育用配合飼料	6	500	85.5	3.3	11.2	0.62

・定量下限 試料中 20  $\mu\text{g}/\text{kg}$

140 フィプロニル

140.1 フィプロニルの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による単成分分析法

(適用範囲：飼料)

A 試薬の調製

- 1) フィプロニル標準液 フィプロニル [ $\text{C}_{12}\text{H}_4\text{Cl}_2\text{F}_6\text{N}_4\text{OS}$ ] 20 mg を正確に量って 100 mL の全量フラスコに入れ、アセトンを加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加えてフィプロニル標準原液を調製する（この液 1 mL は、フィプロニルとして 0.2 mg を含有する。）。

使用に際して、標準原液の一定量をメタノールで正確に希釈し、1 mL 中にフィプロニルとして 1~100 ng を含有する数点のフィプロニル標準液を調製する。

- 2) 0.5 mol/L リン酸緩衝液 リン酸水素二カリウム 52.7 g 及びリン酸二水素カリウム 30.2 g を量って水 500 mL に溶かし、リン酸 (1+10) 又は水酸化カリウム溶液 (1 mol/L) を用いて pH を 7.0 に調整した後、更に水を加えて 1 L とする。

B 定 量

抽出 分析試料 10.0 g (乾牧草、稲わら及び稲発酵粗飼料は 5.0 g) を量って 200 mL の共栓三角フラスコに入れ、水 15 mL を加え、30 分間静置後、更にアセトニトリル 100 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。200 mL の全量フラスコをブフナー漏斗の下に置き、抽出液をろ紙 (5 種 B) で吸引ろ過した後、先の三角フラスコ及び残さを順次アセトニトリル 50 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過する。さらに、全量フラスコの標線までアセトニトリルを加え、液液分配に供する試料溶液とする。

液液分配 試料溶液 20 mL をあらかじめ塩化ナトリウム 10 g 及び 0.5 mol/L リン酸緩衝液 20 mL (試料が稲わらである場合は 0.5 w/v% 水酸化ナトリウム溶液 20 mL) を入れた 100 mL の分液漏斗に正確に加え、10 分間振り混ぜた後静置する。水層 (下層) を捨て、アセトニトリル層 (上層) を 100 mL の三角フラスコに入れ、適量の硫酸ナトリウム (無水) で脱水し、100 mL のなす形フラスコに綿栓

でろ過する。先の三角フラスコを少量のアセトニトリルで洗浄し、洗液を先の綿栓を通してろ液を合わせる。ろ液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮し、窒素ガスを送って乾固する。ヘキサン 2 mL を加えて残留物を溶かし、カラム処理に供する試料溶液とする。

カラム処理 グラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム (500 mg/500 mg) <sup>注1</sup> をアセトン 10 mL 及びヘキサン 10 mL で順次洗浄する。

試料溶液をミニカラムに入れ、液面が充てん剤の上端に達するまで流下させる。試料溶液の入っていたなす形フラスコをヘキサン 5 mL ずつで 2 回洗浄し、洗液を順次ミニカラムに加え、同様に流出させる。50 mL のなす形フラスコをミニカラムの下に置き、ヘキサン-アセトン (4+1) 15 mL をミニカラムに加え、フィプロニルを溶出させる。

溶出液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。メタノール 1 mL (試料が乾牧草、稲わら及び稲発酵粗飼料である場合は 10 mL) を正確に加えて残留物を溶かし、メンブランフィルター (孔径 0.20 µm 以下) でろ過し、液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による測定に供する試料溶液とする。

液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による測定 試料溶液及び各フィプロニル標準液各 5 µL を液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、選択反応検出クロマトグラムを得る。

測定条件 例

(液体クロマトグラフ部)

カラム : オクタデシルシリル化シリカゲルカラム (内径 2.0 mm、長さ 150 mm、粒径 3 µm) <sup>注2</sup>

溶離液 : 2 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液-2 mmol/L 酢酸アンモニウム含有メタノール溶液 (7+3) (0.2 min 保持) → 12.5 min → (1+19) (2.5 min 保持) → 2 min → (7+3) (12 min 保持)

流速 : 0.2 mL/min

カラム槽温度 : 40 °C

(タンデム型質量分析計部 <sup>注3</sup>)

イオン化法 : エレクトロスプレーイオン化法 (負イオンモード)

イオン源温度 : 120 °C

デソルベーションガス : N<sub>2</sub> (700 L/h、350 °C)

キャピラリー電圧 : 2.5 kV

コーン電圧 : 下表のとおり

コーンガス : N<sub>2</sub> (50 L/h)

コリジョンエネルギー : 下表のとおり

コリジョンガス : Ar (0.25 mL/min)

モニターイオン : 下表のとおり

表 モニターイオン条件

測定対象物質	プリカーサー イオン ( <i>m/z</i> )	プロダクトイオン		コーン電圧 (V)	コリジョン エネルギー (eV)
		定量用 ( <i>m/z</i> )	確認用 ( <i>m/z</i> )		
フィプロニル	435	330	—	25	15
		—	250		30

計算 得られた選択反応検出クロマトグラムからピーク面積又は高さを求めて検量線を作成し、試料中のフィプロニル量を算出する。

注 1 InertSep GC/PSA (ジーエルサイエンス製) 又はこれと同等のもの

2 Capcell Pak C18 MG II (大阪ソーダ製) 又はこれと同等のもの

3 ACQUITY TQD (Waters 製) による条件例

(参考) 分析法バリデーション

・添加回収率及び繰返し精度

試料の種類	添加濃度 (mg/kg)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)
鶏用配合飼料	0.0008	5	102	3.9
	0.01	5	83.2	7.1
	0.02	5	81.3	7.0
とうもろこし	0.0008	5	91.1	12
	0.008	5	85.8	6.6
	0.02	5	90.0	1.8
小麦	0.0008	5	81.3	8.9
	0.002	5	86.2	6.7
アルファルファ乾草	0.01	5	81.6	5.5
	0.04	5	86.7	4.1
	0.2	5	85.8	6.7
稲わら	0.01	5	84.8	9.0
	0.2	5	76.7	2.6
稲発酵粗飼料	0.004	5	102	7.0
	0.018	5	87.5	7.2
	0.11	5	85.6	5.2

・共同試験

試料の種類	有効試験室数	棄却試験室数	添加濃度 (mg/kg)	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)	室間再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)	HorRat
鶏用配合飼料	10	0	0.01	82.4	6.2	9.0	0.41
牛用配合飼料	10	0	0.0016	75.0	8.2	9.9	0.45
小麦	10	0	0.002	77.6	7.0	8.3	0.38
アルファルファ乾草	8	2	0.18	71.3	3.5	4.1	0.19
稲わら	10	0	0.25	69.6	3.0	9.3	0.44
稲発酵粗飼料	10	0	0.11	68.8	5.5	8.0	0.38

・定量下限 試料中 0.0008 mg/kg (乾牧草、稲わら及び稲発酵粗飼料 (風乾物) 0.01 mg/kg)

・検出下限 試料中 0.0002 mg/kg (乾牧草、稲わら及び稲発酵粗飼料 (風乾物) 0.004 mg/kg)

## 140.2 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法 第3節1による。

141 フェナリモル

141.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

141.2 テブコナゾール及びフェナリモルのガスクロマトグラフ質量分析計による同時分析法  
第3節16による。

142 フェニトロチオン

142.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

142.2 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法（その1）  
第2節2による。

142.3 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法（その2）  
第2節3による。

143 フェノチオカルブ

143.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

144 フェノトリン

144.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

145 フェノブカルブ

145.1 カルバリル、カルボフラン及びフェノブカルブの液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時分析法  
第3節32による。

145.2 カルバリルその他の農薬の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による同時分析法  
第3節19による。

145.3 カーバメート系農薬の液体クロマトグラフによる同時分析法  
第3節3による。



- 145.4 カーバメート系農薬のガスクロマトグラフによる同時分析法  
第3節5による。
- 146 フェンスルホチオン
- 146.1 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法（その1）  
第2節2による。
- 147 フェンチオン
- 147.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。
- 147.2 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法（その1）  
第2節2による。
- 147.3 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法（その2）  
第2節3による。
- 148 フェントエート
- 148.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。
- 148.2 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法（その1）  
第2節2による。
- 148.3 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法（その2）  
第2節3による。
- 149 フェンバレレート
- 149.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。
- 149.2 ピレスロイド系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法  
第2節4による。
- 149.3 フェンバレレート及びペルメトリンのガスクロマトグラフによる同時分析法  
第3節17による。
- 150 フェンブコナゾール
- 150.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

151 フェンプロパトリン

151.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

151.2 ピレスロイド系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法  
第2節4による。

152 ブタクロール

152.1 有機塩素系及び酸アミド系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法  
第2節1による。

153 ブタミホス

153.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

154 フラムプロップメチル

154.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

155 フルシトリネート

155.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

155.2 ガスクロマトグラフによるピレスロイド系農薬の系統的分析法  
第2節4による。

156 フルトラニル

156.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

157 フルトリアホール

157.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

158 フルバリネート

158.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

- 158.2 ピレスロイド系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法  
第2節4による。
- 159 フルミオキサジン
- 159.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。
- 160 フルミクロラックペンチル
- 160.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。
- 161 プレチラクロール
- 161.1 有機塩素系及び酸アミド系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法  
第2節1による。
- 162 プロシミドン
- 162.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。
- 163 プロチオホス
- 163.1 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法（その1）  
第2節2による。
- 164 プロパクロール
- 164.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。
- 165 プロパジン
- 165.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。
- 166 プロパニル
- 166.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。
- 167 プロパルギット
- 167.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

168 プロピコナゾール

168.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

168.2 トリアゾール系農薬のガスクロマトグラフによる同時分析法  
第3節6による。

169 プロファム

169.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

170 プロフェノホス

170.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

170.2 アジンホスメチル及びプロフェノホスのガスクロマトグラフによる同時分析法  
第3節9による。

171 プロペタンホス

171.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

172 プロポキスル

172.1 カーバメート系農薬の液体クロマトグラフによる同時分析法  
第3節3による。

172.2 カーバメート系農薬のガスクロマトグラフによる同時分析法  
第3節5による。

172.3 アズキシストロビンその他の農薬の液体クロマトグラフタンデム型質量  
分析計による同時分析法  
第3節20による。

173 プロメトリン

173.1 アメトリン、シアナジン及びプロメトリンの液体クロマトグラフ質量分析計  
による同時分析法  
第3節11による。

## 174 ブロモキシニル

### 174.1 ガスクロマトグラフ法

#### A 試薬の調製

ブロモキシニル標準液　　ブロモキシニル [C<sub>7</sub>H<sub>3</sub>Br<sub>2</sub>NO] 25 mg を正確に量って 50 mL の全量フラスコに入れ、アセトンを加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加えてブロモキシニル標準原液を調製する（この液 1 mL は、ブロモキシニルとして 0.5 mg を含有する。）。

使用に際して、標準原液の一定量をアセトンで正確に希釈し、1 mL 中にブロモキシニルとして 1.0 µg を含有するブロモキシニル標準液を調製する。

#### B 定 量

抽 出　　分析試料 10.0 g を量って 200 mL の共栓三角フラスコに入れ、水 20 mL 及び塩酸（1 mol/L）5 mL を加えて潤し、30 分間静置後、更にアセトン 100 mL を加え、60 分間振り混ぜて抽出する。200 mL の全量フラスコをブフナー漏斗の下に置き、抽出液をろ紙（5 種 B）で吸引ろ過した後、先の三角フラスコ及び残さを順次アセトン 50 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過する。更に全量フラスコの標線までアセトンを加えた後、この液 20 mL を正確に 200 mL のなす形フラスコに入れ、40 °C 以下の水浴で約 5 mL まで減圧濃縮し、加水分解に供する試料溶液とする。

加水分解　　試料溶液にメタノール 50 mL 及びアンモニア水 10 mL を加え、ときどき軽く振り混ぜながら室温で 60 分間静置する。この液を 40 °C 以下の水浴で約 10 mL まで減圧濃縮し、ジエチルエーテル洗浄及び転溶に供する試料溶液とする。

ジエチルエーテル洗浄及び転溶　　試料溶液を 300 mL の分液漏斗 A に入れ、炭酸水素ナトリウム溶液（4 w/v%）100 mL 及びジエチルエーテル 50 mL を分液漏斗 A に加え、5 分間振り混ぜた後静置する。水層（下層）を 300 mL の分液漏斗 B に入れ、分液漏斗 B にジエチルエーテル 50 mL を加え、5 分間振り混ぜた後静置する。

水層を 500 mL の分液漏斗 C に入れ、塩酸（6 mol/L）15 mL を少量ずつ加えて pH を 2 以下に調整した後、発泡が収まるまで 20 分程度静置する。分液漏斗 C にジエチルエーテル 50 mL を加え、5 分間振り混ぜた後静置し、水層を 500 mL の分液漏斗 D に入れ、ジエチルエーテル層（上層）を 300 mL の三角フラスコに入れる。分液漏斗 D にジエチルエーテル 50 mL を加え、5 分間振り混ぜた後静置し、水層を捨て、ジエチルエーテル層を先の三角フラスコに合わせる。ジエチルエーテル層を適量の硫酸ナトリウム（無水）で脱水し、200 mL のなす形フラスコにろ紙（5 種 B）でろ過した後、先の三角フラスコを少量のジエチルエーテルで洗浄し、洗液を先のろ紙を通してろ液を合わせる。

ろ液を 40 °C 以下の水浴で約 1 mL まで減圧濃縮し、窒素ガスを送って乾固した後、アセトン 2 mL を加えて残留物を溶かし、メチル化に供する試料溶液とする。

メチル化　　試料溶液にメタノール 1 mL 及びトリメチルシリルジアゾメタン液

0.5 mL を加え、ときどき軽く振り混ぜながら室温で 30 分間静置し、ブロモキシニルをメチル化する。この液にアセトン-ジエチレングリコール (49+1) 50  $\mu$ L を加え、窒素ガスを送って乾固する。ヘキサン 5 mL を加えて残留物を溶かし、カラム処理に供する試料溶液とする。

同時に、ブロモキシニル標準液 2 mL を 50 mL のなし形フラスコに正確に入れ、以下同様にメチル化の操作を行った後、ヘキサン 10 mL を正確に加えて残留物を溶かす。この液の一定量をヘキサンの正確に希釈し、1 mL 中にブロモキシニルとして 2~200 ng 相当量を含有する数点の標準液を調製する。

カラム処理 合成ケイ酸マグネシウムミニカラム (910 mg) をヘキサン 10 mL で洗浄する。

試料溶液をミニカラムに入れ、液面が充てん剤の上端に達するまで自然流下で流出させる。試料溶液の入っていたなし形フラスコをヘキサン 5 mL ずつで 2 回洗浄し、洗液を順次ミニカラムに加え、同様に流出させる。50 mL のなし形フラスコをミニカラムの下に置き、ヘキサン-アセトン (99+1) 20 mL をミニカラムに加えてブロモキシニルのメチル化物を溶出させる。溶出液にアセトン-ジエチレングリコール (49+1) 50  $\mu$ L を加え、40  $^{\circ}$ C 以下の水浴で約 1 mL まで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。

ヘキサン 2 mL を正確に加えて残留物を溶かし、ガスクロマトグラフィーに供する試料溶液とする。

ガスクロマトグラフィー 試料溶液及び各標準液各 1  $\mu$ L をガスクロマトグラフに注入し、クロマトグラムを得る。

#### 測定条件 例

検 出 器：電子捕獲検出器  
カ ラ ム：溶融石英製キャピラリーカラム (6%シアノプロピルフェニル-94%ジメチルポリシロキサンコーティング、  
内径 0.32 mm、長さ 30 m、膜厚 1.8  $\mu$ m)

キャリアーガス：He (5 mL/min)

メイクアップガス：N<sub>2</sub> (60 mL/min)

試料導入法：スプリットレス (60 s)

試料導入部温度：250  $^{\circ}$ C

カラム槽温度：80  $^{\circ}$ C (2 min 保持)  $\rightarrow$ 昇温 10  $^{\circ}$ C/min  $\rightarrow$ 260  $^{\circ}$ C (10 min 保持)

検出器温度：300  $^{\circ}$ C

計 算 得られたクロマトグラムからピーク高さを求めて検量線を作成し、試料中のブロモキシニル量を算出する。

(参考) 分析法バリデーション

・添加回収率及び繰返し精度

試料の種類	添加濃度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD (%以下)
アルファルファ	10~100	3	79.8~97.6	9.1
とうもろこし	20~200	3	96.5~98.7	7.5
成鶏飼育用配合飼料	20~200	3	104.0~106.8	3.2
肉用牛肥育用配合飼料	20~200	3	95.7~98.8	11.8

・共同試験

試料の種類	試験室 数	添加濃度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	添加回収率 (%)	室内繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)	室間再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)	HorRat
チモシー	6	100	95.4	4.9	12.3	0.56
とうもろこし	6	200	90.7	3.1	7.3	0.35

・定量下限 試料中 5  $\mu\text{g}/\text{kg}$

・検出下限 試料中 2  $\mu\text{g}/\text{kg}$

175 ブロモブチド

175.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

176 ブロモプロピレート

176.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

177 ブロモホス

177.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

178 ヘキサクロロベンゼン

178.1 有機塩素系及び酸アミド系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法  
第2節1による。

179 ヘキサコナゾール

179.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

180 ベノキサコール

180.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

## 181 ベノミル

### 181.1 カルベンダジム、チオファネートメチル及びベノミルの液体クロマトグラフ質量分析計による分析法<sup>注1</sup>

48.1 による。

注 1 ベノミルは、カルベンダジムとしての量に換算され、カルベンダジム、カルベンダジムに換算したチオファネートメチル及びカルベンダジムに換算したベノミルの総和として定量される。

### 181.2 液体クロマトグラフ法

#### A 試薬の調製

カルベンダジム標準液 カルベンダジム [C<sub>9</sub>H<sub>9</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>] 20 mg を正確に量って 100 mL の全量フラスコに入れ、ジクロロメタン-メタノール (193+7) を加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加えてカルベンダジム標準原液とする (この液 1 mL は、カルベンダジムとして 0.2 mg を含有する。)

使用に際して、標準原液の一定量をジクロロメタン-メタノール (193+7) で正確に希釈し、1 mL 中にカルベンダジムとして 0.25~2 µg を含有する数点のカルベンダジム標準液を調製する。

#### B 定 量

抽 出 分析試料 10.0~20.0 g を量って 300 mL の分液漏斗に入れ、メタノール-水 (1+1) 100 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出する (ベノミルは抽出液中にカルベンダジムとして存在する。) <sup>注1</sup>。200 mL の全量フラスコをブフナー漏斗の下に置き、抽出液をろ紙 (5 種 B) で吸引ろ過した後、先の分液漏斗及び残さを順次メタノール-水 (1+1) 25 mL で 2 回洗浄し、同様に吸引ろ過する。更にメタノールを全量フラスコの標線まで加えた後、この液 50~100 mL を 300 mL のなす形フラスコに入れ、50 °C 以下の水浴で約 10 mL まで減圧濃縮し、カラム処理に供する試料溶液とする。

カラム処理 試料溶液を多孔性ケイソウ土カラム (20 mL 保持用) に入れ、試料溶液の入っていたなす形フラスコを少量の水で洗浄し、洗液をカラムに加え、5 分間静置する。

300 mL のなす形フラスコをカラムの下に置き、ジクロロメタン-ヘキサン (1+1) 100 mL をカラムに加えてカルベンダジムを溶出させる。溶出液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮し、窒素ガスを送って乾固し、得られた残留物を精製に供する。

精 製 残留物をジクロロメタン 50 mL で 100 mL の分液漏斗 A に移し、更に、残留物の入っていたなす形フラスコを塩酸 (0.1 mol/L) 25 mL で洗浄し、洗液を分液漏斗 A に合わせる。分液漏斗 A を 5 分間振り混ぜた後静置し、ジクロロメタン層 (下層) を 100 mL の分液漏斗 B に入れ、塩酸層 (上層) を 100 mL のトールビーカーに入れる。分液漏斗 A を少量の塩酸 (0.1 mol/L) で洗浄し、洗液をトールビーカーに合わせる。分液漏斗 B に塩酸 (0.1 mol/L) 25 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後静置し、ジクロロメタン層を捨て塩酸層を先のトールビーカー



に合わせる。

塩酸層の pH を水酸化ナトリウム溶液 (1 mol/L) で 6.5 に調整した後、塩酸層を 300 mL の分液漏斗 C に入れる。先のトールビーカーをジクロロメタン 50 mL で洗浄し、洗液を分液漏斗 C に加え、5 分間振り混ぜた後静置し、ジクロロメタン層 (下層) を三角フラスコに入れる。分液漏斗 C にジクロロメタン 50 mL を加え、同様に操作し、ジクロロメタン層を先の三角フラスコに合わせる。ジクロロメタン層を適量の硫酸ナトリウム (無水) で脱水し、300 mL のなす形フラスコに分液ろ紙でろ過した後、先の三角フラスコ及びろ紙を順次少量のジクロロメタンで洗浄し、洗液を先のろ紙を通してろ液を合わせる。ろ液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。

ジクロロメタン-メタノール (193+7) 2 mL を正確に加えて残留物を溶かし、メンブランフィルター (孔径 0.5 µm 以下) でろ過し、液体クロマトグラフィーに供する試料溶液とする。

液体クロマトグラフィー 試料溶液及び各カルベンダジム標準液各 20 µL を液体クロマトグラフに注入し、クロマトグラムを得る。

#### 測定条件 例

検 出 器：蛍光検出器 (励起波長：285 nm、蛍光波長：315 nm)

カ ラ ム：オクタデシルシリル化シリカゲルカラム (内径 4.6 mm、長さ 250 mm、粒径 5 µm) <sup>注2</sup>

溶 離 液：ジクロロメタン-メタノール (193+7)

流 速：1.0 mL/min

カラム槽温度：40 °C

計 算 得られたクロマトグラムからピーク高さ又は面積を求めて検量線を作成し、次式により試料中のベノミル [C<sub>14</sub>H<sub>18</sub>N<sub>4</sub>O<sub>3</sub>] 量を算出する。

試料中のベノミル量 (µg/kg) =  $A \times 1.52 \times 20$

A：検量線から求めたカルベンダジムの重量 (ng)

注 1 本法では、試料中にカルベンダジムが含まれている場合には、カルベンダジムがベノミルと同様に抽出され、試料中のベノミル量に含まれる可能性がある。

2 Nucleosil 50-5 (Macherey-Nagel 製) 又はこれと同等のもの

(参考) 分析法バリデーション

・添加回収率及び繰返し精度

試料の種類	添加濃度 (µg/kg)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD (%以下)
とうもろこし	200~1,000	3	98.8~100.6	7.8
プロイラー後期用配合飼料	200~1,000	3	92.0~96.7	8.8
スーダングラス	200~1,000	3	90.1~103.7	10.5

・共同試験

試料の種類	試験室数	添加濃度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	添加回収率 (%)	室内繰返し精度 $\text{RSD}_r$ (%)	室間再現精度 $\text{RSD}_R$ (%)	HorRat
プロイラー後期用配合飼料	6	200	98.0	4.6	7.5	0.37

・定量下限 試料中 20  $\mu\text{g}/\text{kg}$

182 ヘプタクロル (ヘプタクロル及びヘプタクロルエポキシド)

182.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

182.2 有機塩素系及び酸アミド系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法  
第2節1による。

182.3 有機塩素系農薬のガスクロマトグラフによる同時分析法  
第3節2による。

183 ヘプタクロルエポキシド

183.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

183.2 有機塩素系及び酸アミド系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法  
第2節1による。

183.3 有機塩素系農薬のガスクロマトグラフによる同時分析法  
第3節2による。

184 ペルメトリン (*cis*-ペルメトリン及び *trans*-ペルメトリン)

184.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

184.2 ピレスロイド系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法  
第2節4による。

184.3 フェンバレレート及びペルメトリンのガスクロマトグラフによる同時分析法  
第3節17による。

185 ペンコナゾール

185.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

## 186 ベンスルタップ

186.1 カルタップ、チオシクロラム及びベンスルタップの液体クロマトグラフ質量分析計による分析法<sup>注1</sup>

45.1 による。

注 1 ベンスルタップは、カルタップとしての量に換算され、カルタップ、カルタップに換算したチオシクロラム及びカルタップに換算したベンスルタップの総和として定量される。

## 187 ベンダイオカルブ

187.1 カーバメート系農薬の液体クロマトグラフによる同時分析法（その1）  
第3節3による。

187.2 カーバメート系農薬の液体クロマトグラフによる同時分析法（その2）  
第3節4による。

## 188 ベンタゾン

188.1 ガスクロマトグラフ法

### A 試薬の調製

ベンタゾン標準原液 ベンタゾン [C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S] 25 mg を正確に量って 50 mL の褐色全量フラスコに入れ、アセトンを加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加えてベンタゾン標準原液を調製する（この液 1 mL は、ベンタゾンとして 0.5 mg を含有する。）。

### B 定 量<sup>注1</sup>

抽 出 分析試料 10.0 g を量って 200 mL の褐色共栓三角フラスコに入れ、水 15 mL を加えて潤し、30 分間静置後、更にメタノール 100 mL を加え、60 分間振り混ぜて抽出する。200 mL の全量フラスコをブフナー漏斗の下に置き、抽出液をろ紙（5 種 B）で吸引ろ過した後、先の三角フラスコ及び残さを順次メタノール 50 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過する。更に全量フラスコの標線までメタノールを加え、この液 80 mL を 200 mL のなす形フラスコに入れ、40 °C 以下の水浴で約 5 mL まで減圧濃縮し、精製に供する試料溶液とする。

精 製 試料溶液を 300 mL の分液漏斗 A に入れ、塩化ナトリウム溶液（5 w/v%）50 mL、水酸化ナトリウム溶液（1 mol/L）4 mL 及びヘキサノー酢酸エチル（1+1）50 mL を分液漏斗 A に加え、穏やかに振り混ぜた後静置する。水層（下層）を 300 mL の分液漏斗 B に入れ、ヘキサノー酢酸エチル（1+1）50 mL を加え、同様に振り混ぜた後静置する。水層を分液漏斗 C に入れ、塩酸（6 mol/L）2 mL 及びヘキサノー酢酸エチル（1+1）100 mL を加え、5 分間激しく振り混ぜた後静置する。水層を 300 mL の分液漏斗 D に入れ、ヘキサノー酢酸エチル（1+1）層（上層）を 300 mL の褐色三角フラスコに入れる。分液漏斗 D にヘキサノー酢酸エチル（1+1）50 mL を加え、5 分間激しく振り混ぜた後静置し、ヘキサノー酢酸エチル（1+1）層を先の褐色三角フラスコに合わせる。ヘキサノー

酢酸エチル層を適量の硫酸ナトリウム（無水）で脱水し、500 mL のなす形フラスコにろ紙（5 種 B）でろ過する。先の三角フラスコ及びろ紙を順次少量のヘキサン-酢酸エチル（1+1）で洗浄し、洗液を先のろ紙を通してろ液を合わせる。ろ液を 40 °C 以下の水浴で約 1 mL まで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。

メタノール 1 mL を加えて残留物を溶かし、誘導体化に供する試料溶液とする。  
誘導体化 試料溶液にトリメチルシリルジアゾメタン液 0.5 mL を加えた後、試料溶液の入っているなす形フラスコを密栓して室温で 30 分間静置し、窒素ガスを送って乾固する。ヘキサン 5 mL を加えて残留物を溶かし、カラム処理に供する試料溶液とする。

標準原液の誘導体化 ベンタゾン標準原液 1 mL を 100 mL のなす形フラスコに正確に入れ、窒素ガスを送って乾固した後、メタノール 1 mL を加えて残留物を溶かし、トリメチルシリルジアゾメタン液 0.5 mL を加える。先のなす形フラスコを密栓し、室温で 30 分間静置し、窒素ガスを送って乾固する。残留物をアセトン 2 mL を加えて残留物を溶かし、更にアセトンで正確に希釈し、1 mL 中にベンタゾンとして 0.02~1.2 µg 相当量を含む数点の標準液を調製する。

カラム処理 シリカゲルミニカラム（690 mg）をヘキサン 5 mL で洗浄する。

試料溶液をミニカラムに入れ、液面が充てん剤の上端に達するまで流出させる。試料溶液の入っていたなす形フラスコをヘキサン 5 mL ずつで 3 回洗浄し、洗液を順次ミニカラムに加え、同様に流出させる。更にヘキサングエチルエーテル（49+1）10 mL をミニカラムに加え、同様に流出させる。

50 mL のなす形フラスコをミニカラムの下に置き、ヘキサングエチルエーテル（19+1）20 mL をミニカラムに加えてベンタゾン誘導体化物を溶出させる。溶出液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。

アセトン 2 mL を正確に加えて残留物を溶かし、ガスクロマトグラフィーに供する試料溶液とする。

ガスクロマトグラフィー 試料溶液及び各標準液各 2 µL をガスクロマトグラフに注入し、クロマトグラムを得る。

#### 測定条件 例

検 出 器：窒素リン検出器  
カ ラ ム：熔融石英製キャピラリーカラム（5%ジフェニル-95%ジメチルポリシロキサンコーティング、内径 0.25 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25 µm）

キャリアーガス：He（2.5 mL/min）

メイクアップガス：He（2 mL/min）

水 素：3 mL/min

乾 燥 空 気：60 mL/min

試 料 導 入 法：スプリットレス（60 s）

試料導入部温度：250 °C

カラム槽温度：初期温度 70 °C（1 min 保持）→昇温 20 °C/min→280 °C  
（4 min 保持）

検出器温度：280 °C

計算 得られたクロマトグラムからピーク高さ又は面積を求めて検量線を作成し、試料中のベンタゾン量を算出する。

注 1 定量操作は遮光した状態で行う。

(参考) 分析法バリデーション

・添加回収率及び繰返し精度

試料の種類	添加濃度 (µg/kg)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD (%以下)
幼すう育成用配合飼料	50~500	3	89.4~91.8	7.8
ほ乳期子牛育成用配合飼料	50~500	3	91.6~95.4	7.5
ライグラス	50~500	3	85.3~88.1	7.7
チモシー	50~500	3	83.5~86.4	3.7

・共同試験

試料の種類	試験室 数	添加濃度 (µg/kg)	添加回収率 (%)	室内繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)	室間再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)	HorRat
ブロイラー肥育 後期用配合飼料	7	500	96.0	11.6	13.3	0.74
ライグラス	7	500	90.3	5.4	10.8	0.60

・定量下限 試料中 10 µg/kg

・検出下限 試料中 3 µg/kg

## 189 ペンディメタリン

189.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

## 190 ベンフルラリン

190.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

## 191 ホキシム

191.1 液体クロマトグラフ法

### A 試薬の調製

1) ホキシム標準液 ホキシム [C<sub>12</sub>H<sub>15</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>PS] 25 mg を正確に量って 50 mL の全量フラスコに入れ、アセトンを加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加えてホキシム標準原液を調製する（この液 1 mL は、ホキシムとして 0.5 mg を含有する。）。

使用に際して、標準原液の一定量をメタノールで正確に希釈し、1 mL 中にホキシムとして 0.05~5 µg を含有する数点のホキシム標準液を調製する。

2) ケイ酸マグネシウム 合成ケイ酸マグネシウム（粒径 149~250 µm（100~60 メッシュ））をアセトンで洗浄した後、風乾し、130 °C で 16 時間乾燥する。

## B 定 量

抽出 分析試料 10.0 g を量って 200 mL の共栓三角フラスコに入れ、水 15 mL を加えて潤した後 15 分間静置し、アセトン 80 mL（乾牧草は 120 mL）を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。300 mL のなす形フラスコをブフナー漏斗の下に置き、抽出液をろ紙（5 種 B）で吸引ろ過した後、先の三角フラスコ及び残さを順次アセトン 50 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過する。ろ液を 40 °C 以下の水浴で約 15 mL まで減圧濃縮し、塩化ナトリウム 5 g を加えてカラム処理 I に供する試料溶液とする。

カラム処理 I 試料溶液を多孔性ケイソウ土カラム（20 mL 保持用）に入れ、5 分間静置する。300 mL のなす形フラスコをカラムの下に置き、試料溶液の入っていたなす形フラスコをヘキサン 10 mL ずつで 3 回洗浄し、洗液を順次カラムに加える。液面が充てん剤の上端に達するまで流下してホキシムを溶出させる。更に同溶媒 70 mL をカラムに加えて同様に溶出させる。

溶出液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。シクロヘキサン-アセトン（4+1）10 mL を正確に加えて残留物を溶かし、メンブランフィルター（孔径 0.5 μm）でろ過してゲル浸透クロマトグラフィーに供する試料溶液とする。

ゲル浸透クロマトグラフィー 試料溶液 5.0 mL をゲル浸透クロマトグラフに注入し、ホキシムが溶出する画分を 100 mL のなす形フラスコに分取し、40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。

ヘキサノジエチルエーテル（9+1）5 mL を加えて残留物を溶かし、カラム処理 II に供する試料溶液とする。

ゲル浸透クロマトグラフ条件 例

カラム：スチレンジビニルベンゼン共重合体カラム（内径 20 mm、長さ 300 mm、粒径 15 μm）

ガードカラム：スチレンジビニルベンゼン共重合体カラム（内径 20 mm、長さ 100 mm、粒径 15 μm）

溶離液：シクロヘキサン-アセトン（4+1）

流速：5 mL/min

分取画分：80~100 mL

カラム処理 II ケイ酸マグネシウム 5 g をヘキサンに懸濁させてカラム管（内径 15 mm）に流し込み、液面が充てん剤の上端から 3 mm の高さに達するまで流出させ、カラムを調製する。

200 mL のなす形フラスコをカラムの下に置き、試料溶液をカラムに入れ、試料溶液の入っていたなす形フラスコをヘキサノジエチルエーテル（9+1）5 mL ずつで 3 回洗浄し、洗液を順次カラムに加える。液面が充てん剤の上端から 3 mm の高さに達するまで流下してホキシムを流出させる。更に同溶媒 50 mL をカラムに加えて同様に流出させ、流出液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。

メタノール 2 mL を正確に加えて残留物を溶かし、この溶液をプラスチック製

遠心沈殿管（容量 1.5 mL）に入れ、5,000×g で 5 分間遠心分離し、上澄み液を液体クロマトグラフィーに供する試料溶液とする。

液体クロマトグラフィー 試料溶液及び各ホキシム標準液各 20 μL を液体クロマトグラフに注入し、クロマトグラムを得る。

測定条件 例

検 出 器：紫外吸光光度検出器（測定波長：284 nm）

カ ラ ム：オクタデシルシリル化シリカゲルカラム（内径 4.6 mm、長さ 250 mm、粒径 5 μm）<sup>注1</sup>

溶 離 液：メタノール-水（7+3）

流 速：1 mL/min

カラム槽温度：40 °C

計 算 得られたクロマトグラムからピーク高さ又は面積を求めて検量線を作成し、試料中のホキシム量を算出する。

注 1 Mightysil RP-18 GP（関東化学製）又はこれと同等のもの

（参考）分析法バリデーション

- ・ 添加回収率及び繰返し精度

試料の種類	添加濃度 (μg/kg)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD (%以下)
鶏用配合飼料	100~500	3	88.2~88.8	5.4
豚用配合飼料	100~500	3	90.5~91.7	4.1
とうもろこし	100~500	3	90.4~90.6	4.4
ライグラス	100~500	3	89.7~91.6	7.3

- ・ 共同試験

試料の種類	試験室 数	添加濃度 (μg/kg)	添加回収率 (%)	室内繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)	室間再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)	HorRat
肉用牛肥育用配合飼料	7	200	89.5	5.9	8.5	0.41

- ・ 定量下限 試料中 25 μg/kg

192 ホサロン

192.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

192.2 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法（その1）  
第2節2による。

192.3 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法（その2）  
第2節3による。

193 ホスチアゼート

193.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

194 ホスメット

194.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

194.2 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法（その1）  
第2節2による。

195 ホレート

195.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

195.2 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法（その1）  
第2節2による。

196 マラチオン

196.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
第3節1による。

196.2 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法（その1）  
第2節2による。

196.3 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法（その2）  
第2節3による。



197 マンゼブ

197.1 ジネブ及びマンゼブの液体クロマトグラフによる分析法<sup>注1</sup>

(適用範囲：配合飼料)

79.1 による。

注 1 本法では、試料中のジネブ及びマンゼブはいずれもエチレンビスメチルジチオカーバメートに変換され、ジネブとしての含量又はマンゼブとしての含量として定量される。

198 ミクロブタニル

198.1 シアナジン及びミクロブタニルのガスクロマトグラフによる同時分析法

第3節14による。

199 メカルバム

199.1 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法

第2節2による。

200 メタクリホス

200.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法

第3節1による。

201 メチオカルブ（メチオカルブスルホキシド及びメチオカルブスルホンを含む。）

201.1 カーバメート系農薬の液体クロマトグラフによる同時分析法

第3節4による。

202 メチダチオン

202.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法

第3節1による。

202.2 有機リン系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法

第2節2による。

203 メトキシクロール

203.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法

第3節1による。

203.2 有機塩素系及び酸アミド系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法

第2節1による。

203.3 アラクロール、アレスリン、クロルプロファミン、ジクロラン及びメトキシクロールのガスクロマトグラフによる系統的分析法  
第2節5による。

204 メトプレレン

204.1 液体クロマトグラフ法

A 試薬の調製

メトプレレン標準液　メトプレレン [C<sub>19</sub>H<sub>34</sub>O<sub>3</sub>] 20 mg を正確に量って 100 mL の全量フラスコに入れ、アセトニトリルを加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加えてメトプレレン標準原液を調製する（この液 1 mL は、メトプレレンとして 0.2 mg を含有する。）。

使用に際して、標準原液の一定量をアセトニトリルで正確に希釈し、1 mL 中にメトプレレンとして 0.02~0.5 µg を含有する数点のメトプレレン標準液を調製する。

B 定 量

抽出　分析試料 10.0 g を量って 200 mL の共栓三角フラスコに入れ、アセトニトリル-水 (3+1) 20 mL を加えて潤し、15 分間静置後、更にアセトニトリル 100 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。300 mL のなす形フラスコをブフナー漏斗の下に置き、抽出液をろ紙 (5 種 B) で吸引ろ過した後、先の三角フラスコ及び残さを順次アセトニトリル 50 mL で洗浄し、同様に吸引ろ過する。ろ液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮し、塩化ナトリウム飽和溶液 20 mL を加え、カラム処理 I に供する試料溶液とする。

カラム処理 I　試料溶液を多孔性ケイソウ土カラム (20 mL 保持用) に入れ、5 分間静置する。300 mL のなす形フラスコをカラムの下に置き、試料溶液の入っていたなす形フラスコをヘキサン 20 mL ずつで 3 回洗浄し、洗液を順次カラムに加える。液面が充てん剤の上端に達するまで流下してメトプレレンを溶出させる。更にヘキサン 60 mL をカラムに加えて同様に溶出させ、溶出液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。

ヘキサン 10 mL を正確に加えて残留物を溶かし、カラム処理 II に供する試料溶液とする。

カラム処理 II　試料溶液 2 mL を多孔性ケイソウ土ミニカラム (3 mL 保持用)<sup>注1</sup>に正確に入れ、2 分間減圧して溶媒を除去する。あらかじめアセトニトリル 5 mL で洗浄したオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (360 mg) を多孔性ケイソウ土ミニカラムの下に連結する。

100 mL のなす形フラスコをミニカラムの下に置き、ヘキサン飽和アセトニトリル 20 mL をミニカラムに加えてメトプレレンを溶出させ、溶出液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。

ヘキサノール-ジエチルエーテル (19+1) 2 mL を加えて残留物を溶かし、カラム処理 III に供する試料溶液とする。

カラム処理 III　合成ケイ酸マグネシウムミニカラム (910 mg) をヘキサン 5 mL で洗浄する。

試料溶液をミニカラムに入れ、試料溶液の入っていたなす形フラスコをヘキサジエチルエーテル (19+1) 2 mL ずつで 2 回洗浄し、洗液を順次カラムに加え、液面が充てん剤の上端に達するまで流出させる。更にヘキサジエチルエーテル (19+1) 20 mL をミニカラムに加え、同様に流出させる。50 mL のなす形フラスコをミニカラムの下に置き、ヘキサジエチルエーテル (17+3) 10 mL をミニカラムに加えてメトプレンを溶出させる。溶出液を 40 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。

アセトニトリル 2 mL を正確に加えて残留物を溶かし、メンブランフィルター (孔径 0.5 µm 以下) でろ過し、液体クロマトグラフィーに供する試料溶液とする。

液体クロマトグラフィー 試料溶液及び各標準液各 20 µL を液体クロマトグラフに注入し、クロマトグラムを得る。

#### 測定条件 例

検 出 器：紫外吸光光度検出器 (測定波長 267 nm)  
 カ ラ ム：オクタデシルシリル化シリカゲルカラム (内径 4.6 mm、長さ 250 mm、粒径 5 µm) <sup>注2</sup>  
 溶 離 液：アセトニトリル-水 (7+3)  
 流 速：1 mL/min  
 カラム槽温度：40 °C

計 算 得られたクロマトグラムからピークの高さ又は面積を求めて検量線を作成し、試料中のメトプレンを算出する。

注 1 Extrelut-3 (Merck 製) に適当な容量のリザーバーを連結したもの又はこれと同等のもの

2 HAlsil C18 (Higgins Analytical 製) 又はこれと同等のもの

(参考) 分析法バリデーション

#### ・添加回収率及び繰返し精度

試料の種類	添加濃度 (µg/kg)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD (%以下)
鶏用配合飼料	50~500	3	91.7~99.0	8.5
肉豚肥育用配合飼料	50~500	3	85.7~86.0	14.9
アルファルファ	50~500	3	92.0~95.0	4.9

#### ・共同試験

試料の種類	試験室 数	添加濃度 (µg/kg)	添加回収率 (%)	室内繰返し精度 RSD <sub>r</sub> (%)	室間再現精度 RSD <sub>R</sub> (%)	HorRat
成鶏飼育用配合飼料	7	500	91.2	5.5	7.8	0.43

#### ・定量下限 試料中 50 µg/kg

## 205 メトミノストロビン (E 体)

205.1 農薬のガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法  
 第 3 節 1 による。