

○飼料分析基準（平成 20 年 4 月 1 日付け 19 消安第 14729 号農林水産省消費・安全局長通知）一部改正案 新旧対照表

（下線部は改正箇所）

改 正 後	現 行
目 次	目 次
第 1 章～第 4 章 〔略〕	第 1 章～第 4 章 〔略〕
第 5 章 かび毒	第 5 章 かび毒
第 1 節 かび毒各条	第 1 節 かび毒各条
1～19 〔略〕	1～19 〔略〕
20 <u>α-ゼアララノール</u>	〔新設〕
21 <u>β-ゼアララノール</u>	〔新設〕
22 <u>ゼアララノン</u>	〔新設〕
23 <u>α-ゼアラレノール</u>	〔新設〕
24 <u>β-ゼアラレノール</u>	〔新設〕
第 2～4 節 〔略〕	第 2～4 節 〔略〕
第 6 章 農 薬	第 6 章 農 薬
第 1 節 各条	第 1 節 各条
1～17 〔略〕	1～17 〔略〕
18 アルジカルブ（アルジカルブスルホキシドを含む）	18 アルジカルブ（アルジカルブスルホキシド <u>及びアルジカルブスルホン</u> を含む）
19～57 〔略〕	19～57 〔略〕
58 グルホシネート（3-メチルホスフィニコプロピオン酸 <u>及び N-アセチルグルホシネート</u> を含む）	58 グルホシネート（3-メチルホスフィニコプロピオン酸を含む）
59～222 〔略〕	59～222 〔略〕
223 <u>アゾキシストロビン</u>	〔新設〕
224 <u>アルジカルブスルホン</u>	〔新設〕
225 <u>オリサストロビン（オリサストロビン 5Z 異性体を含む）</u>	〔新設〕

改正後	現 行
226 <u>クミルロン</u>	〔新設〕
227 <u>ジクロシメット</u>	〔新設〕
228 <u>シハロホップブチル</u>	〔新設〕
229 <u>シメコナゾール</u>	〔新設〕
230 <u>シメトリン</u>	〔新設〕
231 <u>ダイムロン</u>	〔新設〕
232 <u>テニルクロール</u>	〔新設〕
233 <u>パクロブトラゾール</u>	〔新設〕
234 <u>ピリミカーブ</u>	〔新設〕
235 <u>ピリミノバックメチル（ピリミノバックメチル（E体）及びピリミノバックメチル（Z体））</u>	〔新設〕
236 <u>フェノキサニル</u>	〔新設〕
237 <u>ペンシクロン</u>	〔新設〕
238 <u>ベンゾフェナップ</u>	〔新設〕
239 <u>ベンフレセート</u>	〔新設〕
240 <u>メタラキシル</u>	〔新設〕
241 <u>メプロニル</u>	〔新設〕
242 <u>モリネート</u>	〔新設〕
第2節 多成分系統的分析法	第2節 多成分系統的分析法
1~6 〔略〕	1~6 〔略〕
〔削る。〕	7 <u>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系統的分析法</u>
第3節 多成分同時分析法	第3節 多成分同時分析法
1~18 〔略〕	1~18 〔略〕
19 <u>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</u>	〔新設〕
20 <u>アゾ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</u>	〔新設〕

改正後	現 行
21 <u>アルジカルブ及びその代謝物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</u>	〔新設〕
22 <u>オリサ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</u>	〔新設〕
23 <u>グルホシネート及びその代謝物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</u>	〔新設〕
24 <u>シハロホップブチル及びベンフレセートのガスクロマトグラフ質量分析計による同時分析法</u>	〔新設〕
第7章～第20章 〔略〕	第7章～第20章 〔略〕
第1章・第2章 〔略〕	第1章・第2章 〔略〕
第3章 一般成分及びデタージェント繊維	第3章 一般成分及びデタージェント繊維
1・2 〔略〕	1・2 〔略〕
3 粗脂肪	3 粗脂肪
3.1 〔略〕	3.1 〔略〕
3.2 酸分解ジエチルエーテル抽出法 (適用範囲：エキスバンド状の飼料、粉末油脂を原料とする配合飼料（ほ乳期子牛育成用代用乳用配合飼料及びほ乳期子豚育成用配合飼料に限る）、 <u>脂肪酸カルシウム</u> を原料とする乳用牛飼育用配合飼料、 <u>大豆油さい及びなたね油さい</u>)	3.2 酸分解ジエチルエーテル抽出法 (適用範囲：エキスバンド状の飼料、粉末油脂を原料とする配合飼料（ほ乳期子牛育成用代用乳用配合飼料及びほ乳期子豚育成用配合飼料に限る） <u>及び脂肪酸カルシウム</u> を原料とする乳用牛飼育用配合飼料)
定 量	定 量
分析試料 ^{注1} 2 g を正確に量って 100 mL のビーカー ^{注2} に入れ、エタノール 2 mL を加え、ガラス棒で混和して試料を潤した後、塩酸 (4+1) 20 mL を加えて時計皿で覆い、70~80 °C の水浴中でときどきかき混ぜながら 1 時間加熱した後放冷する。	分析試料 2 g を正確に量って 100 mL のビーカー ^{注1} に入れ、エタノール 2 mL を加え、ガラス棒で混和して試料を潤した後、塩酸 (4+1) 20 mL を加えて時計皿で覆い、70~80 °C の水浴中でときどきかき混ぜながら 1 時間加熱した後放冷する。

改正後	現行
<p>先のビーカーの内容物を 200 mL の分液漏斗 A ^{注2}に入れ、ビーカーをエタノール 10 mL 及びジエチルエーテル 25 mL で順次洗浄し、洗液を分液漏斗 A に合わせる。更にジエチルエーテル 75 mL を分液漏斗 A に加え、振り混ぜた後静置する。ジエチルエーテル層（上層）をピペット等でとり、あらかじめ水 20 mL を入れた 300 mL の分液漏斗 B に加える。</p> <p>分液漏斗 A にジエチルエーテル 50 mL を加え、同様に 2 回操作し、各ジエチルエーテル層をピペット等でとり、分液漏斗 B に合わせる。</p> <p>分液漏斗 B を振り混ぜた後静置し、水層（下層）を捨てる。更に水 20 mL を分液漏斗 B に加え、同様に 2 回操作する。ジエチルエーテル層をあらかじめ脱脂綿を詰め硫酸ナトリウム（無水）10 g 以上の適量を入れた漏斗で脂肪ひょう量瓶又は 300 mL のなす形フラスコ（あらかじめ 95~100 °C で乾燥し、デシケーター中で放冷後、重さを正確に量っておいたもの）にろ過する。</p> <p>次に、ソックスレー抽出器で先の脂肪ひょう量瓶内の、又はロータリーエバポレーターで先のなす形フラスコ内のジエチルエーテルを回収する。脂肪ひょう量瓶又はなす形フラスコをはずしてジエチルエーテルを揮散させ、95~100 °C で 3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷後、重さを正確に量り、試料中の粗脂肪量を算出する。</p> <p><u>注 1 大豆油さい及びなたね油さいについては、40 °C で 30 分間加温した後、ホモジナイザーで 5 分間かき混ぜて均質にしたものを用いる。</u></p> <p>2 【略】</p> <p><u>(参考) 分析法バリデーション</u></p> <p><u>・共同試験</u></p>	<p>先のビーカーの内容物を 200 mL の分液漏斗 A ^{注1}に入れ、ビーカーをエタノール 10 mL 及びジエチルエーテル 25 mL で順次洗浄し、洗液を分液漏斗 A に合わせる。更にジエチルエーテル 75 mL を分液漏斗 A に加え、振り混ぜた後静置する。ジエチルエーテル層（上層）をピペット等でとり、あらかじめ水 20 mL を入れた 300 mL の分液漏斗 B に加える。</p> <p>分液漏斗 A にジエチルエーテル 50 mL を加え、同様に 2 回操作し、各ジエチルエーテル層をピペット等でとり、分液漏斗 B に合わせる。</p> <p>分液漏斗 B を振り混ぜた後静置し、水層（下層）を捨てる。更に水 20 mL を分液漏斗 B に加え、同様に 2 回操作する。ジエチルエーテル層をあらかじめ脱脂綿を詰め硫酸ナトリウム（無水）10 g 以上の適量を入れた漏斗で脂肪ひょう量瓶又は 300 mL のなす形フラスコ（あらかじめ 95~100 °C で乾燥し、デシケーター中で放冷後、重さを正確に量っておいたもの）にろ過する。</p> <p>次に、ソックスレー抽出器で先の脂肪ひょう量瓶内の、又はロータリーエバポレーターで先のなす形フラスコ内のジエチルエーテルを回収する。脂肪ひょう量瓶又はなす形フラスコをはずしてジエチルエーテルを揮散させ、95~100 °C で 3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷後、重さを正確に量り、試料中の粗脂肪量を算出する。</p> <p>【新設】</p> <p>注 1 【略】</p> <p>【新設】</p>

改正後							現 行	
<u>成分名</u>	<u>試料の種類</u>	<u>試験室数</u>	<u>測定値 (%)</u>	<u>繰返し精度 RSD_r (%)</u>	<u>室間再現精度 RSD_R (%)</u>	<u>HorRat</u>		
粗脂肪	大豆油さい	11	66.12	0.52	1.1	0.85		
	なたね油さい	11	63.88	0.62	1.1	0.84		
4~8	〔略〕						4~8	〔略〕
		第4章	〔略〕					第4章
		第5章	かび毒					第5章
第1節	かび毒各条						第1節	かび毒各条
1~19	〔略〕						1~19	〔略〕
20	<u>α-ゼアララノール</u>							〔新設〕
20.1	<u>かび毒の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による一斉分析法</u>							
	<u>(適用範囲：飼料)</u>							
	<u>第3節1による。</u>							
21	<u>β-ゼアララノール</u>							〔新設〕
21.1	<u>かび毒の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による一斉分析法</u>							
	<u>(適用範囲：飼料)</u>							
	<u>第3節1による。</u>							
22	<u>ゼアララノン</u>							〔新設〕
22.1	<u>かび毒の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による一斉分析法</u>							
	<u>(適用範囲：飼料)</u>							
	<u>第3節1による。</u>							
23	<u>α-ゼアラレノール</u>							〔新設〕

改正後	現 行
<p>23.1 <u>かび毒の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による一斉分析法</u> (適用範囲：飼料) <u>第3節1による。</u></p> <p>24 <u>β-ゼアラレノール</u></p> <p>24.1 <u>かび毒の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による一斉分析法</u> (適用範囲：飼料) <u>第3節1による。</u></p> <p>第2節 〔略〕</p> <p>第3節 多成分分析法</p> <p>1 かび毒の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による一斉分析法</p> <p>(1) 分析対象化合物 アフラトキシン B₁、アフラトキシン B₂、アフラトキシン G₁、アフラトキシン G₂、ステリグマトシスチン、ゼアラレノン、T-2 トキシシ、デオキシニバレノール、ニバレノール、ネオソラニオール、<u>フザレノン-X</u>、<u>α-ゼアララノール</u>、<u>β-ゼアララノール</u>、<u>ゼアララノン</u>、<u>α-ゼアラレノール及びβ-ゼアラレノール</u> (16成分)</p> <p>(2) 〔略〕</p> <p>(3) 分析法</p> <p style="text-align: center;">A 試薬の調製</p> <p>1) 各かび毒標準原液 アフラトキシン B₁ [C₁₇H₁₂O₆]、アフラトキシン B₂ [C₁₇H₁₄O₆]、アフラトキシン G₁ [C₁₇H₁₂O₇]、</p>	<p>〔新設〕</p> <p>第2節 〔略〕</p> <p>第3節 多成分分析法</p> <p>1 かび毒の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による一斉分析法</p> <p>(1) 分析対象化合物 アフラトキシン B₁、アフラトキシン B₂、アフラトキシン G₁、アフラトキシン G₂、ステリグマトシスチン、ゼアラレノン、T-2 トキシシ、デオキシニバレノール、ニバレノール、ネオソラニオール及び<u>フザレノン-X</u> (11成分)</p> <p>(2) 〔略〕</p> <p>(3) 分析法</p> <p style="text-align: center;">A 試薬の調製</p> <p>1) 各かび毒標準原液 アフラトキシン B₁ [C₁₇H₁₂O₆]、アフラトキシン B₂ [C₁₇H₁₄O₆]、アフラトキシン G₁ [C₁₇H₁₂O₇]、</p>

改正後	現行
<p>アフラトキシシン G₂ [C₁₇H₁₄O₇]、ステリグマトシスチン [C₁₈H₁₂O₆] 及びゼアラレノン [C₁₈H₂₂O₅] 各 1 mg、<u>α-ゼアララノール [C₁₈H₂₆O₅]、β-ゼアララノール [C₁₈H₂₆O₅]、ゼアララノン [C₁₈H₂₄O₅]、α-ゼアラレノール [C₁₈H₂₄O₅]、β-ゼアラレノール [C₁₈H₂₄O₅]、T-2 トキシシン [C₂₄H₃₄O₉] 及びネオソラニオール [C₁₉H₂₆O₈] 各 5 mg 並びにデオキシニバレノール [C₁₅H₂₀O₆]、ニバレノール [C₁₅H₂₀O₇] 及びフザレノン-X [C₁₇H₂₂O₈] 各 10 mg を正確に量ってそれぞれ 50 mL の褐色全量フラスコに入れ、アセトニトリルを加えて溶かす。更に各全量フラスコの標線まで同溶媒を加えて各かび毒の標準原液を調製する（これらの液 1 mL は、アフラトキシシン B₁、アフラトキシシン B₂、アフラトキシシン G₁、アフラトキシシン G₂、ステリグマトシスチン及びゼアラレノンとして 20 µg を、<u>α-ゼアララノール、β-ゼアララノール、ゼアララノン、α-ゼアラレノール、β-ゼアラレノール、T-2 トキシシン及びネオソラニオールとして 100 µg を、デオキシニバレノール、ニバレノール及びフザレノン-X として 200 µg をそれぞれ含有する。</u>）。</u></p> <p>2) かび毒混合標準液 アフラトキシシン B₁ 及びアフラトキシシン B₂ 標準原液各 1 mL、ゼアラレノン標準原液 2 mL、アフラトキシシン G₁ 及びアフラトキシシン G₂ 標準原液各 3 mL、<u>α-ゼアララノール、β-ゼアララノール、ゼアララノン、α-ゼアラレノール及びβ-ゼアラレノール標準原液各 4 mL、</u>ステリグマトシスチン、デオキシニバレノール及びフザレノン-X 標準原液各 10 mL、T-2 トキシシン及びネオソラニオール標準原液各 20 mL 並びにニバレノール標準原液 30 mL を 200 mL の褐色全量フラスコに入れ、水 32 mL を加えて混合し、更に標線までアセトニトリルを加えてかび毒混合標準原液を調製する（この液 1 mL は、アフラトキシシン B₁ 及びアフラトキシシン B₂ として 0.1</p>	<p>アフラトキシシン G₂ [C₁₇H₁₄O₇]、ステリグマトシスチン [C₁₈H₁₂O₆] 及びゼアラレノン [C₁₈H₂₂O₅] 各 1 mg、T-2 トキシシン [C₂₄H₃₄O₉] 及びネオソラニオール [C₁₉H₂₆O₈] 各 5 mg 並びにデオキシニバレノール [C₁₅H₂₀O₆]、ニバレノール [C₁₅H₂₀O₇] 及びフザレノン-X [C₁₇H₂₂O₈] 各 10 mg を正確に量ってそれぞれ 50 mL の褐色全量フラスコに入れ、アセトニトリルを加えて溶かす。更に各全量フラスコの標線まで同溶媒を加えて各かび毒の標準原液を調製する（これらの液 1 mL は、アフラトキシシン B₁、アフラトキシシン B₂、アフラトキシシン G₁、アフラトキシシン G₂、ステリグマトシスチン及びゼアラレノンとして 20 µg を、T-2 トキシシン及びネオソラニオールとして 100 µg を、デオキシニバレノール、ニバレノール及びフザレノン-X として 200 µg をそれぞれ含有する。）。</p> <p>2) かび毒混合標準液 アフラトキシシン B₁ 及びアフラトキシシン B₂ 標準原液各 1 mL、ゼアラレノン標準原液 2 mL、アフラトキシシン G₁ 及びアフラトキシシン G₂ 標準原液各 3 mL、ステリグマトシスチン、デオキシニバレノール及びフザレノン-X 標準原液各 10 mL、T-2 トキシシン及びネオソラニオール標準原液各 20 mL 並びにニバレノール標準原液 30 mL を 200 mL の褐色全量フラスコに入れ、水 32 mL を加えて混合し、更に標線までアセトニトリルを加えてかび毒混合標準原液を調製する（この液 1 mL は、アフラトキシシン B₁ 及びアフラトキシシン B₂ として 0.1 µg、ゼアラレノンとして 0.2 µg、アフラトキシシン G₁ 及びアフラトキシシン G₂ として 0.3 µg、ステリグ</p>

改正後	現 行
<p>μg、ゼアラレノンとして 0.2 μg、アフラトキシン G₁ 及びアフラトキシン G₂ として 0.3 μg、<u>α-ゼアラノール、β-ゼアラノール、ゼアララノン、α-ゼアラレノール及び β-ゼアラレノールとして 0.4 μg、ステリグマトシスチンとして 1 μg、デオキシニバレノール、フザレノン-X、T-2 トキシン及びネオソラニオールとして 10 μg 並びにニバレノールとして 30 μg を含有する。)</u>。</p> <p>使用に際して、かび毒混合標準原液の一定量をアセトニトリル-水 (21+4) で 10~200 倍の間の数段階に正確に希釈し、更に各希釈液の一定量をそれぞれ<u>同容量の酢酸 (1+100)</u> で希釈して各かび毒混合標準液を調製する。</p>	<p>マトシスチンとして 1 μg、デオキシニバレノール、フザレノン-X、T-2 トキシン及びネオソラニオールとして 10 μg 並びにニバレノールとして 30 μg を含有する。)</p> <p>使用に際して、かび毒混合標準原液の一定量をアセトニトリル-水 (21+4) で 10~200 倍の間の数段階に正確に希釈し、更に各希釈液の一定量をそれぞれ<u>酢酸 (1+100)</u> で正確に 2 倍に希釈して各かび毒混合標準液を調製する。</p>
<p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p>抽出 分析試料 50 g を量って 300 mL の褐色共栓三角フラスコに入れ、アセトニトリル-水 (21+4) 100 mL を加え、60 分間振り混ぜて抽出する^{注1}。抽出液を共栓遠心沈殿管に入れ、650×g で 5 分間遠心分離し、上澄み液をカラム処理に供する試料溶液とする。</p> <p>カラム処理 試料溶液 10 mL を多機能カラム (かび毒前処理用)^{注2}に入れ、初めの流出液 4 mL を捨てる。10 mL の褐色試験管をカラムの下に置き、その後の流出液 2 mL を受ける。流出液 1 mL を別の 10 mL の褐色試験管に正確に入れ、酢酸 (1+100) 1 mL を正確に加えて希釈する。この液の一定量をプラスチック製遠心沈殿管 (容量 1.5 mL) にとり、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。</p> <p>液体クロマトグラフ質量分析計による測定 試料溶液及び各</p>	<p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p>抽出 分析試料 50 g を量って 300 mL の褐色共栓三角フラスコに入れ、アセトニトリル-水 (21+4) 100 mL を加え、60 分間振り混ぜて抽出する^{注1}。抽出液を共栓遠心沈殿管に入れ、650×g で 5 分間遠心分離し、上澄み液をカラム処理に供する試料溶液とする。</p> <p>カラム処理 試料溶液 10 mL を多機能カラム (かび毒前処理用)^{注2}に入れ、初めの流出液 4 mL を捨てる。10 mL の褐色試験管をカラムの下に置き、その後の流出液 2 mL を受ける。流出液 1 mL を別の 10 mL の褐色試験管に正確に入れ、酢酸 (1+100) 1 mL を正確に加えて希釈する。この液の一定量をプラスチック製遠心沈殿管 (容量 1.5 mL) にとり、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。</p> <p>液体クロマトグラフ質量分析計による測定 試料溶液及び各</p>

改正後	現 行
<p>混合標準液各 10 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。</p> <p>測定条件 例 (液体クロマトグラフ部)</p> <p>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 150 mm、粒径 5 μm) ^{注3}</p> <p>溶 離 液 : 10 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液－アセトニトリル (9+1) (1 min 保持) →19 min→10 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液－アセトニトリル (1+4) (15 min 保持)</p> <p>流 速 : 0.2 mL/min</p> <p>カ ラ ム 槽 温 度 : 40 °C (タンデム型質量分析計部^{注4})</p> <p>イ オ ン 化 法 : エレクトロスプレーイオン化 (ESI) 法</p> <p>イ オ ン 源 温 度 : 120 °C</p> <p>デソルベーション温度 : 300 °C</p> <p>キャピラリー電圧 : 正イオン 4.0 kV、負イオン 1.5 kV</p> <p>コ ー ン 電 圧 : 下表のとおり</p> <p>コリジョンエネルギー : 下表のとおり</p> <p>モ ニ タ ー イ オ ン : 下表のとおり</p>	<p>混合標準液各 10 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。</p> <p>測定条件 例 (液体クロマトグラフ部)</p> <p>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 150 mm、粒径 5 μm) ^{注3}</p> <p>溶 離 液 : 10 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液－アセトニトリル (9+1) (1 min 保持) →19 min→10 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液－アセトニトリル (1+4) (15 min 保持)</p> <p>流 速 : 0.2 mL/min</p> <p>カ ラ ム 槽 温 度 : 40 °C (タンデム型質量分析計部^{注4})</p> <p>イ オ ン 化 法 : エレクトロスプレーイオン化 (ESI) 法</p> <p>イ オ ン 源 温 度 : 120 °C</p> <p>デソルベーション温度 : 300 °C</p> <p>キャピラリー電圧 : 正イオン 4.0 kV、負イオン 1.5 kV</p> <p>コ ー ン 電 圧 : 下表のとおり</p> <p>コリジョンエネルギー : 下表のとおり</p> <p>モ ニ タ ー イ オ ン : 下表のとおり</p>

改正後

表 各かび毒のモニターイオン条件

かび毒名	測定	プリカーサー	プロダクト	コーン	コリジョン
	モード	イオン (<i>m/z</i>)	イオン (<i>m/z</i>)	電圧 (V)	エネルギー (eV)
アフラトキシンB ₁	+	313	241	40	35
アフラトキシンB ₂	+	315	243	40	35
アフラトキシンG ₁	+	329	214	40	35
アフラトキシンG ₂	+	331	217	40	35
ステリグマトシスチン	+	325	281	40	35
T-2トキシシン	+	484	305	20	15
ネオソラニオール	+	400	305	15	15
ゼアラレノン	-	317	175	40	25
<u>α-ゼアララノール</u>	=	<u>321</u>	<u>277</u>	<u>30</u>	<u>25</u>
<u>β-ゼアララノール</u>	=	<u>321</u>	<u>277</u>	<u>30</u>	<u>25</u>
<u>ゼアララノン</u>	=	<u>319</u>	<u>205</u>	<u>30</u>	<u>20</u>
<u>α-ゼアラレノール</u>	=	<u>319</u>	<u>160</u>	<u>30</u>	<u>30</u>
<u>β-ゼアラレノール</u>	=	<u>319</u>	<u>160</u>	<u>30</u>	<u>30</u>
デオキシニバレノール	-	355	295	10	10
ニバレノール	-	371	281	10	15
フザレノン-X	-	353	263	25	15

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を求めて検量線を作成し、試料中の各かび毒量を算出する。

- 注 1 分析試料が抽出溶媒を吸収して振り混ぜることができない場合は、抽出溶媒の液量を 150 mL とする。
- 2 MultiSep 226 AflaZon+ (Romer Labs 製) 又はこれと同等のもの
- 3 ZORBAX XDB-C18 (Agilent Technologies 製) 又はこれと同等のもの

現 行

表 各かび毒のモニターイオン条件

かび毒名	測定	プリカーサー	プロダクト	コーン	コリジョン
	モード	イオン (<i>m/z</i>)	イオン (<i>m/z</i>)	電圧 (V)	エネルギー (eV)
アフラトキシンB ₁	+	313	241	40	35
アフラトキシンB ₂	+	315	243	40	35
アフラトキシンG ₁	+	329	214	40	35
アフラトキシンG ₂	+	331	217	40	35
ステリグマトシスチン	+	325	281	40	35
T-2トキシシン	+	484	305	20	15
ネオソラニオール	+	400	305	15	15
ゼアラレノン	-	317	175	40	25
デオキシニバレノール	-	355	295	10	10
ニバレノール	-	371	281	10	15
フザレノン-X	-	353	263	25	15

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を求めて検量線を作成し、試料中の各かび毒量を算出する。

- 注 1 分析試料が抽出溶媒を吸収して振り混ぜることができない場合は、抽出溶媒の液量を 150 mL とする。
- 2 MultiSep 226 AflaZon+ (Romer Labs 製) 又はこれと同等のもの
- 3 ZORBAX XDB-C18 (Agilent Technologies 製) 又はこれと同等のもの

改正後

現 行

4 Quattro micro API Mass Analyzer (Waters 製) による条件例

4 Quattro micro API Mass Analyzer (Waters 製) による条件例

(参考) 分析法バリデーション

(参考) 分析法バリデーション

・ 添加回収率、繰返し精度、定量下限及び検出下限

・ 添加回収率、繰返し精度及び定量下限

1) α -ゼアララノール、 β -ゼアララノール、ゼアララノン、 α -ゼアラレノール及び β -ゼアラレノール

〔新設〕

添加成分名	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 _r (%)	定量下限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	検出下限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	
α -ゼアララノール	とうもろこし	4	3	117	7.4	4	2	
		8	3	120	1.9			
		100	3	111	0.4			
	大豆油かす	8	3	117	3.3			
		100	3	113	0.3			
		鶏用配合飼料	8	3	109			7.8
	豚用配合飼料	8	3	104	0.4			
		4	3	112	2.4			
		8	3	99.9	4.6			
	β -ゼアララノール	とうもろこし	4	3	110	3.3	4	2
			8	3	107	5.6		
			100	3	106	1.9		
大豆油かす		8	3	108	9.6			
		100	3	115	3.1			
		鶏用配合飼料	8	3	103			11
豚用配合飼料		8	3	104	2.2			
		4	3	113	7.8			
		8	3	99.9	8.3			
ゼアララノン		とうもろこし	4	3	113	11	4	2
			8	3	119	11		
			100	3	110	2.1		
	大豆油かす	8	3	102	0.6			
		100	3	106	3.2			
		鶏用配合飼料	8	3	116			7.4
	豚用配合飼料	8	3	106	0.3			
		4	3	106	19			
		8	3	99.6	9.1			
		100	3	108	1.0			

改正後

<u>α-ゼアラレノール</u>	とうもろこし	8	3	119	0.4	8	3
		100	3	115	3.3		
大豆油かす		8	3	102	13		
		100	3	117	1.5		
鶏用配合飼料		8	3	111	5.9		
		100	3	109	1.5		
豚用配合飼料		8	3	97.9	14		
		100	3	102	3.5		
<u>β-ゼアラレノール</u>	とうもろこし	8	3	98.8	14	8	3
		100	3	106	3.1		
大豆油かす		8	3	105	9.8		
		100	3	114	2.2		
鶏用配合飼料		8	3	106	5.2		
		100	3	105	0.9		
豚用配合飼料		8	3	102	13		
		100	3	91.3	1.6		

2) その他のかび毒

添加成分名	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)	定量下限 (μg/kg)	検出下限 (μg/kg)
アフラトキシンB ₁	とうもろこし	1~4	3	98.6~106.0	6.2	1	0.3
	牛用配合飼料	1~4	3	96.2~99.5	7.8		
アフラトキシンB ₂	とうもろこし	1~4	3	101.4~105.5	6.4	1	0.3
	牛用配合飼料	1~4	3	94.2~100.8	7.5		
アフラトキシンG ₁	とうもろこし	3~12	3	98.7~103.0	4.9	1	0.3
	牛用配合飼料	3~12	3	93.4~100.4	7.3		
アフラトキシンG ₂	とうもろこし	3~12	3	100.3~103.0	5.8	1	0.3
	牛用配合飼料	3~12	3	97.4~101.3	9.1		
ステリグマトシスチン	とうもろこし	10~40	3	97.5~109.3	15.1	1	0.3
	牛用配合飼料	10~40	3	99.6~101.4	6.2		
ゼアラレノン	とうもろこし	2~8	3	99.8~102.4	14	1	0.3
	牛用配合飼料	2~8	3	105.9~109.3	9.8		
T-2トキシシン	とうもろこし	100~400	3	102.7~103.0	8.6	8	2
	牛用配合飼料	100~400	3	100.1~108.1	10.7		
デオキシニバレノール	とうもろこし	100~400	3	104.4~106.2	7.7	40	10
	牛用配合飼料	100~400	3	96.4~103.9	9.9		

現 行

添加成分名	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)	定量下限 (μg/kg)
アフラトキシンB ₁	とうもろこし	1~4	3	98.6~106.0	6.2	1
	牛用配合飼料	1~4	3	96.2~99.5	7.8	
アフラトキシンB ₂	とうもろこし	1~4	3	101.4~105.5	6.4	1
	牛用配合飼料	1~4	3	94.2~100.8	7.5	
アフラトキシンG ₁	とうもろこし	3~12	3	98.7~103.0	4.9	1
	牛用配合飼料	3~12	3	93.4~100.4	7.3	
アフラトキシンG ₂	とうもろこし	3~12	3	100.3~103.0	5.8	1
	牛用配合飼料	3~12	3	97.4~101.3	9.1	
ステリグマトシスチン	とうもろこし	10~40	3	97.5~109.3	15.1	1
	牛用配合飼料	10~40	3	99.6~101.4	6.2	
ゼアラレノン	とうもろこし	2~8	3	99.8~102.4	14	1
	牛用配合飼料	2~8	3	105.9~109.3	9.8	
T-2トキシシン	とうもろこし	100~400	3	102.7~103.0	8.6	8
	牛用配合飼料	100~400	3	100.1~108.1	10.7	
デオキシニバレノール	とうもろこし	100~400	3	104.4~106.2	7.7	40
	牛用配合飼料	100~400	3	96.4~103.9	9.9	

改正後

ニバレノール	とうもろこし	300~1,200	3	99.6~106.6	11.3	60	<u>20</u>
	牛用配合飼料	300~1,200	3	91.8~101.8	12.5		
ネオソラニオール	とうもろこし	100~400	3	101.8~110.3	13	8	<u>2</u>
	牛用配合飼料	100~400	3	91.1~92.6	12.4		
フザレノン-X	とうもろこし	100~400	3	97.9~106.2	8.3	80	<u>20</u>
	牛用配合飼料	100~400	3	104.6~110.2	12.2		

・共同試験

- 1) α -ゼアララノール、 β -ゼアララノール、ゼアララノン、 α -ゼアラレノール及び β -ゼアラレノール

分析成分名	試料の種類	試験室	添加濃度	添加回収率	繰返し精度	室間再現精度	HorRat
		数	($\mu\text{g}/\text{kg}$)	(%)	RSD _r (%)	RSD _R (%)	
α -ゼアララノール	とうもろこし	10	50	100	2.0	17	0.77
	鶏用配合飼料	10	15	93.5	1.1	16	0.73
β -ゼアララノール	とうもろこし	11	50	90.7	4.3	23	1.0
	鶏用配合飼料	10	15	88.6	3.2	18	0.81
ゼアララノン	とうもろこし	9	50	109	1.3	8.1	0.37
	鶏用配合飼料	11	15	111	2.8	11	0.49
α -ゼアラレノール	とうもろこし	11	50	95.7	4.2	18	0.80
	鶏用配合飼料	9	15	94.3	2.2	18	0.82
β -ゼアラレノール	とうもろこし	10	50	92.3	3.5	21	0.95
	鶏用配合飼料	11	15	93.1	7.2	25	1.1

- 2) その他のかび毒
〔略〕

現 行

ニバレノール	とうもろこし	300~1,200	3	99.6~106.6	11.3	60
	牛用配合飼料	300~1,200	3	91.8~101.8	12.5	
ネオソラニオール	とうもろこし	100~400	3	101.8~110.3	13	8
	牛用配合飼料	100~400	3	91.1~92.6	12.4	
フザレノン-X	とうもろこし	100~400	3	97.9~106.2	8.3	80
	牛用配合飼料	100~400	3	104.6~110.2	12.2	

・共同試験

〔新設〕

分析成分名	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	室間再現精度	HorRat
				(測定値 ($\mu\text{g}/\text{kg}$))	RSD _r (%)	RSD _R (%)	
アフラトキシンB ₁	とうもろこし	6	4	97.1	6.0	23.2	1.05
	牛用配合飼料	6	4	89.7	12.3	36.3	1.65
アフラトキシンB ₂	とうもろこし	6	4	100.0	7.9	26.2	1.19
	牛用配合飼料	5	4	99.1	3.5	35.2	1.60
アフラトキシンG ₁	とうもろこし	6	12	86.3	6.3	41.4	1.88
	牛用配合飼料	5	12	82.0	5.1	47.1	2.14
アフラトキシンG ₂	とうもろこし	6	12	93.8	5.7	28.5	1.30
	牛用配合飼料	6	12	85.3	17.1	37.1	1.69

改正後

現 行

ステリグマトシスチン	とうもろこし	6	40	113.3	7.0	11.6	0.53
	牛用配合飼料	5	40	113.9	7.0	17.4	0.79
ゼアラレノン	とうもろこし	6	8+自然汚染	(16.2)	13.0	14.6	0.66
	牛用配合飼料	6	8+自然汚染	(27.9)	19.0	36.1	1.64
T-2トキシシン	とうもろこし	6	400	108.7	2.6	13.8	0.75
	牛用配合飼料	5	400	107.4	3.6	17.9	0.97
デオキシニバレノール	とうもろこし	6	400+自然汚染	(444.3)	4.5	5.6	0.31
	牛用配合飼料	5	400	112.8	5.2	17.6	0.96
ニバレノール	とうもろこし	5	1,200	86.7	9.9	14.9	0.96
	牛用配合飼料	6	1,200	61.7	27.6	23.9	1.54
ネオゾラニオール	とうもろこし	5	400	109.6	1.4	13.1	0.71
	牛用配合飼料	6	400	83.3	17.9	30.0	1.63
フザレノン-X	とうもろこし	5	400	104.4	6.2	11.3	0.62
	牛用配合飼料	4	400	105.6	5.8	5.8	0.32

2~9 〔略〕
第4節 〔略〕

第6章 農 薬

第1節 各条

1~17 〔略〕

18 アルジカルブ（アルジカルブスルホキシドを含む。）

18.1 アルジカルブ及びその代謝物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21による。

18.2 〔略〕

19~23 〔略〕

2~9 〔略〕
第4節 〔略〕

第6章 農 薬

第1節 各条

1~17 〔略〕

18 アルジカルブ（アルジカルブスルホキシド及びアルジカルブスルホンを含む。）
〔新設〕

18.1 〔略〕

19~23 〔略〕

改正後	現 行
<p>24 イソプロカルブ 24.1・24.2 〔略〕 <u>24.3 アゾ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</u> <u>第3節20による。</u></p>	<p>24 イソプロカルブ 24.1・24.2 〔略〕 〔新設〕</p>
<p>25~45 〔略〕</p>	<p>25~45 〔略〕</p>
<p>46 カルバリル 46.1・46.2 〔略〕 46.3 <u>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</u> <u>第3節19による。</u></p>	<p>46 カルバリル 46.1・46.2 〔略〕 46.3 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<u>系 統的分析法</u> <u>第2節7による。</u></p>
<p>47~49 〔略〕</p>	<p>47~49 〔略〕</p>
<p>50 カルボフラン（カルボフラン及び3-OHカルボフラン） 50.1 〔略〕 50.2 <u>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</u> <u>第3節19による。</u></p>	<p>50 カルボフラン（カルボフラン及び3-OHカルボフラン） 50.1 〔略〕 50.2 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<u>系 統的分析法</u> <u>第2節7による。</u></p>
<p>51~57 〔略〕</p>	<p>51~57 〔略〕</p>
<p>58 <u>グルホシネート（3-メチルホスフィニコプロピオン酸及びN-ア セチルグルホシネートを含む。）</u></p>	<p>58 グルホシネート（3-メチルホスフィニコプロピオン酸を含む。）</p>

改正後	現 行
<p>58.1 <u>グルホシネート及びその代謝物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</u> 第3節23による。</p>	<p>〔新設〕</p>
<p>58.2 〔略〕</p>	<p>58.1 〔略〕</p>
<p>59~144 〔略〕</p>	<p>59~144 〔略〕</p>
<p>145 フェノブカルブ 145.1・145.2 〔略〕 145.3 <u>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</u> 第3節19による。</p>	<p>145 フェノブカルブ 145.1・145.2 〔略〕 145.3 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<u>系統的分析法</u> 第2節7による。</p>
<p>146~171 〔略〕</p>	<p>146~171 〔略〕</p>
<p>172 プロポキスル 172.1・172.2 〔略〕 172.3 <u>アゾ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</u> 第3節20による。</p>	<p>172 プロポキスル 172.1・172.2 〔略〕 〔新設〕</p>
<p>173~206 〔略〕</p>	<p>173~206 〔略〕</p>
<p>207 メトルカルブ 207.1・207.2 〔略〕 207.3 <u>アゾ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</u></p>	<p>207 メトルカルブ 207.1・207.2 〔略〕 〔新設〕</p>

改正後	現 行
<p data-bbox="264 225 521 256"><u>第3節20</u>による。</p> <p data-bbox="174 312 387 344">208~217 〔略〕</p> <p data-bbox="174 400 461 432">218 チアクロプリド</p> <p data-bbox="203 440 1104 560">218.1 <u>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</u> <u>第3節19</u>による。</p> <p data-bbox="174 616 461 647">219 テブフェノジド</p> <p data-bbox="203 655 1104 775">219.1 <u>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</u> <u>第3節19</u>による。</p> <p data-bbox="174 831 927 863">220 フラメトピル（フラメトピルヒドロキシ体を含む）</p> <p data-bbox="203 871 1104 991">220.1 <u>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</u> <u>第3節19</u>による。</p> <p data-bbox="174 1046 495 1078">221 フルジオキソニル</p> <p data-bbox="203 1086 1104 1206">221.1 <u>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</u> <u>第3節19</u>による。</p> <p data-bbox="174 1262 521 1294">222 メトキシフェノジド</p> <p data-bbox="203 1302 1104 1422">222.1 <u>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</u> <u>第3節19</u>による。</p>	<p data-bbox="1160 312 1373 344">208~217 〔略〕</p> <p data-bbox="1160 400 1447 432">218 チアクロプリド</p> <p data-bbox="1189 440 2089 560">218.1 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<u>系統的分析法</u> <u>第2節7</u>による。</p> <p data-bbox="1160 616 1447 647">219 テブフェノジド</p> <p data-bbox="1189 655 2089 775">219.1 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<u>系統的分析法</u> <u>第2節7</u>による。</p> <p data-bbox="1160 831 1912 863">220 フラメトピル（フラメトピルヒドロキシ体を含む）</p> <p data-bbox="1189 871 2089 991">220.1 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<u>系統的分析法</u> <u>第2節7</u>による。</p> <p data-bbox="1160 1046 1480 1078">221 フルジオキソニル</p> <p data-bbox="1189 1086 2089 1206">221.1 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<u>系統的分析法</u> <u>第2節7</u>による。</p> <p data-bbox="1160 1262 1507 1294">222 メトキシフェノジド</p> <p data-bbox="1189 1302 2089 1422">222.1 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<u>系統的分析法</u> <u>第2節7</u>による。</p>

改正後	現 行
<p><u>223 アゾキシストロビン</u> <u>223.1 アゾ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</u> <u>第3節20による。</u></p>	〔新設〕
<p><u>224 アルジカルブスルホン</u> <u>224.1 アルジカルブ及びその代謝物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</u> <u>第3節21による。</u></p>	〔新設〕
<p><u>225 オリサストロビン（オリサストロビン5Z異性体を含む）</u> <u>225.1 オリサ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</u> <u>第3節22による。</u></p>	〔新設〕
<p><u>226 クミルロン</u> <u>226.1 オリサ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</u> <u>第3節22による。</u></p>	〔新設〕
<p>227 ジクロシメット <u>227.1 アゾ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</u> <u>第3節20による。</u></p>	〔新設〕
<p><u>228 シハロホップブチル</u> <u>228.1 シハロホップブチル及びベンフレセートのガスクロマトグラフ質量分析計による同時分析法</u></p>	〔新設〕

改正後	現 行
<p><u>第3節24による。</u></p>	
<p><u>229 シメコナゾール</u></p>	〔新設〕
<p><u>229.1 オリサ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</u> <u>第3節22による。</u></p>	
<p><u>230 シメトリン</u></p>	〔新設〕
<p><u>230.1 オリサ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</u> <u>第3節22による。</u></p>	
<p><u>231 ダイムロン</u></p>	〔新設〕
<p><u>231.1 オリサ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</u> <u>第3節22による。</u></p>	
<p><u>232 テニルクロール</u></p>	〔新設〕
<p><u>232.1 オリサ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</u> <u>第3節22による。</u></p>	
<p><u>233 パクロブトラゾール</u></p>	〔新設〕
<p><u>232.1 オリサ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</u> <u>第3節22による。</u></p>	
<p><u>234 ピリミカーブ</u></p>	〔新設〕

改正後	現 行
<p><u>234.1 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</u> 第3節20による。</p>	
<p><u>235 ピリミノバックメチル（ピリミノバックメチル（E体）及びピリミノバックメチル（Z体））</u> <u>235.1 オリサ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</u> 第3節22による。</p>	〔新設〕
<p><u>236 フェノキサニル</u> <u>236.1 オリサ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</u> 第3節22による。</p>	〔新設〕
<p><u>237 ペンシクロン</u> <u>237.1 オリサ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</u> 第3節22による。</p>	〔新設〕
<p><u>238 ベンゾフェナップ</u> <u>238.1 オリサ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</u> 第3節22による。</p>	〔新設〕
<p><u>239 ベンフレセート</u> <u>239.1 シハロホップブチル及びベンフレセートのガスクロマトグラフ質量分析計による同時分析法</u></p>	〔新設〕

改正後	現 行
<p><u>第3節24による。</u></p> <p>240 <u>メタラキシル</u></p> <p>240.1 <u>アゾ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</u> <u>第3節20による。</u></p> <p>241 <u>メプロニル</u></p> <p>241.1 <u>オリサ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</u> <u>第3節22による。</u></p> <p>242 <u>モリネート</u></p> <p>242.1 <u>モリネートのガスクロマトグラフ質量分析計による単成分分析法</u></p> <p style="text-align: center;">A 試薬の調製</p> <p><u>モリネート標準液</u> <u>モリネート [C₉H₁₇NOS] 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モリネート標準原液を調製する（この液 1 mL は、モリネートとして 0.5 mg を含有する。）。</u></p> <p><u>使用に際して、標準原液の一定量をヘキサンで正確に希釈し、1 mL 中にモリネートとして 0.03~0.5 µg を含有する数点のモリネート標準液を調製する。</u></p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p><u>抽 出</u> <u>分析試料 10.0 g を量って 300 mL の共栓三角フラスコに入れ、水 20 mL（稲わら及び稲発酵粗飼料は 30 mL）を加え、30 分間静置後、更にアセトン 100 mL（稲わら及び</u></p>	<p>〔新設〕</p> <p>〔新設〕</p> <p>〔新設〕</p>

改正後	現 行
<p>稲発酵粗飼料は 120 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、同様に吸引ろ過する。更に全量フラスコの標線までアセトンを加える。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 3 mL まで減圧濃縮し、液液分配に供する試料溶液とする。</p> <p>液液分配 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 (10 w/v%) 100 mL 及びヘキサン 50 mL を加える。試料溶液の入っていたなす形フラスコをヘキサン 25 mL で 2 回洗浄し、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、水層 (下層) を 300 mL の分液漏斗 B に入れ、ヘキサン層 (上層) を 300 mL の三角フラスコに入れる。分液漏斗 B にヘキサン 50 mL を加えて 5 分間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、300 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 10 mL 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る。ろ液を 40 °C 以下の水浴で約 3 mL まで減圧濃縮し、カラム処理に供する試料溶液とする。</p> <p>カラム処理^{注 1} エチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲルミニカラム (500 mg) ^{注 2} の下に合成ケイ酸マグネシウムミニカラム (910 mg) を連結し、ヘキサン 10 mL で洗浄する。50 mL のなす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、モリネートを流出させる。更に試料溶液の入って</p>	

改正後	現 行
<p><u>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。</u></p> <p><u>次に、エチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲルカラムを外し、ヘキサノジエチルエーテル (9+1) 15 mL を合成ケイ酸マグネシウムミニカラムに加えてモリネートを溶出させる。溶出液にアセトノジエチレングリコール (100+1) 1 mL を加え、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 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。</u></p> <p><u>ガスクロマトグラフ質量分析計による測定 試料溶液及び各モリネート標準液各 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。</u></p> <p><u>測定条件 例</u></p> <p><u>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)</u></p> <p><u>キャリアーガス: He (1.0 mL/min、初期流量)</u></p> <p><u>試料導入法: スプリットレス (60 s)</u></p> <p><u>カラム槽温度: 初期温度 80 °C (1 min 保持) → 昇温 20 °C/min → 280 °C (10 min 保持) → 300 °C (10 min 保持)</u></p> <p><u>検出器: 四重極型質量分析計^{注3}</u></p> <p><u>インターフェース温度: 280 °C</u></p> <p><u>イオン源温度: 230 °C</u></p> <p><u>イオン化電圧: 70 eV</u></p>	

改正後

現 行

イオン化法：電子衝撃イオン化（EI）法
モニターイオン： m/z 187（定量用）、126（確認用）

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又は高さを求めて検量線を作成し、試料中のモリネート量を算出する。

注 1 流速は 1~2 mL/min 程度とする。必要に応じて吸引マニホールドを使用する。

2 Bond Elut PSA（Agilent Technologies 製）又はこれと同等のもの

3 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 (mg/kg)	繰返し	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%以下)
稲わら	0.03~0.3	3	104~117	7.6
稲発酵粗飼料	0.05~0.3	3	99.1~114	4.8
粳米	0.03~0.3	3	90.8~115	12
牛用配合飼料	0.1~0.3	3	89.4~99.8	4.1
鶏用配合飼料	0.1~0.3	3	88.2~97.3	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 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)	室間再現精度 RSD _R (%)	HorRat
稲わら	7	2	300	105	5.1	16	0.84
粳米	7	2	50	103	5.6	11	0.50
乳用牛飼育用配合飼料	7	2	100	107	7.4	12	0.54

改正後	現 行
<ul style="list-style-type: none"> ・ 定量下限 試料中 各 0.03 mg/kg ・ 検出下限 試料中 各 0.01 mg/kg 	
<p>第2節 多成分系統的分析法 1~5 〔略〕</p>	<p>第2節 多成分系統的分析法 1~5 〔略〕</p>
<p>6 含リンアミノ酸系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法</p> <p>(1) 分析対象化合物^{註1}</p> <p> A グループ グリホサート及び3-メチルホスフィニコプロピオン酸 (2成分)</p> <p> B グループ グルホシネート (1成分)</p> <p>(2) 分析法</p> <p style="text-align: center;">A 試薬の調製</p> <p>1) 〔略〕</p> <p>2) 強塩基性陰イオン交換樹脂 (酢酸型) 強塩基性イオン交換樹脂^{註2} 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。更にこの操作を2回繰り返した後、水 300 mLを加え、気泡を除去して樹脂を膨潤させ、上澄み液を捨てる。次にこの樹脂に水酸化ナトリウム溶液 (1 mol/L) 200 mLを加えてかき混ぜ、上澄み液を捨てる。この操作を2回繰り返した後、水酸化ナトリウム溶液 (1 mol/L) 200 mLを加えて一夜静置し、上澄み液を捨てる。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9以下になるまでこの操作を繰り返した後、酢酸 (1+9) 200 mLを加えてかき混ぜ、上澄み液を捨てる。更にこの操作を2回繰り返した後、酢酸 (1+9) 200 mLを加えて一夜静置し、同溶液中に保存する。</p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p>	<p>6 含リンアミノ酸系農薬のガスクロマトグラフによる系統的分析法</p> <p>(1) 分析対象化合物</p> <p> A グループ グリホサート及び 3-メチルホスフィニコプロピオン酸 (2成分)</p> <p> B グループ グルホシネート (1成分)</p> <p>(2) 分析法</p> <p style="text-align: center;">A 試薬の調製</p> <p>1) 〔略〕</p> <p>2) 強塩基性陰イオン交換樹脂 (酢酸型) 強塩基性イオン交換樹脂^{註1} 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。更にこの操作を2回繰り返した後、水 300 mLを加え、気泡を除去して樹脂を膨潤させ、上澄み液を捨てる。次にこの樹脂に水酸化ナトリウム溶液 (1 mol/L) 200 mLを加えてかき混ぜ、上澄み液を捨てる。この操作を2回繰り返した後、水酸化ナトリウム溶液 (1 mol/L) 200 mLを加えて一夜静置し、上澄み液を捨てる。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9以下になるまでこの操作を繰り返した後、酢酸 (1+9) 200 mLを加えてかき混ぜ、上澄み液を捨てる。更にこの操作を2回繰り返した後、酢酸 (1+9) 200 mLを加えて一夜静置し、同溶液中に保存する。</p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p>

改正後	現 行
<p>抽出 分析試料 10.0 g を量って 300 mL の共栓三角フラスコに入れ、水 200 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。抽出液を 50 mL の共栓遠心沈殿管に入れ、1,500×g で 10 分間遠心分離し、上澄み液をカラム処理 I に供する試料溶液とする。</p> <p>カラム処理 I 強塩基性陰イオン交換樹脂（酢酸型）をカラム管（内径 10 mm）に 7 cm の高さまで流し込み、酢酸（1+9）5 mL を加えて、液面が充てん剤の上端から 3 mm の高さ到達するまで流出させる。更にこの操作を繰り返してカラムを調製する。</p> <p>試料溶液 25 mL を正確にカラムに入れ、液面が充てん剤の上端から 3 mm の高さ到達するまで流出^{注3}させた後、水 10 mL を加え、同様に流出させる。</p> <p>200 mL のなす形フラスコをカラムの下に置き、酢酸（1+1）100 mL をカラムに入れ、液面が充てん剤の上端から 3 mm の高さ到達するまで流下してグリホサート、グルホシネート及び 3-メチルホスフィニコプロピオン酸を溶出^{注3}させ、溶出液を誘導体化反応に供する試料溶液とする。</p> <p>誘導体化反応 試料溶液を 50 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮^{注4}した後、窒素ガスを送って乾固する。酢酸 1 mL 及びオルト酢酸トリメチル 4 mL を正確に加えて残留物を溶かし^{注5}、この容器を密栓して 100 °C で 2 時間加熱^{注6}した後放冷し、50 °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。</p> <p>酢酸エチル 5 mL を正確に加えて残留物を溶かし^{注5}、この液を 10 mL の共栓遠心沈殿管に入れ、650×g で 5 分間遠心分離し、上澄み液をカラム処理 II に供する試料溶液とする。</p> <p>カラム処理 II アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラ</p>	<p>抽出 分析試料 10.0 g を量って 300 mL の共栓三角フラスコに入れ、水 200 mL を加え、30 分間振り混ぜて抽出する。抽出液を 50 mL の共栓遠心沈殿管に入れ、1,500×g で 10 分間遠心分離し、上澄み液をカラム処理 I に供する試料溶液とする。</p> <p>カラム処理 I 強塩基性陰イオン交換樹脂（酢酸型）をカラム管（内径 10 mm）に 7 cm の高さまで流し込み、酢酸（1+9）5 mL を加えて、液面が充てん剤の上端から 3 mm の高さ到達するまで流出させる。更にこの操作を繰り返してカラムを調製する。</p> <p>試料溶液 25 mL を正確にカラムに入れ、液面が充てん剤の上端から 3 mm の高さ到達するまで流出^{注2}させた後、水 10 mL を加え、同様に流出させる。</p> <p>200 mL のなす形フラスコをカラムの下に置き、酢酸（1+1）100 mL をカラムに入れ、液面が充てん剤の上端から 3 mm の高さ到達するまで流下してグリホサート、グルホシネート及び 3-メチルホスフィニコプロピオン酸を溶出^{注2}させ、溶出液を誘導体化反応に供する試料溶液とする。</p> <p>誘導体化反応 試料溶液を 50 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮^{注3}した後、窒素ガスを送って乾固する。酢酸 1 mL 及びオルト酢酸トリメチル 4 mL を正確に加えて残留物を溶かし^{注4}、この容器を密栓して 100 °C で 2 時間加熱^{注5}した後放冷し、50 °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。</p> <p>酢酸エチル 5 mL を正確に加えて残留物を溶かし^{注4}、この液を 10 mL の共栓遠心沈殿管に入れ、650×g で 5 分間遠心分離し、上澄み液をカラム処理 II に供する試料溶液とする。</p> <p>カラム処理 II アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラ</p>

改正後	現 行
<p>ム (360 mg) の下にシリカゲルミニカラム (690 mg) (A) を連結し、酢酸エチル 10 mL で洗浄する。</p> <p>試料溶液 4 mL をミニカラムに正確に入れ、液面が充てん剤の上端に達するまで流出させる。酢酸エチル 10 mL をミニカラムに加え、同様に 2 回操作する。</p> <p>アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラムをはずし、50 mL のなす形フラスコをシリカゲルミニカラム (A) の下に置く。アセトン-水 (19+1) 10 mL をシリカゲルミニカラム (A) に加え、液面が充てん剤の上端に達するまで流下してグリホサート誘導体及び 3-メチルホスフィニコプロピオン酸誘導体を溶出させる。溶出液を 50 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。</p> <p>酢酸エチル 1 mL を正確に加えて残留物を溶かし^{注5}、プラスチック製^{注7}の遠心沈殿管 (容量 1.5 mL) に入れ、5,000×g で 5 分間遠心分離し、上澄み液をガスクロマトグラフィーに供する試料溶液 (A) とする。</p> <p>また、先のアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラムは、カラム処理 III に供する。</p> <p>カラム処理 III カラム処理 II で使用したアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラムの下にあらかじめ酢酸エチル 10 mL で洗浄したシリカゲルミニカラム (690 mg) (B) を連結する。</p> <p>アセトン 10 mL をミニカラムに加え、液面が充てん剤の上端に達するまで流下してグルホシネート誘導体をシリカゲルミニカラム (B) に移行させる。</p> <p>アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラムをはずし、アセトン 10 mL をシリカゲルミニカラム (B) に加え、液面が充てん剤の上端に達するまで流出させ、シリカゲルミニカ</p>	<p>ム (360 mg) の下にシリカゲルミニカラム (690 mg) (A) を連結し、酢酸エチル 10 mL で洗浄する。</p> <p>試料溶液 4 mL をミニカラムに正確に入れ、液面が充てん剤の上端に達するまで流出させる。酢酸エチル 10 mL をミニカラムに加え、同様に 2 回操作する。</p> <p>アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラムをはずし、50 mL のなす形フラスコをシリカゲルミニカラム (A) の下に置く。アセトン-水 (19+1) 10 mL をシリカゲルミニカラム (A) に加え、液面が充てん剤の上端に達するまで流下してグリホサート誘導体及び 3-メチルホスフィニコプロピオン酸誘導体を溶出させる。溶出液を 50 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。</p> <p>酢酸エチル 1 mL を正確に加えて残留物を溶かし^{注4}、プラスチック製^{注6}の遠心沈殿管 (容量 1.5 mL) に入れ、5,000×g で 5 分間遠心分離し、上澄み液をガスクロマトグラフィーに供する試料溶液 (A) とする。</p> <p>また、先のアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラムは、カラム処理 III に供する。</p> <p>カラム処理 III カラム処理 II で使用したアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラムの下にあらかじめ酢酸エチル 10 mL で洗浄したシリカゲルミニカラム (690 mg) (B) を連結する。</p> <p>アセトン 10 mL をミニカラムに加え、液面が充てん剤の上端に達するまで流下してグルホシネート誘導体をシリカゲルミニカラム (B) に移行させる。</p> <p>アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラムをはずし、アセトン 10 mL をシリカゲルミニカラム (B) に加え、液面が充てん剤の上端に達するまで流出させ、シリカゲルミニカ</p>

改正後	現 行								
<p>ラム (B) を洗浄する。50 mL のなす形フラスコをシリカゲルミニカラム (B) の下に置き、アセトン-水 (19+1) 10 mL をミニカラムに加えてグルホシネート誘導体を溶出させる。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た後、窒素ガスを送って乾固する。</p> <p>酢酸エチル 1 mL を正確に加えて残留物を溶かし^{注5}、この液をプラスチック製^{注7}の遠心沈殿管 (容量 1.5 mL) に入れ、5,000×g で 5 分間遠心分離し、上澄み液をガスクロマトグラフィーに供する試料溶液 (B) とする。</p> <p>標準原液の誘導体化 農薬混合標準原液 200 μL を 200 mL のなす形フラスコに入れ、窒素ガスを送って乾固する。酢酸 1 mL 及びオルト酢酸トリメチル 4 mL を正確に加えて残留物を溶かし、なす形フラスコを密栓して 100 °C で 2 時間加熱^{注6}した後放冷する。この液を 50 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。</p> <p>酢酸エチルを加えて残留物を溶かし、更に同溶媒で正確に希釈し、1 mL 中にグリホサート、グルホシネート及び 3-メチルホスフィニコプロピオン酸としてそれぞれ 0.05~2 μg 相当量を含有する数点の標準液を調製する。</p> <p>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^{注8}し、クロマトグラムを得る。</p> <p>測定条件 例</p> <table border="0"> <tr> <td>検 出</td> <td>器：炎光光度検出器 (リン検出用フィルター)</td> </tr> <tr> <td>カ ラ</td> <td>ム：溶融石英製キャピラリーカラム (ポリエチレングリコール (平均分子量 15,000) ジエポキシド結合型、内径 0.32 mm、長さ 15 m、膜厚 0.25 μm)</td> </tr> </table>	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 (ポリエチレングリコール (平均分子量 15,000) ジエポキシド結合型、内径 0.32 mm、長さ 15 m、膜厚 0.25 μm)	<p>ラム (B) を洗浄する。50 mL のなす形フラスコをシリカゲルミニカラム (B) の下に置き、アセトン-水 (19+1) 10 mL をミニカラムに加えてグルホシネート誘導体を溶出させる。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た後、窒素ガスを送って乾固する。</p> <p>酢酸エチル 1 mL を正確に加えて残留物を溶かし^{注4}、この液をプラスチック製^{注6}の遠心沈殿管 (容量 1.5 mL) に入れ、5,000×g で 5 分間遠心分離し、上澄み液をガスクロマトグラフィーに供する試料溶液 (B) とする。</p> <p>標準原液の誘導体化 農薬混合標準原液 200 μL を 200 mL のなす形フラスコに入れ、窒素ガスを送って乾固する。酢酸 1 mL 及びオルト酢酸トリメチル 4 mL を正確に加えて残留物を溶かし、なす形フラスコを密栓して 100 °C で 2 時間加熱^{注5}した後放冷する。この液を 50 °C 以下の水浴でほとんど乾固するまで減圧濃縮した後、窒素ガスを送って乾固する。</p> <p>酢酸エチルを加えて残留物を溶かし、更に同溶媒で正確に希釈し、1 mL 中にグリホサート、グルホシネート及び 3-メチルホスフィニコプロピオン酸としてそれぞれ 0.05~2 μg 相当量を含有する数点の標準液を調製する。</p> <p>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^{注7}し、クロマトグラムを得る。</p> <p>測定条件 例</p> <table border="0"> <tr> <td>検 出</td> <td>器：炎光光度検出器 (リン検出用フィルター)</td> </tr> <tr> <td>カ ラ</td> <td>ム：溶融石英製キャピラリーカラム (ポリエチレングリコール (平均分子量 15,000) ジエポキシド結合型、内径 0.32 mm、長さ 15 m、膜厚 0.25 μm)</td> </tr> </table>	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 (ポリエチレングリコール (平均分子量 15,000) ジエポキシド結合型、内径 0.32 mm、長さ 15 m、膜厚 0.25 μm)
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 (ポリエチレングリコール (平均分子量 15,000) ジエポキシド結合型、内径 0.32 mm、長さ 15 m、膜厚 0.25 μm)								
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 (ポリエチレングリコール (平均分子量 15,000) ジエポキシド結合型、内径 0.32 mm、長さ 15 m、膜厚 0.25 μm)								

改正後	現 行
<p>キャリアーガス：He (8.4 mL/min) メイクアップガス：N₂ (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：250 °C カラム槽温度：100 °C (1 min 保持) →昇温 20 °C/min →250 °C (5 min 保持) 検 出 器 温 度：275 °C</p> <p>計 算 得られたクロマトグラムからグリホサート誘導体のピーク高さを求めて検量線を作成し、試料中のグリホサート量を算出する。</p> <p>同様に、グルホシネート誘導体及び 3-メチルホスフィニコプロピオン酸誘導体のピーク高さを求めてそれぞれの検量線を作成し、グルホシネート及び 3-メチルホスフィニコプロピオン酸のそれぞれの量を算出し、次式により試料中のグルホシネート量を算出する。</p> <p>試料中のグルホシネート量 (µg/kg) = $A + B \times 1.3$ A：検量線から求めたグルホシネートの濃度 (µg/kg) B：検量線から求めた 3-メチルホスフィニコプロピオン酸の濃度 (µg/kg)</p> <p><u>注 1 本法では、試料中に N-アセチルグルホシネートが含まれている場合には、N-アセチルグルホシネートがグルホシネート誘導体に変換され、試料中のグルホシネート量に含まれる可能性がある。</u></p> <p><u>2</u> 〔略〕 <u>3</u> 〔略〕 <u>4</u> 〔略〕</p>	<p>キャリアーガス：He (8.4 mL/min) メイクアップガス：N₂ (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：250 °C カラム槽温度：100 °C (1 min 保持) →昇温 20 °C/min →250 °C (5 min 保持) 検 出 器 温 度：275 °C</p> <p>計 算 得られたクロマトグラムからグリホサート誘導体のピーク高さを求めて検量線を作成し、試料中のグリホサート量を算出する。</p> <p>同様に、グルホシネート誘導体及び 3-メチルホスフィニコプロピオン酸誘導体のピーク高さを求めてそれぞれの検量線を作成し、グルホシネート及び 3-メチルホスフィニコプロピオン酸のそれぞれの量を算出し、次式により試料中のグルホシネート量を算出する。</p> <p>試料中のグルホシネート量 (µg/kg) = $A + B \times 1.3$ A：検量線から求めたグルホシネートの濃度 (µg/kg) B：検量線から求めた 3-メチルホスフィニコプロピオン酸の濃度 (µg/kg)</p> <p>〔新設〕</p> <p><u>注 1</u> 〔略〕 <u>2</u> 〔略〕 <u>3</u> 〔略〕</p>

改正後	現 行
<p> <u>5</u> 〔略〕 <u>6</u> 乾燥器等に入れる。乾燥器を用いる場合は、十分に庫内及び実験室内を換気すること。 <u>7</u> 〔略〕 <u>8</u> 〔略〕 (参考) 分析法バリデーション 〔略〕 〔削る。〕 </p>	<p> <u>4</u> 〔略〕 <u>5</u> 乾燥器等に入れる。乾燥器を用いる場合は、十分にファンを回す。 <u>6</u> 〔略〕 <u>7</u> 〔略〕 (参考) 分析法バリデーション 〔略〕 <u>7</u> 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系統的分析法 (1) 分析対象化合物 A グループ <u>カルバリル、カルボフラン、チアクロプリド、テブフェノジド、フェノブカルブ、フラメトピル、フラメトピルヒドロキシ体、フルジオキシニル及びメトキシフェノジド (9成分)</u> (2) 適用範囲 <u>稲わら、稲発酵粗飼料及び粃米</u> (3) 分析法 A 試薬の調製 1) A グループ農薬混合標準液 <u>カルバリル [C₁₂H₁₁NO₂]、カルボフラン [C₁₂H₁₅NO₃]、チアクロプリド [C₁₀H₉ClN₄S]、テブフェノジド [C₂₂H₂₈N₂O₂]、フェノブカルブ [C₁₂H₁₇NO₂]、フラメトピル [C₁₇H₂₀ClN₃O₂]、フラメトピルヒドロキシ体 [C₁₇H₂₀ClN₃O₃]、フルジオキシニル [C₁₂H₆F₂N₂O₂] 及びメトキシフェノジド [C₂₂H₂₈N₂O₃] 各 25 mg を正確に量ってそれぞれ 50 mL の全量フラスコに入れ、アセトンを加えて溶かし、さらに標線まで同溶媒を加えて各 A グループ農薬標準原液を調製する (これらの液各 1 mL は、各 A グループ農薬としてそれぞれ 0.5 mg を含有する。)</u> 各 A グループ農薬標準原液各 2 mL (フルジオキシニルにつ </p>

改正後	現 行
	<p>いては 10 mL) を 100 mL の全量フラスコに入れて混合し、さらに標線までアセトンを加えて A グループ農薬混合標準原液を調製する (この液 1 mL は、各 A グループ農薬としてそれぞれ 10 µg (フルジオキソニルについては 50 µg) を含有する。)</p> <p>使用に際して、A グループ農薬混合標準原液の一定量を、アセトニトリル-水 (3+2) で正確に希釈し、1 mL 中に各 A グループ農薬としてそれぞれ 0.1~2 ng (フルジオキソニルについては 0.5~10 ng) を含有する数点の A グループ農薬混合標準液を調製する。</p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p><u>抽出</u> 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 30 mL (粃米は 20 mL) を加え、30 分間静置後、さらにアセトン 120 mL (粃米は 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、同様に吸引ろ過する。さらに全量フラスコの標線までアセトンを加える。この液 2 mL (フルジオキソニル以外のその他 8 成分の農薬を測定する場合にあっては、さらにアセトンで正確に 10 倍希釈した後、その液 2 mL) を 50 mL のなす形フラスコに正確に入れ、水 20 mL 加えて混合した後、カラム処理に供する試料溶液とする。</p> <p><u>カラム処理</u>^{注 1} オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (500 mg)^{注 2} をアセトニトリル 5 mL 及び水 5 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出させる。さらに試料溶液の入っていたなす形フラスコを水-アセトニトリル (9+1) 5 mL ずつで 2 回</p>

改正後

現 行

洗浄し、洗液を順次ミニカラムに加え、同様に流出させる。
10 mL の全量フラスコをミニカラムの下に置き、アセトニトリル-水 (3+2) 10 mL をミニカラムに加え、各農薬を溶出させる^{注3}。さらに全量フラスコの標線まで同溶媒を加え、その液の一定量を 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質量分析計による測定 試料溶液及び各 A グループ農薬混合標準液各 5 μL を液体クロマトグラフ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 2.1 mm、長さ 150 mm、粒径 5 μm)^{注4}

溶 離 液 : 2 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液-
アセトニトリル (4+1) →15 min→
(1+9) (5 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^{注5})

イ オ ン 化 法 : エレクトロスプレーイオン化
(ESI) 法

イ オ ン 源 温 度 : 120 °C

デソルベーション温度 : 350 °C

キャピラリー電圧 : 正イオン 3.5 kV、負イオン 1.0 kV

コ ー ン 電 圧 : 下表のとおり

コリジョンエネルギー : 下表のとおり

改正後

現 行

モニターイオン：下表のとおり
表 各農薬のモニターイオン条件

農薬名	測定 モード	プリカーサー イオン (m/z)	プロダクト イオン (m/z)	確認 イオン (m/z)	コーン 電圧 (V)	コリジョン エネルギー (eV)
チアクロプリド	±	253	126	—	36	20
			—	90	36	36
テブフェノジド	±	353	133	—	18	20
			—	105	18	42
フラメトピル	±	334	157	—	36	32
			—	290	36	16
フラメトピル ヒドロキシ体	±	332	157	—	38	22
			—	76	38	56
フルジオキシニル	—	247	180	—	48	28
			—	126	48	28
メトキシフェノジド	±	369	149	—	18	18
			—	133	18	28
カルバリル	±	202	145	—	24	11
			—	127	24	25
カルボフラン	±	222	165	—	32	11
			—	123	32	23
フェノブカルブ	±	208	95	—	28	13
			—	77	28	35

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、試料中の各農薬量（フラメトピルを除く）を算出する。

同様に、フラメトピル及びフラメトピルヒドロキシ体のピーク面積又は高さを求めてそれぞれの検量線を作成し、フラメトピル及びフラメトピルヒドロキシ体のそれぞれの量を算出した後、次式により試料中のフラメトピル量を算出する。

改正後

現 行

試料中のフラメトピル量 (mg/kg) = A+B×0.9543

A : 検量線から求めた試料中のフラメトピルの濃度 (mg/kg)

B : 検量線から求めた試料中のフラメトピルヒドロキシ体の濃度 (mg/kg)

注 1 流速は 1 mL/min 程度とする。必要に応じて吸引マニホールドを使用する。

2 InertSep Slim-J C18-B (ジーエルサイエンス製) 又はこれと同等のもの

3 全量フラスコの標線を超えるおそれがあるときは、標線まで溶出液を加えた時点で溶出は終了させる。

4 ZORBAX Eclipse XDB-C18 (Agilent Technologies 製) 又はこれと同等のもの

5 AQUITY 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

添加成分名	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(%)
チアクロプリド	稲わら	1.0	3	88.0	1.7
		0.2	3	89.9	2.9
		0.1	3	107	11
	稲発酵粗飼料	1.0	3	94.2	0.4
		0.2	3	89.3	3.4
		0.1	3	99.1	6.9
	粳米	1.0	3	91.7	2.6
		0.2	3	89.5	4.0
		0.1	3	97.0	11
テブフェノジド	稲わら	1.0	3	89.2	1.0
		0.2	3	92.7	2.6
		0.1	3	102	12
	稲発酵粗飼料	1.0	3	94.2	1.9
		0.2	3	92.7	3.7
		0.1	3	97.3	1.6

改正後

現 行

	粳米	1.0	3	92.9	2.8
		0.2	3	88.8	2.4
		0.1	3	93.0	7.3
	稲わら	1.0	3	87.0	4.1
		0.2	3	104	9.8
		0.1	3	103	12
	稲発酵粗飼料	1.0	3	93.8	3.7
フラメトピル		0.2	3	103	11
		0.1	3	104	12
	粳米	1.0	3	93.7	3.0
		0.2	3	87.8	7.4
		0.1	3	111	5.7
	稲わら	1.0	3	89.6	3.7
		0.2	3	85.5	7.1
		0.1	3	102	5.7
	稲発酵粗飼料	1.0	3	90.4	4.9
フラメトピル		0.2	3	82	6.5
ヒドロキシ体		0.1	3	96.4	9.9
	粳米	1.0	3	90.0	3.5
		0.2	3	78.5	1.4
		0.1	3	89.1	9.8
	稲わら	0.1	3	92.9	2.6
		0.05	3	104	7.6
	稲発酵粗飼料	0.1	3	92.0	1.7
フルジオキソニル		0.05	3	99.3	6.8
	粳米	0.1	3	95.9	2.7
		0.05	3	98.9	1.7
	稲わら	1.0	3	91.6	3.7
		0.2	3	92.5	6.3
		0.1	3	95.3	6.7
	稲発酵粗飼料	1.0	3	92.9	1.1
メトキシフェノジド		0.2	3	77.1	7.7
		0.1	3	96.7	9.6
	粳米	1.0	3	93.2	0.4
		0.2	3	90.7	5.1
		0.1	3	89.8	0.7

改正後

現 行

カルバリル	稲わら	1.0	3	96.0	4.0	
		0.2	3	101	0.8	
		0.1	3	103	6.7	
	稲発酵粗飼料	1.0	3	99.4	1.6	
		0.2	3	97.7	8.2	
		0.1	3	115	11	
	粳米	1.0	3	99.0	0.7	
		0.2	3	90.1	6.2	
		0.1	3	106	9.3	
	カルボフラン	稲わら	1.0	3	89.0	2.5
			0.2	3	101	8.6
			0.1	3	89.4	11
稲発酵粗飼料		1.0	3	96.7	1.8	
		0.2	3	96.6	3.0	
		0.1	3	92.1	16	
粳米		1.0	3	96.3	7.1	
		0.2	3	82.5	9.1	
		0.1	3	94.4	8.0	
フェノブカルブ		稲わら	1.0	3	86.1	1.7
			0.2	3	103	6.4
			0.1	3	99.1	9.3
	稲発酵粗飼料	1.0	3	94.3	6.9	
		0.2	3	96.3	6.9	
		0.1	3	101	2.8	
	粳米	1.0	3	94.4	3.6	
		0.2	3	91.4	7.9	
		0.1	3	92.3	13	

・ 共同試験

成分名	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 _r (%)	室間再現精度 RSD _R (%)	HorRat
チアクロプリド	稲わら	12	0	1.0	99.0	4.5	8.6	0.53
	粳米	11	1	1.0	103	2.8	5.2	0.33
テブフェノジド	稲わら	11	1	1.0	95.2	5.1	4.7	0.29
	粳米	12	0	1.0	102	5.1	6.1	0.39
フラメトビル	稲わら	12	0	1.0	98.2	7.6	7.9	0.50
	粳米	12	0	1.0	100	4.5	9.5	0.60
フラメトビル ヒドロキシ体	稲わら	12	0	1.0	94.0	5.5	7.3	0.45
	粳米	12	0	1.0	92.5	3.7	8.0	0.49

改正後

現 行

フルジ	稲わら	12	0	0.1	100	9.8	12	0.55
オキシニル	粳米	12	0	0.1	107	3.8	12	0.53
メトキシ	稲わら	12	0	1.0	97.3	5.0	7.8	0.49
フェノジド	粳米	12	0	1.0	103	5.0	5.9	0.37
カルバリル	稲わら	12	0	1.0	97.6	4.4	7.7	0.48
	粳米	12	0	1.0	101	4.3	11	0.69
カルボフラン	稲わら	12	0	1.0	99.2	4.6	6.1	0.38
	粳米	12	0	1.0	102	3.8	7.8	0.49
フェノブカル	稲わら	12	0	1.0	99.3	5.5	10	0.65
ブ	粳米	11	1	1.0	105	5.0	6.2	0.39

- ・ 定量下限 フルジオキシニル：試料中 0.05 mg/kg、その他の農薬：試料中 各 0.1 mg/kg
- ・ 検出下限 フルジオキシニル：試料中 0.02 mg/kg、その他の農薬：試料中 各 0.03 mg/kg

第3節 多成分同時分析法

1~18 〔略〕

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

(1) 分析対象化合物 カルバリル、カルボフラン、チアクロプリド、テブフェノジド、フェノブカルブ、フラメトピル、フラメトピルヒドロキシ体、フルジオキシニル及びメトキシフェノジド (9成分)

(2) 適用範囲 稲わら、稲発酵粗飼料及び粳米

(3) 分析法

A 試薬の調製

農薬混合標準液 カルバリル [C₁₂H₁₁NO₂]、カルボフラン [C₁₂H₁₅NO₃]、チアクロプリド [C₁₀H₉ClN₄S]、テブフェノジド [C₂₂H₂₈N₂O₂]、フェノブカルブ [C₁₂H₁₇NO₂]、フラメ

第3節 多成分同時分析法

1~18 〔略〕

〔新設〕

改正後	現 行
<p><u>トピル〔C₁₇H₂₀ClN₃O₂〕、フラメトピルヒドロキシ体〔C₁₇H₂₀ClN₃O₃〕、フルジオキシニル〔C₁₂H₆F₂N₂O₂〕及びメトキシフェノジド〔C₂₂H₂₈N₂O₃〕各 25 mg を正確に量ってそれぞれ 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各農薬標準原液を調製する（これらの液各 1 mL は、各農薬としてそれぞれ 0.5 mg を含有する。）。</u></p> <p><u>各農薬標準原液各 2 mL（フルジオキシニルは 10 mL）を 100 mL の全量フラスコに正確に入れ、更に標線までアセトンを加えて農薬混合標準原液を調製する（この液 1 mL は、各農薬としてそれぞれ 10 μg（フルジオキシニルは 50 μg）を含有する。）。</u></p> <p><u>使用に際して、農薬混合標準原液の一定量を、アセトニトリル-水（3+2）で正確に希釈し、1 mL 中に各農薬としてそれぞれ 0.1~2 ng（フルジオキシニルは 0.5~10 ng）を含有する数点の農薬混合標準液を調製する。</u></p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p><u>抽出 分析試料 10.0 g を量って 300 mL の共栓三角フラスコに入れ、水 30 mL（粃米は 20 mL）を加え、30 分間静置後、更にアセトン 120 mL（粃米は 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、同様に吸引ろ過する。更に全量フラスコの標線までアセトンを加える。この液をアセトンで正確に 10 倍希釈した後、希釈試料溶液 2 mL を 50 mL のなす形フラスコに正確に入れ、水 20 mL を加え、カラム処理に供する試料溶液とする。</u></p> <p><u>カラム処理^{注 1} オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム</u></p>	

改正後	現 行
<p><u>(500 mg) 注2 をアセトニトリル 5 mL 及び水 5 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出させる。更に試料溶液の入っていたなす形フラスコを水-アセトニトリル (9+1) 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。10 mL の全量フラスコをミニカラムの下に置き、アセトニトリル-水 (3+2) 10 mL をミニカラムに加え、各農薬を溶出させる注3。更に全量フラスコの標線まで同溶媒を加え、その液の一定量を 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。</u></p> <p><u>液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による測定 試料溶液及び各農薬混合標準液各 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。</u></p> <p><u>測定条件 例</u> <u>(液体クロマトグラフ部)</u> <u>カ ラ ム : オクタデシルシリル化シリカゲルカラム (内径 2.1 mm、長さ 150 mm、粒径 5 µm) 注4</u> <u>溶 離 液 : 2 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液 - アセトニトリル (4+1) → 15 min → (1+9) (5 min 保持)</u> <u>流 速 : 0.2 mL/min</u> <u>カ ラ ム 槽 温 度 : 40 °C</u> <u>(タンデム型質量分析計部注5)</u> <u>イ オ ン 化 法 : エレクトロスプレーイオン化 (ESI) 法</u></p>	

改正後

現 行

イオン源温度：120℃
 デソルベーション温度：350℃
 キャピラリー電圧：正イオン 3.5 kV、負イオン 1.0

kV

コーン電圧：下表のとおり

コリジョンエネルギー：下表のとおり

モニターイオン：下表のとおり

表 各農薬のモニターイオン条件

農薬名	測定 モード	ブリーカー イオン (m/z)	プロダクト イオン (m/z)	確認 イオン (m/z)	コーン 電圧 (V)	コリジョン エネルギー (eV)
チアクロプリド	±	253	126	＝	36	20
			＝	90	36	36
テブフェノジド	±	353	133	＝	18	20
			＝	105	18	42
フラメトピル	±	334	157	＝	36	32
			＝	290	36	16
フラメトピル ヒドロキシ体	±	332	157	＝	38	22
			＝	76	38	56
フルジオキシニル	-	247	180	＝	48	28
			＝	126	48	28
メトキシフェノジド	±	369	149	＝	18	18
			＝	133	18	28
カルバリル	±	202	145	＝	24	11
			＝	127	24	25
カルボフラン	±	222	165	＝	32	11
			＝	123	32	23
フェノブカルブ	±	208	95	＝	28	13
			＝	77	28	35

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、試料中の各農薬量（フラメトピルを除く）を算出する。

同様に、フラメトピル及びフラメトピルヒドロキシ体のピ

改正後

現 行

ーク面積又は高さを求めてそれぞれの検量線を作成し、フラ
メトピル及びフラメトピルヒドロキシ体のそれぞれの量を算
出した後、次式により試料中のフラメトピル量を算出する。

$$\text{試料中のフラメトピル量 (mg/kg)} = A + B \times 0.9543$$

A : 検量線から求めた試料中のフラメトピルの濃度
(mg/kg)

B : 検量線から求めた試料中のフラメトピルヒドロキシ
体の濃度 (mg/kg)

注 1 流速は 1 mL/min 程度とする。必要に応じて吸引マ
ニホールドを使用する。

2 InertSep Slim-J C18-B (ジーエルサイエンス製) 又はこ
れと同等のもの

3 全量フラスコの標線を超えるおそれがあるときは、溶
出液が標線に達した時点で溶出は終了させる。

4 ZORBAX Eclipse XDB-C18 (Agilent Technologies 製) 又
はこれと同等のもの

5 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

添加成分名	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(%)
チアクロプリド	稲わら	1.0	3	88.0	1.7
		0.2	3	89.9	2.9
		0.1	3	107	11
	稲発酵粗飼料	1.0	3	94.2	0.4
		0.2	3	89.3	3.4
		0.1	3	99.1	6.9
	粳米	1.0	3	91.7	2.6
		0.2	3	89.5	4.0
		0.1	3	97.0	11

改正後						現 行					
テブフェノジド	稲わら	1.0	3	89.2	1.0						
		0.2	3	92.7	2.6						
		0.1	3	102	12						
	稲発酵粗飼料	1.0	3	94.2	1.9						
		0.2	3	92.7	3.7						
		0.1	3	97.3	1.6						
	粳米	1.0	3	92.9	2.8						
		0.2	3	88.8	2.4						
		0.1	3	93.0	7.3						
フラメトピル	稲わら	1.0	3	87.0	4.1						
		0.2	3	104	9.8						
		0.1	3	103	12						
	稲発酵粗飼料	1.0	3	93.8	3.7						
		0.2	3	103	11						
		0.1	3	104	12						
	粳米	1.0	3	93.7	3.0						
		0.2	3	87.8	7.4						
		0.1	3	111	5.7						
フラメトピル ヒドロキシ体	稲わら	1.0	3	89.6	3.7						
		0.2	3	85.5	7.1						
		0.1	3	102	5.7						
	稲発酵粗飼料	1.0	3	90.4	4.9						
		0.2	3	82.0	6.5						
		0.1	3	96.4	9.9						
	粳米	1.0	3	90.0	3.5						
		0.2	3	78.5	1.4						
		0.1	3	89.1	9.8						
フルジオキノニル	稲わら	0.1	3	92.9	2.6						
		0.05	3	104	7.6						
	稲発酵粗飼料	0.1	3	92.0	1.7						
		0.05	3	99.3	6.8						
	粳米	0.1	3	95.9	2.7						
		0.05	3	98.9	1.7						
メトキシフェノジド	稲わら	1.0	3	91.6	3.7						
		0.2	3	92.5	6.3						
		0.1	3	95.3	6.7						
	稲発酵粗飼料	1.0	3	92.9	1.1						
		0.2	3	77.1	7.7						
		0.1	3	96.7	9.6						
	粳米	1.0	3	93.2	0.4						
		0.2	3	90.7	5.1						
		0.1	3	89.8	0.7						

改正後

現 行

カルバリル	稲わら	1.0	3	96.0	4.0
		0.2	3	101	0.8
		0.1	3	103	6.7
	稲発酵粗飼料	1.0	3	99.4	1.6
		0.2	3	97.7	8.2
		0.1	3	115	11
	粳米	1.0	3	99.0	0.7
		0.2	3	90.1	6.2
		0.1	3	106	9.3
カルボフラン	稲わら	1.0	3	89.0	2.5
		0.2	3	101	8.6
		0.1	3	89.4	11
	稲発酵粗飼料	1.0	3	96.7	1.8
		0.2	3	96.6	3.0
		0.1	3	92.1	16
	粳米	1.0	3	96.3	7.1
		0.2	3	82.5	9.1
		0.1	3	94.4	8.0
フェノブカルブ	稲わら	1.0	3	86.1	1.7
		0.2	3	103	6.4
		0.1	3	99.1	9.3
	稲発酵粗飼料	1.0	3	94.3	6.9
		0.2	3	96.3	6.9
		0.1	3	101	2.8
	粳米	1.0	3	94.4	3.6
		0.2	3	91.4	7.9
		0.1	3	92.3	13

・ 共同試験

成分名	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 _r (%)	室間再現精度 RSD _R (%)	HorRat
チアクロブリド	稲わら	12	0	1.0	99.0	4.5	8.6	0.53
	粳米	11	1	1.0	103	2.8	5.2	0.33
テブフェノジド	稲わら	11	1	1.0	95.2	5.1	4.7	0.29
	粳米	12	0	1.0	102	5.1	6.1	0.39
フラメトビル	稲わら	12	0	1.0	98.2	7.6	7.9	0.50
	粳米	12	0	1.0	100	4.5	9.5	0.60

改正後									現 行	
フラメトピル	稲わら	12	0	1.0	94.0	5.5	7.3	0.45		
ヒドロキシ体	粃米	12	0	1.0	92.5	3.7	8.0	0.49		
フルジ	稲わら	12	0	0.1	100	9.8	12	0.55		
オキシニル	粃米	12	0	0.1	107	3.8	12	0.53		
メトキシ	稲わら	12	0	1.0	97.3	5.0	7.8	0.49		
フェノジド	粃米	12	0	1.0	103	5.0	5.9	0.37		
カルバリル	稲わら	12	0	1.0	97.6	4.4	7.7	0.48		
	粃米	12	0	1.0	101	4.3	11	0.69		
カルボフラン	稲わら	12	0	1.0	99.2	4.6	6.1	0.38		
	粃米	12	0	1.0	102	3.8	7.8	0.49		
フェノブカルブ	稲わら	12	0	1.0	99.3	5.5	10	0.65		
	粃米	11	1	1.0	105	5.0	6.2	0.39		
<ul style="list-style-type: none"> ・ 定量下限 フルジオキシニル：試料中 <u>0.05 mg/kg</u>、その他の農薬：試料中 各 <u>0.1 mg/kg</u> ・ 検出下限 フルジオキシニル：試料中 <u>0.02 mg/kg</u>、その他の農薬：試料中 各 <u>0.03 mg/kg</u> 										
20 <u>アゾ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</u>									〔新設〕	
(1) <u>分析対象化合物</u> <u>アゾキシストロビン、イソプロカルブ、ジクロシメット、ピリミカーブ、プロポキスル、メタラキシル及びメトルカルブ（7成分）</u>										
(2) <u>適用範囲</u> <u>稲わら、稲発酵粗飼料及び粃米</u>										
(3) <u>分析法</u>										
A 試薬の調製										
農薬混合標準液 <u>アゾキシストロビン [C₂₂H₁₇N₃O₅]、イソプロカルブ [C₁₁H₁₅NO₂]、ジクロシメット [C₁₅H₁₈C₁₂N₂O]、ピリミカーブ [C₁₁H₁₈N₄O₂]、プロポキスル [C₁₁H₁₅NO₃]、メタラキシル [C₁₅H₂₁NO₄] 及びメトルカルブ [C₉H₁₁NO₂] 各 25 mg を正確に量ってそれぞれ 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</u>										

改正後	現 行
<p><u>各農薬標準原液を調製する（これらの液各 1 mL は、各農薬としてそれぞれ 0.5 mg を含有する。）。</u></p> <p><u>各農薬標準原液の一定量を混合し、アセトンで正確に希釈し、1 mL 中に各農薬としてそれぞれ 10 µg を含有する農薬混合標準原液を調製する。</u></p> <p><u>使用に際して、農薬混合標準原液の一定量を、アセトニトリル-水 (3+2) で正確に希釈し、1 mL 中に各農薬としてそれぞれ 0.25~20 ng を含有する数点の農薬混合標準液を調製する。</u></p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p><u>抽出 分析試料 10.0 g を量って 300 mL の共栓三角フラスコに入れ、水 30 mL（粳米は 20 mL）を加え、30 分間静置後、更にアセトン 120 mL（粳米は 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、同様に吸引ろ過する。更に全量フラスコの標線までアセトンを加える。この液をアセトンで正確に 10 倍希釈した後、希釈試料溶液 2 mL を 50 mL のなす形フラスコに正確に入れ、水 20 mL を加え、カラム処理 I に供する試料溶液とする。</u></p> <p><u>カラム処理 I ^{注1} オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（500 mg）^{注2} をアセトニトリル 5 mL 及び水 5 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出させる。更に試料溶液の入っていたなす形フラスコを水-アセトニトリル (9+1) 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。10 mL の全量フラスコをミニカラムの下に置き、アセトニトリル-水 (3+2) 10 mL をミニカラムに加え、各農薬を溶出させ</u></p>	

改正後	現 行
<p>る^{注3}。更に全量フラスコの標線まで同溶媒を加え、この液 5 mL を 50 mL のなす形フラスコに正確に入れ、40 °C 以下の水浴で約 2 mL まで減圧濃縮し、カラム処理Ⅱに供する試料溶液とする。</p> <p>カラム処理Ⅱ^{注1} 試料溶液に水 2 mL を加え、これを多孔性ケイソウ土カラム (5 mL 保持用)^{注4} に入れ、10 分間静置する。100 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 5 mL ずつで 4 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各農薬を溶出させる。更に同溶媒 10 mL をカラムに加えて同様に溶出させ、溶出液を 40 °C 以下の水浴で約 1 mL まで減圧濃縮し、窒素ガスを送って乾固する。アセトニトリル-トルエン (3+1) 5 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。</p> <p>カラム処理Ⅲ^{注1} グラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム (500 mg/500 mg)^{注5} をアセトニトリル-トルエン (3+1) 10 mL で洗浄する。100 mL のなす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各農薬を流出させる。試料溶液の入っていたなす形フラスコをアセトニトリル-トルエン (3+1) 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。流出液を 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する。アセトニトリル-水 (3+2) 1 mL を正確に加えて残留物を溶かし、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。また、試料が稲わらである場合は、更に試料溶液の一定量をアセトニトリル-水 (3+2) で正確に</p>	

改正後	現 行
<p><u>10 倍希釈し、アズキシストロビン及びジクロシメットの定量に用いる。</u></p> <p><u>液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による測定 試料溶液及び各農薬混合標準液各 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。</u></p> <p><u>測定条件 例</u> <u>(液体クロマトグラフ部)</u> <u>カ ラ ム : オクタデシルシリル化シリカゲルカラム (内径 2.1 mm、長さ 150 mm、粒径 5 μm) 注6</u> <u>溶 離 液 : 2 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液 - アセトニトリル (4+1) → 15 min → (1+9) (5 min 保持)</u> <u>流 速 : 0.2 mL/min</u> <u>カ ラ ム 槽 温 度 : 40 °C</u> <u>(タンデム型質量分析計部注7)</u> <u>イ オ ン 化 法 : エレクトロスプレーイオン化 (ESI) 法 (正イオンモード)</u> <u>イ オ ン 源 温 度 : 120 °C</u> <u>デソルベーション温度 : 350 °C</u> <u>キャピラリー電圧 : 3.5 kV</u> <u>コ ー ン 電 圧 : 下表のとおり</u> <u>コリジョンエネルギー : 下表のとおり</u> <u>モニターイオン : 下表のとおり</u> <u>表 各農薬のモニターイオン条件</u></p>	

改正後

現 行

農薬名	プリカーサー	プロダクト	確認	コーン	コリジョン
	イオン	イオン	イオン	電圧	エネルギー
	(m/z)	(m/z)	(m/z)	(V)	(eV)
アゾキシストロビン	404	372	=	20	15
		=	344	20	25
イソプロカルブ	194	95	=	30	15
		=	137	30	10
ジクロシメット	313	173	=	35	23
		=	137	35	47
ピリミカーブ	239	182	=	35	15
		=	72	35	20
プロポキスル	210	111	=	25	15
		=	93	25	25
メタラキシル	280	220	=	30	15
		=	192	30	20
メトルカルブ	166	109	=	11	15
		=	94	11	43

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、試料中の各農薬量を算出する。

注 1 流速は 1 mL/min 程度とする。必要に応じて吸引マニホールドを使用する。

2 InertSep Slim-J C18-B (ジーエルサイエンス製) 又はこれと同等のもの

3 全量フラスコの標線を超えるおそれがあるときは、溶出液が標線に達した時点で溶出は終了させる。

4 Chem Elut (Agilent Technologies 製) 又はこれと同等のもの

5 ENVI-Carb/LC-NH₂ (Supelco 製) 又はこれと同等のもの

6 Inertsil ODS-SP (ジーエルサイエンス製) 又はこれと同等のもの

改正後

現 行

7 Quattro Premier XE (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、繰返し精度、定量下限及び検出下限

添加成分名	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 _r (%)	定量下限 (mg/kg)	検出下限 (mg/kg)
アゾキシ ストロビン	稲わら	5.0	3	89.1	2.1	1.0	0.3
		1.0	3	106	1.7		
	稲発酵粗飼料	1.0	3	81.4	11	0.1	0.03
		0.1	3	104	18		
粃米	2.0	3	97.2	3.4	0.1	0.03	
	0.1	3	119	14			
イソプロカルブ	稲わら	1.0	3	81.0	6.3	0.1	0.03
		0.1	3	93.6	8.8		
	稲発酵粗飼料	1.0	3	83.5	5.4	0.1	0.03
		0.1	3	105	6.3		
粃米	1.0	3	87.2	5.4	0.1	0.03	
	0.1	3	107	6.8			
ジクロシメット	稲わら	15.0	3	94.8	6.8	1.0	0.3
		1.0	3	101	11		
	稲発酵粗飼料	1.0	3	82.1	8.6	0.1	0.03
		0.1	3	90.7	7.5		
粃米	1.0	3	102	16	0.1	0.03	
	0.1	3	91.0	9.1			
ピリミカーブ	稲わら	1.0	3	88.8	4.0	0.1	0.03
		0.1	3	90.5	2.4		
	稲発酵粗飼料	1.0	3	88.5	8.8	0.1	0.03
		0.1	3	110	2.7		
粃米	1.0	3	96.7	1.3	0.1	0.03	
	0.1	3	113	5.0			
プロボキスル	稲わら	1.0	3	82.3	3.1	0.1	0.03
		0.1	3	85.4	4.5		
	稲発酵粗飼料	1.0	3	93.0	6.9	0.1	0.03
		0.1	3	110	15		
粃米	1.0	3	96.7	1.3	0.1	0.03	
	0.1	3	114	10			
メタラキシル	稲わら	1.0	3	91.3	3.9	0.04	0.01
		0.04	3	90.7	3.6		
	稲発酵粗飼料	1.0	3	81.8	8.1	0.04	0.01
		0.04	3	114	1.7		
粃米	1.0	3	101	5.4	0.04	0.01	
	0.04	3	103	6.8			

改正後

現 行

メトルカルブ	稲わら	1.0	3	76.2	19		
		0.4	3	85.6	2.1		
	稲発酵粗飼料	1.0	3	89.2	11	0.4	0.1
		0.4	3	95.2	11		
	粃米	1.0	3	82.0	17		
		0.4	3	94.9	6.4		

・ 共同試験

成分名	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 _r (%)	室間再現精度 RSD _R (%)	HorRat
アゾキシストロピン	稲わら	9	0	5.0	79.5	8.0	11	0.90
	粃米	9	0	2.0	84.3	8.8	8.8	0.61
イソプロカルブ	稲わら	9	0	1.0	83.5	7.3	15	0.94
	粃米	9	0	1.0	83.3	3.9	14	0.90
ジクロシメット	稲わら	9	0	15.0	84.0	6.3	10	0.97
	粃米	8	1	1.0	85.0	8.0	9.5	0.59
ピリミカーブ	稲わら	9	0	1.0	97.0	4.6	12	0.76
	粃米	9	0	1.0	102	5.0	6.3	0.39
プロボキスル	稲わら	9	0	1.0	86.3	6.6	13	0.80
	粃米	9	0	1.0	85.1	5.9	10	0.65
メタラキシル	稲わら	7	2	1.0	94.2	3.4	5.3	0.33
	粃米	9	0	1.0	99.5	3.5	7.7	0.48
メトルカルブ	稲わら	7	2	1.0	78.8	7.8	6.6	0.41
	粃米	9	0	1.0	74.5	5.7	12	0.76

21 アルジカルブ及びその代謝物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

〔新設〕

- (1) 分析対象化合物 アルジカルブ、アルジカルブスルホキシド及びアルジカルブスルホン^{注1} (3成分)
- (2) 適用範囲 穀類及び乾牧草
- (3) 分析法

A 試薬の調製

- 1) アルジカルブ標準原液 アルジカルブ [C₇H₁₄N₂O₂S] 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

改正後	現 行
<p>加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加えてアルジカルブ標準原液を調製する（この液 1 mL は、アルジカルブとして 0.5 mg を含有する。）。</p> <p>2) アルジカルブスルホキシド標準原液 <u>アルジカルブスルホキシド</u> $[C_7H_{14}N_2O_3S]$ 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アルジカルブスルホキシド標準原液を調製する（この液 1 mL は、アルジカルブスルホキシドとして 0.5 mg を含有する。）</p> <p>3) アルジカルブスルホン標準原液 <u>アルジカルブスルホン</u> $[C_7H_{14}N_2O_4S]$ 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アルジカルブスルホン標準原液を調製する（この液 1 mL は、アルジカルブスルホンとして 0.5 mg を含有する。）。</p> <p>4) 農薬混合標準液 <u>使用に際して、アルジカルブ標準原液、アルジカルブスルホキシド標準原液及びアルジカルブスルホン標準原液の一定量を混合し、メタノールで正確に希釈し、1 mL 中に各農薬としてそれぞれ 0.0002~0.1 µg を含有する数点の農薬混合標準液を調製する。</u></p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p><u>抽出</u> 分析試料 10.0 g を量って 300 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（乾牧草は 120 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、同様に吸引ろ過する。更に全量フラスコの標線までアセトンを加える。この液 4 mL（乾牧草は、更にアセトンで正確に 10</p>	

改正後	現 行
<p><u>倍希釈した後、その液 4 mL) を 50 mL のなす形フラスコに正確に入れ、40 °C 以下の水浴で約 1 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。</u></p> <p><u>カラム処理 I 試料溶液に塩化ナトリウム 1 g 及び水 2 mL を加え、これを多孔性ケイソウ土カラム (5 mL 保持用) 注²に入れ、10 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 5 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下して各農薬を溶出させる。更に同溶媒 80 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。</u></p> <p><u>アセトニトリル 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。</u></p> <p><u>カラム処理 II グラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム (500 mg/500 mg) 注³をアセトニトリル 10 mL で洗浄する。</u></p> <p><u>50 mL のなす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各農薬を流出させる。次に、試料溶液の入っていたなす形フラスコをアセトニトリル 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。更に、アセトニトリル 5 mL をミニ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。</u></p> <p><u>メタノール 1 mL を正確に加えて残留物を溶かし、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。</u></p>	

改正後	現 行
<p>液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による測定 試料溶液及び各農薬混合標準液各 2 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。</p> <p>測定条件 例 (液体クロマトグラフ部)</p> <p>カラム : オクタデシルシリル化シリカゲルカラム (内径 2.1 mm、長さ 150 mm、粒径 5 μm) ^{注4}</p> <p>溶離液 : 2 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液 - メタノール (17+3) (2 min 保持) \rightarrow 10 min \rightarrow (1+9) (3 min 保持)</p> <p>流速 : 0.2 mL/min</p> <p>カラム槽温度 : 40 $^{\circ}$C</p> <p>(タンデム型質量分析計部 ^{注5})</p> <p>イオン化法 : エレクトロスプレーイオン化 (ESI) 法 (正イオンモード)</p> <p>イオン源温度 : 150 $^{\circ}$C</p> <p>デソルベーション温度 : 250 $^{\circ}$C</p> <p>キャピラリー電圧 : 0.8 kV</p> <p>コーン電圧 : 下表のとおり</p> <p>コリジョンエネルギー : 下表のとおり</p> <p>モニターイオン : 下表のとおり</p> <p>表 各物質のモニターイオン条件</p>	

改正後						現 行
農薬名	プリカーサー イオン (m/z)	プロダクト イオン (m/z)	確認 イオン (m/z)	コーン 電圧 (V)	ヨリジョン エネルギー (eV)	
アルジカルブ	208	116 -	- 89	10	6 18	
アルジカルブ スルホキシド	207	132 -	- 89	20	6 12	
アルジカルブ スルホン	223	86 -	- 148	25	8 16	
計 算	得られた選択反応検出クロマトグラムからアルジカルブスルホンのピーク面積又は高さを求めて検量線を作成し、試料中のアルジカルブスルホン量を算出する。					
	同様に、アルジカルブ及びアルジカルブスルホキシドのピーク面積又は高さを求めて検量線を作成し、試料溶液中のアルジカルブ及びアルジカルブスルホキシドのそれぞれの量を求めた後、次式により試料中のアルジカルブ量を算出する。					
	試料中のアルジカルブ量 (mg/kg) = (A + B × 0.922) × 5 ^{注6}					
	A : 検量線から求めた試料溶液中のアルジカルブの濃度 (µg / mL)					
	B : 検量線から求めた試料溶液中のアルジカルブスルホキシドの濃度 (µg / mL)					
注 1	アルジカルブスルホキシド及びアルジカルブスルホンはアルジカルブの酸化代謝体である。					
2	InertSep K-solute 5 mL (ジーエルサイエンス製) 又はこれと同等のもの					
3	InertSep GC/NH ₂ (ジーエルサイエンス製) 又はこれと同等のもの					
4	ZORBAX Eclipse XDB-C18 (Agilent Technologies 製、本測定条件によるアルジカルブ、アルジカルブスルホキシド及びアルジカルブスルホンの保持時間はそれぞれ約					

改正後

現 行

9.4、4.7 及び 5.3 分) 又はこれと同等のもの

5 ACQUITY TQD (Waters 製) による条件例

6 乾牧草にあつては 50 を乗じる。

(参考) 分析法バリデーション

・ 添加回収率及び繰返し精度

添加成分名	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 _r (%)	
アルジカルブ	とうもろこし	0.05	3	81.3	8.3	
		0.01	3	101	5.9	
		0.005	3	83.9	8.8	
		0.002	3	104	6.0	
	小麦	0.02	3	81.7	3.7	
		0.01	3	93.7	1.6	
		0.005	3	97.3	4.5	
		0.002	3	90.5	4.8	
	スーダングラス 乾草	1	3	104	4.5	
		0.05	3	118	13	
	アルジカルブ スルホキシド	とうもろこし	0.05	3	95.9	1.6
			0.01	3	97.2	6.8
0.005			3	105	3.5	
0.002			3	95.8	7.8	
小麦		0.02	3	93.7	2.2	
		0.01	3	97.4	4.1	
		0.005	3	96.2	5.0	
		0.002	3	88.2	17	
スーダングラス 乾草		1	3	91.1	1.6	
		0.05	3	89.5	7.7	
アルジカルブ スルホン		とうもろこし	0.05	3	99.6	1.4
			0.01	3	93.6	6.0
	0.005		3	96.7	12	
	0.002		3	84.5	4.5	

改正後					現 行			
小麦	0.02	3	98.7	4.7				
	0.01	3	88.5	6.0				
	0.005	3	96.5	3.5				
	0.002	3	101	19				
スーダングラス	1	3	95.6	2.4				
乾草	0.05	3	84.7	12				
	0.02	3	91.2	2.2				
・ 共同試験								
成分名	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 _r (%)	室間再現精度 RSD _R (%)	HorRat
アルジカルブ	とうもろこし	8	0	0.02	103	5.5	11	0.50
	小麦	8	0	0.01	90.9	9.2	14	0.63
	スーダングラス乾草	8	0	0.1	105	5.7	8.2	0.37
アルジカルブ	とうもろこし	8	0	0.02	96.0	7.5	8.4	0.38
スルホキシド	小麦	8	0	0.01	97.9	3.4	5.0	0.23
	スーダングラス乾草	8	0	0.1	93.0	4.1	6.5	0.30
アルジカルブ	とうもろこし	8	0	0.02	102	4.4	7.2	0.33
スルホン	小麦	8	0	0.01	98.2	6.5	7.5	0.34
	スーダングラス乾草	8	0	0.1	93.6	8.8	11	0.50
・ 定量下限							試料中	各 0.002 mg/kg (乾牧草各 0.02 mg/kg)
・ 検出下限							試料中	各 0.0006 mg/kg (乾牧草各 0.006 mg/kg)
22 オリサ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					[新設]			
(1) 分析対象化合物 <u>オリサストロビン、オリサストロビン 5Z 異性体、クミルロン、シメコナゾール、シメトリン、ダイムロン、テニルクロール、パクロブトラゾール、ピリミノバックメチル (E 体)、ピリミノバックメチル (Z 体)、フェノキサニ</u>								

改正後	現行
<p>ル、ペンシクロン、ベンゾフェナップ及びメプロニル（14 成分）</p> <p>(2) 適用範囲 稲わら、稲発酵粗飼料及び粃米</p> <p>(3) 分析法</p> <p style="text-align: center;">A 試薬の調製</p> <p>農薬混合標準液 <u>オリサストロビン [C₁₈H₂₅N₅O₅]、オリサストロビン 5Z 異性体 [C₁₈H₂₅N₅O₅]、クミルロン [C₁₇H₁₉ClN₂O]、シメコナゾール [C₁₄H₂₀FN₃OSi]、シメトリン [C₈H₁₅N₅S]、ダイムロン [C₁₇H₂₀N₂O]、テニルクロール [C₁₆H₁₈ClNO₂S]、パクロブトラゾール [C₁₅H₂₀ClN₃O]、ピリミノバックメチル (E 体) [C₁₇H₁₉N₃O₆]、ピリミノバックメチル (Z 体) [C₁₇H₁₉N₃O₆]、フェノキサニル [C₁₅H₁₈Cl₂N₂O₂]、ペンシクロン [C₁₉H₂₁ClN₂O]、ベンゾフェナップ [C₂₂H₂₀Cl₂N₂O₃] 及びメプロニル [C₁₇H₁₉NO₂] 各 25 mg を正確に量ってそれぞれ 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各農薬標準原液を調製する（これらの液各 1 mL は、各農薬としてそれぞれ 0.5 mg を含有する。）。</u></p> <p><u>各農薬標準原液の一定量を混合し、アセトンで正確に希釈し、1 mL 中に各農薬としてそれぞれ 10 µg を含有する農薬混合標準原液を調製する。</u></p> <p><u>使用に際して、農薬混合標準原液の一定量を、アセトニトリル-水 (3+2) で正確に希釈し、1 mL 中に各農薬としてそれぞれ 0.1~5 ng を含有する数点の農薬混合標準液を調製する。</u></p> <p><u>また、パクロブトラゾールは、上記農薬混合標準液に加えて、別途 1 mL 中にパクロブトラゾールとして 0.05~5 ng を含有する数点のパクロブトラゾール標準液を調製する。</u></p>	

改正後	現 行
<p style="text-align: center;"><u>B 定 量</u></p> <p><u>抽出</u> 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 30 mL (粃米は 20 mL) を加え、30 分間静置後、更にアセトン 120 mL (粃米は 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、同様に吸引ろ過する。更に全量フラスコの標線までアセトンを加える。この液をアセトンで正確に 10 倍希釈した後、希釈試料溶液 2 mL を 50 mL のなす形フラスコに正確に入れ、水 20 mL を加えて、カラム処理に供する試料溶液とする。</p> <p><u>カラム処理^{注1}</u> オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (500 mg) ^{注2} をアセトニトリル 5 mL 及び水 5 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出させる。更に試料溶液の入っていたなす形フラスコを水-アセトニトリル (9+1) 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。10 mL の全量フラスコをミニカラムの下に置き、アセトニトリル-水 (3+2) 10 mL をミニカラムに加え、各農薬を溶出させる^{注3}。更に全量フラスコの標線まで同溶媒を加え、その液の一定量を 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。</p> <p><u>液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による測定</u> 試料溶液及び各農薬混合標準液各 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。</p> <p><u>測定条件 例</u></p>	

改正後

現行

(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 2.1 mm、長さ 150 mm、粒径 5 μm）^{注4}

溶離液：2 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液－アセトニトリル（4+1）→15 min→（1+9）（5 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^{注5})

イオン化法：エレクトロスプレーイオン化（ESI）法（正イオンモード）

イオン源温度：120 °C

デソルベーション温度：350 °C

キャピラリー電圧：1.0 kV

コーン電圧：下表のとおり

コリジョンエネルギー：下表のとおり

モニターイオン：下表のとおり

表 各物質のモニターイオン条件

農薬成分名	プリカーサー イオン (<i>m/z</i>)	プロダクト イオン (<i>m/z</i>)	確認 イオン (<i>m/z</i>)	コーン 電圧 (V)	コリジョン エネルギー (eV)
オリサストロビン	392	205 :	116 :	31 31	16 29
オリサストロビン 5Z異性体	392	205 :	116 :	31 31	16 29
クミルロン	303	185 :	125 :	30 30	12 36

改正後					現 行				
<u>シメコナゾール</u>	<u>294</u>	<u>70</u>	<u>=</u>	<u>36</u>	<u>18</u>				
		<u>=</u>	<u>73</u>	<u>36</u>	<u>40</u>				
<u>シメトリン</u>	<u>214</u>	<u>68</u>	<u>=</u>	<u>44</u>	<u>32</u>				
		<u>=</u>	<u>124</u>	<u>44</u>	<u>18</u>				
<u>ダイムロン</u>	<u>269</u>	<u>151</u>	<u>=</u>	<u>24</u>	<u>14</u>				
		<u>=</u>	<u>91</u>	<u>24</u>	<u>36</u>				
<u>テニルクロール</u>	<u>324</u>	<u>127</u>	<u>=</u>	<u>18</u>	<u>20</u>				
		<u>=</u>	<u>53</u>	<u>18</u>	<u>60</u>				
<u>パクロブトラゾール</u>	<u>294</u>	<u>70</u>	<u>=</u>	<u>36</u>	<u>18</u>				
		<u>=</u>	<u>125</u>	<u>36</u>	<u>42</u>				
<u>ピリミノバックメチル (E体)</u>	<u>362</u>	<u>330</u>	<u>=</u>	<u>28</u>	<u>12</u>				
		<u>=</u>	<u>284</u>	<u>28</u>	<u>32</u>				
<u>ピリミノバックメチル (Z体)</u>	<u>362</u>	<u>330</u>	<u>=</u>	<u>28</u>	<u>14</u>				
		<u>=</u>	<u>75</u>	<u>28</u>	<u>110</u>				
<u>フェノキサニル</u>	<u>329</u>	<u>302</u>	<u>=</u>	<u>32</u>	<u>12</u>				
		<u>=</u>	<u>86</u>	<u>32</u>	<u>24</u>				
<u>ペンシクロン</u>	<u>329</u>	<u>125</u>	<u>=</u>	<u>36</u>	<u>24</u>				
		<u>=</u>	<u>89</u>	<u>36</u>	<u>60</u>				
<u>ベンゾフェナップ</u>	<u>431</u>	<u>105</u>	<u>=</u>	<u>48</u>	<u>30</u>				
		<u>=</u>	<u>119</u>	<u>48</u>	<u>20</u>				
<u>メプロニル</u>	<u>270</u>	<u>119</u>	<u>=</u>	<u>34</u>	<u>22</u>				
		<u>=</u>	<u>91</u>	<u>34</u>	<u>44</u>				

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、試料中の各農薬量（オリサストロビン及びピリミノバックメチルを除く）を算出する。

試料中のオリサストロビンは得られた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、試料中のオリサストロビン量及びオリサストロビン 5Z 異性体量を算出し、その合量をオリサストロビン量とする。

同様に、試料中のピリミノバックメチルは得られた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、

改正後

現 行

試料中のピリミノバックメチル（E体）量及びピリミノバックメチル（Z体）量を算出し、その合量をピリミノバックメチル量とする。

注 1 流速は 1 mL/min 程度とする。必要に応じて吸引マニホールドを使用する。

2 InertSep Slim-J C18-B（ジーエルサイエンス製）又はこれと同等のもの

3 全量フラスコの標線を越えるおそれがあるときは、溶出液が標線に達した時点で溶出は終了させる。また、流速が維持できない場合は、必要に応じて二連球等により圧注する。

4 ZORBAX Eclipse XDB-C18（Agilent Technologies 製）又はこれと同等のもの

5 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

添加成分名	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.(%)
オリサストロビン	稲わら	0.1	3	81.1	3.5
		1.0	3	90.3	0.8
		5.0	3	92.3	1.2
	稲発酵粗飼料	0.1	3	92.4	0.8
		0.5	3	96.0	1.9
		1.0	3	98.4	2.8
	粳米	0.1	3	101	2.8
		0.5	3	94.0	4.4
		1.0	3	99.8	2.5
オリサストロビン SZ異性体	稲わら	0.1	3	86.5	5.6
		1.0	3	92.2	5.7
		5.0	3	91.5	0.5

改正後		現 行			
	稲発酵粗飼料	0.1	3	73.8	12
		0.5	3	99.7	4.9
		1.0	3	98.6	2.4
	粳米	0.1	3	94.5	16
		0.5	3	96.2	1.7
		1.0	3	100	0.5
クミルロン	稲わら	0.1	3	84.2	14
		1.0	3	93.9	1.7
		2.0	3	99.0	2.3
	稲発酵粗飼料	0.1	3	86.9	14
		0.5	3	92.2	2.3
		1.0	3	100	2.8
	粳米	0.1	3	91.3	0.8
		0.5	3	93.9	4.7
		1.0	3	105	4.3
シメコナゾール	稲わら	0.1	3	83.5	7.3
		0.5	3	90.1	0.7
		1.0	3	86.0	1.0
	稲発酵粗飼料	0.1	3	85.2	3.2
		0.5	3	93.7	6.5
		1.0	3	95.8	2.1
	粳米	0.1	3	93.1	0.5
		0.5	3	98.1	3.7
		1.0	3	98.6	1.9
シメトリン	稲わら	0.1	3	86.4	4.7
		0.5	3	89.1	4.7
		1.0	3	92.4	2.0
	稲発酵粗飼料	0.1	3	100	4.8
		0.5	3	96.1	3.0
		1.0	3	94.1	2.5
	粳米	0.1	3	84.7	7.0
		0.5	3	94.0	5.7
		1.0	3	96.8	3.9
ダイムロン	稲わら	0.1	3	83.9	5.5
		0.5	3	90.5	3.9
		1.0	3	94.4	1.6
	稲発酵粗飼料	0.1	3	97.8	13
		0.5	3	95.8	4.0
		1.0	3	99.2	2.3

改正後					現 行				
	粳米	0.1	3	99.7	3.3				
		0.5	3	96.8	8.6				
		1.0	3	101	3.8				
<u>テニルクロール</u>	稲わら	0.1	3	106	4.3				
		0.5	3	91.3	4.6				
		1.0	3	90.1	1.6				
	稲発酵粗飼料	0.1	3	109	5.6				
		0.5	3	94.8	5.6				
		1.0	3	93.4	6.5				
	粳米	0.1	3	92.3	9.3				
		0.5	3	100	6.3				
		1.0	3	94.1	1.9				
<u>パクロブトラゾール</u>	稲わら	0.05	3	97.9	16				
		0.5	3	87.6	4.1				
		1.0	3	90.5	4.7				
	稲発酵粗飼料	0.05	3	105	2.6				
		0.5	3	94.8	3.7				
		1.0	3	98.4	1.2				
	粳米	0.05	3	105	3.5				
		0.5	3	93.8	4.4				
		1.0	3	96.7	0.6				
<u>ピリミノバックメチル (E体)</u>	稲わら	0.1	3	87.8	13				
		0.5	3	91.0	2.0				
		1.0	3	90.8	1.5				
	稲発酵粗飼料	0.1	3	101	8.8				
		0.5	3	99.3	1.1				
		1.0	3	99.5	1.3				
	粳米	0.1	3	98.0	8.7				
		0.5	3	100	3.0				
		1.0	3	101	1.7				
<u>ピリミノバックメチル (Z体)</u>	稲わら	0.1	3	96.8	2.0				
		0.5	3	88.8	8.2				
		1.0	3	93.8	2.9				
	稲発酵粗飼料	0.1	3	90.8	10				
		0.5	3	93.2	11				
		1.0	3	98.7	2.4				
	粳米	0.1	3	95.2	3.8				
		0.5	3	98.6	5.4				
		1.0	3	97.6	2.6				

改正後					現 行					
<u>フェノキサニル</u>	<u>稲わら</u>	<u>0.1</u>	<u>3</u>	<u>109</u>	<u>14</u>					
		<u>1.0</u>	<u>3</u>	<u>92.4</u>	<u>4.2</u>					
		<u>30</u>	<u>3</u>	<u>94.3</u>	<u>1.9</u>					
	<u>稲発酵粗飼料</u>	<u>0.1</u>	<u>3</u>	<u>109</u>	<u>7.2</u>					
		<u>1.0</u>	<u>3</u>	<u>95.0</u>	<u>3.2</u>					
		<u>3.0</u>	<u>3</u>	<u>104</u>	<u>1.9</u>					
	<u>粃米</u>	<u>0.1</u>	<u>3</u>	<u>91.8</u>	<u>9.6</u>					
		<u>1.0</u>	<u>3</u>	<u>98.3</u>	<u>3.2</u>					
		<u>10</u>	<u>3</u>	<u>110</u>	<u>1.3</u>					
	<u>ペンシクロン</u>	<u>稲わら</u>	<u>0.1</u>	<u>3</u>	<u>98.0</u>	<u>7.1</u>				
			<u>1.0</u>	<u>3</u>	<u>85.2</u>	<u>3.8</u>				
			<u>30</u>	<u>3</u>	<u>89.2</u>	<u>11</u>				
<u>稲発酵粗飼料</u>		<u>0.1</u>	<u>3</u>	<u>97.3</u>	<u>2.2</u>					
		<u>0.5</u>	<u>3</u>	<u>90.9</u>	<u>2.7</u>					
		<u>1.0</u>	<u>3</u>	<u>82.8</u>	<u>2.8</u>					
<u>粃米</u>		<u>0.1</u>	<u>3</u>	<u>83.5</u>	<u>9.3</u>					
		<u>1.0</u>	<u>3</u>	<u>90.7</u>	<u>1.4</u>					
		<u>10</u>	<u>3</u>	<u>107</u>	<u>0.3</u>					
<u>ベンゾフェナップ</u>		<u>稲わら</u>	<u>0.1</u>	<u>3</u>	<u>92.5</u>	<u>3.7</u>				
			<u>0.5</u>	<u>3</u>	<u>89.1</u>	<u>4.9</u>				
			<u>1.0</u>	<u>3</u>	<u>88.5</u>	<u>1.0</u>				
	<u>稲発酵粗飼料</u>	<u>0.1</u>	<u>3</u>	<u>95.0</u>	<u>4.2</u>					
		<u>0.5</u>	<u>3</u>	<u>93.8</u>	<u>4.3</u>					
		<u>1.0</u>	<u>3</u>	<u>88.4</u>	<u>7.6</u>					
	<u>粃米</u>	<u>0.1</u>	<u>3</u>	<u>96.2</u>	<u>7.7</u>					
		<u>0.5</u>	<u>3</u>	<u>93.5</u>	<u>5.9</u>					
		<u>1.0</u>	<u>3</u>	<u>99.1</u>	<u>2.7</u>					
	<u>メプロニル</u>	<u>稲わら</u>	<u>0.1</u>	<u>3</u>	<u>88.4</u>	<u>9.0</u>				
			<u>1.0</u>	<u>3</u>	<u>95.0</u>	<u>1.5</u>				
			<u>25</u>	<u>3</u>	<u>98.3</u>	<u>2.0</u>				
<u>稲発酵粗飼料</u>		<u>0.1</u>	<u>3</u>	<u>85.4</u>	<u>7.7</u>					
		<u>0.5</u>	<u>3</u>	<u>95.0</u>	<u>6.7</u>					
		<u>1.0</u>	<u>3</u>	<u>99.3</u>	<u>2.8</u>					
<u>粃米</u>		<u>0.1</u>	<u>3</u>	<u>92.8</u>	<u>2.4</u>					
		<u>1.0</u>	<u>3</u>	<u>98.3</u>	<u>3.4</u>					
		<u>7.0</u>	<u>3</u>	<u>108</u>	<u>3.8</u>					

改正後

現 行

・共同試験

成分名	試料の種類	有効試験 回数	棄却試験 回数	添加濃度 (mg/kg)	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)	室内再現精度 RSD _R (%)	HorRat
オリサストロビン	稲わら	8	2	2	93.4	3.3	4.6	0.32
	籾米	10	0	2	96.4	3.6	5.8	0.40
オリサストロビン 5Z異性体	稲わら	8	2	2	94.1	3.0	3.9	0.27
	籾米	10	0	2	96.8	4.0	6.6	0.45
クミルロン	稲わら	8	2	2	94.1	6.1	5.9	0.41
	籾米	10	0	2	95.6	3.9	5.6	0.39
シメコナゾール	稲わら	8	2	2	89.7	3.9	5.0	0.34
	籾米	10	0	2	93.5	4.1	6.7	0.46
シメトリン	稲わら	9	1	2	93.7	4.0	6.4	0.44
	籾米	9	1	2	93.1	1.5	8.4	0.57
ダイムロン	稲わら	8	2	2	94.0	2.1	4.7	0.32
	籾米	10	0	2	96.3	2.1	6.8	0.47
テニルクロール	稲わら	10	0	2	97.8	3.6	9.3	0.64
	籾米	10	0	2	97.7	3.0	4.9	0.34
パクロブトラゾール	稲わら	8	2	2	91.1	1.8	3.6	0.25
	籾米	10	0	2	93.7	2.4	4.2	0.29
ピリミノバックメチル (E体)	稲わら	8	2	2	93.8	3.4	4.7	0.32
	籾米	10	0	2	96.1	2.9	5.1	0.35
ピリミノバックメチル (Z体)	稲わら	8	2	2	94.3	3.0	5.8	0.40
	籾米	10	0	2	95.7	3.1	6.9	0.47
フェノキサニル	稲わら	9	1	2	89.9	3.3	7.2	0.49
	籾米	10	0	2	93.8	3.8	7.9	0.54
ベンシクロン	稲わら	9	1	2	94.6	2.4	5.7	0.39
	籾米	10	0	2	96.1	1.8	6.4	0.44
ベンゾフェナップ	稲わら	9	1	2	92.6	3.1	4.8	0.33
	籾米	10	0	2	93.5	2.4	6.7	0.46
メブロニル	稲わら	9	1	2	96.4	3.6	5.3	0.36
	籾米	10	0	2	96.5	3.5	4.9	0.34

- ・ 定量下限 パクロブトラゾール：試料中 0.05 mg/kg、その他の農薬：試料中 各 0.1 mg/kg
- ・ 検出下限 パクロブトラゾール：試料中 0.02 mg/kg、その他の農薬：試料中 各 0.03 mg/kg

改正後	現 行
<p>23 <u>グルホシネート及びその代謝物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</u></p> <p>(1) <u>分析対象化合物</u> <u>グルホシネート (N-アセチルグルホシネート^{注1}を含む。)</u> 及び <u>3-メチルホスフィニコプロピオン酸 (2成分)</u></p> <p>(2) <u>適用範囲</u> <u>穀類 (小麦を除く。)</u>、<u>乾牧草及び稲わら</u></p> <p>(3) <u>分析法</u></p> <p style="text-align: center;">A 試薬の調製</p> <p>1) <u>グルホシネート標準原液</u> <u>グルホシネート [C₅H₁₅N₂O₄P] 25 mg を正確に量って 25 mL の全量フラスコに入れ、水を加えて溶かし、更に標線まで水を加えてグルホシネート標準原液を調製する (この液 1 mL は、グルホシネートとして 1 mg を含有する。)</u>。</p> <p>2) <u>3-メチルホスフィニコプロピオン酸標準原液</u> <u>3-メチルホスフィニコプロピオン酸 [C₄H₉O₄P] 25 mg を正確に量って 25 mL の全量フラスコに入れ、水を加えて溶かし、更に標線まで水を加えて3-メチルホスフィニコプロピオン酸標準原液を調製する (この液 1 mL は、3-メチルホスフィニコプロピオン酸として 1 mg を含有する。)</u>。</p> <p>3) <u>農薬混合標準原液</u> <u>使用に際して、グルホシネート標準原液及び 3-メチルホスフィニコプロピオン酸標準原液の一定量を混合し、更に水で正確に希釈し、1 mL 中にグルホシネート及び 3-メチルホスフィニコプロピオン酸としてそれぞれ 100 µg を含有する農薬混合標準原液を調製する。</u></p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p><u>抽 出</u> <u>分析試料 10.0 g を量って 300 mL の共栓三角フラスコに入れ、水 200 mL を加えて、30 分間振り混ぜて抽出する。抽出液を共栓遠心沈殿管に入れ 1,500×g で 10 分間遠心分</u></p>	<p>[新設]</p>

改正後	現 行
<p><u>離し、上澄み液を誘導体化に供する試料溶液とする。</u></p> <p><u>誘導体化 試料溶液 2 mL (稲わらを除く乾牧草では、更に水で正確に 10 倍希釈した後、その液 2 mL) を 200 mL のなす形フラスコに正確に入れ、50 °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。酢酸 1 mL 及びオルト酢酸トリメチル 4 mL を加えて残留物を溶かし^{注2}、密栓して 100 °C で 2 時間加熱^{注3}した後放冷し、50 °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。</u></p> <p><u>酢酸エチル 4 mL を正確に加えて残留物を溶かし^{注2}、カラム処理に供する試料溶液とする。</u></p> <p><u>カラム処理^{注4} アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (360 mg) の下にシリカゲルミニカラム (690 mg) を連結し、酢酸エチル 10 mL で洗浄する。</u></p> <p><u>試料溶液 2 mL を連結カラムに正確に入れ、液面が充てん剤の上端に達するまで流出させる。更に酢酸エチル 18 mL をカラムに加え、同様に流出させる。</u></p> <p><u>50 mL のなす形フラスコをカラムの下に置き、アセトン 10 mL をカラムに加え、液面が充てん剤の上端に達するまで流下して 3-メチルホスフィニコプロピオン酸誘導体を溶出させる。</u></p> <p><u>次に、アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラムをはずし、アセトン-水 (19+1) 10 mL をシリカゲルミニカラムに加えて 3-メチルホスフィニコプロピオン酸誘導体及びグルホシネート誘導体を溶出させる。</u></p> <p><u>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た後、窒素ガスを送って乾固する。0.01 v/v%ギ酸溶液 1 mL を正確に加えて残留物を溶かし^{注2}、液体クロマトグラフタ</u></p>	

改正後	現 行
<p><u>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。</u></p> <p><u>標準液の誘導体化 農薬混合標準原液 1 mL を 200 mL のなす形フラスコに正確に入れ、50 °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。</u></p> <p><u>酢酸 1 mL 及びオルト酢酸トリメチル 4 mL を加えて残留物を溶かし^{注2}、密栓して 100 °C で 2 時間加熱^{注3}した後放冷し、50 °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。</u></p> <p><u>0.01 v/v%ギ酸溶液 10 mL を正確に加えて残留物を溶かし^{注2}、更に同溶媒で正確に希釈し、1 mL 中にグルホシネート及び 3-メチルホスフィニコプロピオン酸としてそれぞれ 1.0~300 ng 相当量を含む数点の検量線作成用標準液を調製する。</u></p> <p><u>液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による測定 試料溶液及び各検量線作成用標準液各 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。</u></p> <p><u>測定条件 例</u> <u>(液体クロマトグラフ部)</u></p> <p><u>カラム : オクタデシルシリル化シリカゲルカラム (内径 2.1 mm、長さ 150 mm、粒径 5 µm) ^{注5}</u></p> <p><u>溶離液 : 0.01 v/v%ギ酸溶液-アセトニトリル (93+7) (12 min 保持) → 3 min → (5+95) (10 min 保持)</u></p> <p><u>流速 : 0.2 mL/min</u></p> <p><u>カラム槽温度 : 40 °C</u></p>	

改正後

現行

(タンデム型質量分析計部^{注6})
イオン化法：エレクトロスプレーイオン化
(ESI)法(正イオンモード)
イオン源温度：120℃
デソルベーション温度：400℃
キャピラリー電圧：3kV
コーン電圧：下表のとおり
コリジョンエネルギー：下表のとおり
モニターイオン：下表のとおり
表 各物質のモニターイオン条件

農薬名	プリカーサー	プロダクト	確認	コーン	コリジョン
	イオン	イオン	イオン	電圧	エネルギー
	(<u>m/z</u>)	(<u>m/z</u>)	(<u>m/z</u>)	(<u>V</u>)	(<u>eV</u>)
グルホシネート誘導体	252	210	150	26	14
3-メチルホスフィニコ プロピオン酸誘導体	181	149	93	21	14

計 算 得られた選択反応検出クロマトグラムからグルホシネート誘導体及び 3-メチルホスフィニコプロピオン酸誘導体のピーク面積を求めてそれぞれ検量線を作成し、グルホシネート (N-アセチルグルホシネートを含む) 及び 3-メチルホスフィニコプロピオン酸のそれぞれの量を求めた後、次式により試料中のグルホシネート量を算出する。

$$\text{試料中のグルホシネート量 (mg/kg)} = A + B \times 1.3$$

A : 検量線から求めた試料中のグルホシネート (N-アセチルグルホシネートを含む) の濃度 (mg/kg)

B : 検量線から求めた試料中の 3-メチルホスフィニコプロピオン酸の濃度 (mg/kg)

注 1 グルホシネート及び N-アセチルグルホシネートの誘導

改正後

現 行

体は同一であることから、N-アセチルグルホシネートはグルホシネートとの含量として定量する。

- 2 必要に応じて超音波処理し、十分に拡散させる。
- 3 乾燥器等に入れる。乾燥器を用いる場合は、十分に庫内及び実験室内を換気すること。
- 4 流速は 2~3 mL/min 程度とする。必要に応じて吸引マニホールドを使用する。
- 5 ZORBAX Eclipse XDB-C18 (Agilent Technologies 製、本測定条件によるグルホシネート誘導体及び 3-メチルホスフィニコプロピオン酸誘導体の保持時間はそれぞれ約 4 分及び 6 分) 又はこれと同等のもの
- 6 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

添加成分名	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 _r (%)
グルホシネート	大麦	5	3	95.5	4.9
		0.5	3	77.3	7.8
	とうもろこし	0.1	3	99.3	19
		0.05	3	84.5	5.5
	アルファルファ乾草	15	3	90.1	13
		1.5	3	87.9	10
0.5		3	111	18	
稲わら	0.5	3	76.8	5.0	
	0.05	3	84.8	7.1	
3-メチル ホスフィニコ プロピオン酸	大麦	5	3	87.1	8.3
		0.5	3	71.6	10
3-メチル ホスフィニコ プロピオン酸	とうもろこし	0.1	3	72.3	9.6
		0.05	3	79.9	0.9

改正後					現 行																																																																
	アルファルファ乾草	15	3	78.6	3.2																																																																
		1.5	3	78.4	10																																																																
		0.5	3	93.4	4.5																																																																
	稲わら	0.5	3	74.2	3.1																																																																
		0.05	3	90.8	8.8																																																																
N-アセチルグ ルホシネート	大麦	5	3	115	14																																																																
		0.5	3	99.0	5.7																																																																
	とうもろこし	0.1	3	87.7	19																																																																
		0.05	3	116	1.6																																																																
	アルファルファ乾草	15	3	93.5	8.3																																																																
		1.5	3	97.5	4.5																																																																
		0.5	3	110	6.7																																																																
	稲わら	0.5	3	94.9	2.3																																																																
		0.05	3	111	11																																																																
<p>・ 共同試験</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>成分名</th> <th>試料の種類</th> <th>有効試験回数</th> <th>棄却試験回数</th> <th>添加濃度 (mg/kg)</th> <th>添加回収率 (%)</th> <th>繰返し精度 RSD_r (%)</th> <th>室内再現精度 RSD_R (%)</th> <th>HorRat</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td rowspan="2">グルホシネート</td> <td>大麦</td> <td>8</td> <td>0</td> <td>5</td> <td>101</td> <td>6.7</td> <td>8.2</td> <td>0.66</td> </tr> <tr> <td>アルファルファ乾草</td> <td>8</td> <td>0</td> <td>15</td> <td>100</td> <td>5.1</td> <td>14</td> <td>1.3</td> </tr> <tr> <td rowspan="2">3-メチルホス フィニコプロピ オン酸</td> <td>大麦</td> <td>8</td> <td>0</td> <td>5</td> <td>91.4</td> <td>8.1</td> <td>12</td> <td>0.97</td> </tr> <tr> <td>アルファルファ乾草</td> <td>8</td> <td>0</td> <td>15</td> <td>92.8</td> <td>10</td> <td>13</td> <td>1.2</td> </tr> <tr> <td rowspan="2">N-アセチルグ ルホシネート</td> <td>大麦</td> <td>8</td> <td>0</td> <td>5</td> <td>110</td> <td>3.1</td> <td>10</td> <td>0.77</td> </tr> <tr> <td>アルファルファ乾草</td> <td>8</td> <td>0</td> <td>15</td> <td>107</td> <td>4.4</td> <td>12</td> <td>1.1</td> </tr> </tbody> </table> <p>・ 定量下限 試料中 各 0.05 mg/kg (乾牧草各 0.5 mg/kg)</p> <p>・ 検出下限 試料中 各 0.02 mg/kg (乾牧草各 0.2 mg/kg)</p>										成分名	試料の種類	有効試験回数	棄却試験回数	添加濃度 (mg/kg)	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)	室内再現精度 RSD _R (%)	HorRat	グルホシネート	大麦	8	0	5	101	6.7	8.2	0.66	アルファルファ乾草	8	0	15	100	5.1	14	1.3	3-メチルホス フィニコプロピ オン酸	大麦	8	0	5	91.4	8.1	12	0.97	アルファルファ乾草	8	0	15	92.8	10	13	1.2	N-アセチルグ ルホシネート	大麦	8	0	5	110	3.1	10	0.77	アルファルファ乾草	8	0	15	107	4.4	12	1.1
成分名	試料の種類	有効試験回数	棄却試験回数	添加濃度 (mg/kg)	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)	室内再現精度 RSD _R (%)	HorRat																																																													
グルホシネート	大麦	8	0	5	101	6.7	8.2	0.66																																																													
	アルファルファ乾草	8	0	15	100	5.1	14	1.3																																																													
3-メチルホス フィニコプロピ オン酸	大麦	8	0	5	91.4	8.1	12	0.97																																																													
	アルファルファ乾草	8	0	15	92.8	10	13	1.2																																																													
N-アセチルグ ルホシネート	大麦	8	0	5	110	3.1	10	0.77																																																													
	アルファルファ乾草	8	0	15	107	4.4	12	1.1																																																													
24	シハロホップブチル及びベンフレセートのガスクロマトグラフ質量分析計による同時分析法				〔新設〕																																																																
(1)	分析対象化合物 シハロホップブチル及びベンフレセー																																																																				

改正後	現 行
<p>ト (2成分)</p> <p>(2) 適用範囲 <u>稲わら及び籾米</u></p> <p>(3) 分析法</p> <p style="text-align: center;">A 試薬の調製</p> <p>1) <u>シハロホップブチル標準原液</u> <u>シハロホップブチル</u> <u>[C₂₀H₂₀FNO₄] 25 mg を正確に量って 50 mL の全量フラスコ</u> <u>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</u> <u>えてシハロホップブチル標準原液を調製する (この液 1 mL</u> <u>は、シハロホップブチルとして 0.5 mg を含有する。)</u>。</p> <p>2) <u>ベンフレセート標準原液</u> <u>ベンフレセート [C₁₂H₁₆O₄S]</u> <u>25 mg を正確に量って 50 mL の全量フラスコに入れ、アセト</u> <u>ンを加えて溶かし、更に標線まで同溶媒を加えてベンフレセ</u> <u>ート標準原液を調製する (この液 1 mL は、ベンフレセートと</u> <u>して 0.5 mg を含有する。)</u>。</p> <p>3) <u>農薬混合標準液</u> <u>使用に際して、シハロホップブチル標</u> <u>準原液及びベンフレセート標準原液の一定量を混合し、希積</u> <u>溶媒で正確に希釈し、1 mL 中にシハロホップブチル及びベン</u> <u>フレセートとしてそれぞれ 0.005~0.5 µg を含有する数点の農</u> <u>薬混合標準液を調製する。</u></p> <p>4) <u>希釈溶媒</u> <u>ポリエチレングリコール (平均分子量 400) 50</u> <u>µL をアセトン 100 mL に加えて希釈溶媒を調製する。</u></p> <p style="text-align: center;">B 定 量</p> <p><u>抽 出</u> <u>分析試料 10.0 g を量って 300 mL の共栓三角フラス</u> <u>コに入れ、水 20 mL (稲わらは 30 mL) を加え、30 分間静置</u> <u>後、更にアセトン 100 mL (稲わらは 120 mL) を加え、30 分</u> <u>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</u> <u>斗の下に置き、抽出液をろ紙 (5 種 B) で吸引ろ過した後、先</u> <u>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</u></p>	

改正後	現 行
<p><u>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る。この液 40 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 4 mL (稲わらは約 6 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。</u></p> <p><u>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) ^{注 1} 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、10 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 5 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下して各農薬を溶出させる。更にヘキサン 70 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。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。</u></p> <p><u>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、シハロホップブチル及びベンフレセートが溶出する画分を 200 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 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。</u></p> <p><u>ゲル浸透クロマトグラフィー 例</u></p> <p><u>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)</u></p> <p><u>ガードカラム：スチレンジビニルベンゼン共重合体カラ</u></p>	

改正後	現 行
<p><u>ム (内径 20 mm、長さ 100 mm、粒径 15 μm)</u></p> <p><u>溶 離 液：シクロヘキサン-アセトン (4+1)</u></p> <p><u>流 速：5 mL/min</u></p> <p><u>分 取 画 分：60~115 mL</u></p> <p><u>カラム処理 II ^{注2} エチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲルミニカラム (500 mg) ^{注3} の下に合成ケイ酸マグネシウムミニカラム (910 mg) を連結し、ヘキサン 10 mL で洗浄する。</u></p> <p><u>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 8 mL で洗浄し、洗液をミニカラムに加え、同様に流出させる。更にヘキサン-アセトン (99+1) 10 mL で試料溶液の入っていたなす形フラスコを洗浄し、洗液をミニカラムに加え、同様に流出させる。</u></p> <p><u>次に、エチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲルミニカラムを外し、50 mL のなす形フラスコを合成ケイ酸マグネシウムミニカラムの下に置き、ヘキサン-アセトン (19+1) 20 mL を合成ケイ酸マグネシウムミニカラムに加えて、液面が充てん剤の上端に達するまで流下して各農薬を溶出させる。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 1 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、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。</u></p> <p><u>ガスクロマトグラフ質量分析計による測定 試料溶液及び各農薬混合標準液各 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。</u></p>	

改正後	現 行
<p><u>測定条件 例</u></p> <p><u>カ ラ ム : 溶融石英キャピラリーカラム</u> <u>(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 (溶融石英ガードカラム (内径 0.25 mm、長さ 10 m) 付き))</u></p> <p><u>キャリヤーガス: He (1.0 mL/min)</u></p> <p><u>試料導入法: スプリットレス (60 s)</u></p> <p><u>試料導入部温度: 250 °C</u></p> <p><u>カラム槽温度: 80 °C (1 min 保持) →昇温</u> <u>20 °C/min→280 °C (10 min 保持)</u></p> <p><u>検 出 器: 四重極型質量分析計^{注4}</u></p> <p><u>インターフェース温度: 280 °C</u></p> <p><u>イオン源温度: 230 °C</u></p> <p><u>イオン化電圧: 70 eV</u></p> <p><u>イオン化法: 電子衝撃イオン化 (EI) 法</u></p> <p><u>モニターイオン: 定量イオン m/z 357 (シハロホップブチル)、256 (ベンフレセート)、確認イオン m/z 256 (シハロホップブチル)、163 (ベンフレセート)</u></p> <p><u>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、試料中のシハロホップブチル量及びベンフレセート量を算出する。</u></p> <p><u>注 1 InertSep K-solute (ジーエルサイエンス製) 又はこれと</u></p>	

改正後

現行

同等のもの

2 流速は 1~2mL/min 程度とする。必要に応じて吸引マニホールドを使用する。

3 Bond Elut PSA (Agilent Technologies 製) 又はこれと同等のもの

4 Agilent 5975C inert XL MSD (Agilent Technologies 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

添加成分名	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 _r (%)
シハロホップブチル	稲わら	2,000	3	77.4	10
		300	3	93.5	10
		20	3	109	4.6
	粳米	2,000	3	74.2	13
		200	3	89.9	18
		20	3	80.6	5.8
ベンフレセート	稲わら	2,000	3	99.5	4.6
		300	3	102	4.9
		20	3	119	1.7
	粳米	2,000	3	92.6	4.2
		200	3	113	4.1
		20	3	116	4.1
		10	3	102	1.7

・ 共同試験

成分名	試料の種類	有効試験室数	棄却試験室数	添加濃度 (µg/kg)	添加回収率 (%)	繰返し精度 RSD _r (%)	室間再現精度 RSD _R (%)	HorRat
シハロホップ	稲わら	9	0	2000	77.9	9.4	27	1.8
ブチル	粳米	9	0	200	80.2	8.2	29	1.4
ベンフレセート	稲わら	9	0	300	96.3	5.5	15	0.80
ト	粳米	9	0	30	103	6.8	21	0.96

改正後	現 行
<p>・ 定量下限 <u>シハロホップブチル</u> 試料中 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ <u>ベンフレセート</u> 稲わら：試料中 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$、<u>粳米</u>：試料中 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$</p> <p>・ 検出下限 <u>シハロホップブチル</u> 試料中 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ <u>ベンフレセート</u> 試料中 0.3 $\mu\text{g}/\text{kg}$</p>	
<p>第 7 章～第 20 章 [略]</p>	<p>第 7 章～第 20 章 [略]</p>
<p>別表 1 試薬で特級とあるのは、工業標準化法（昭和 24 年法律第 185 号）に基づく日本工業規格の一般試薬の特級の規格に該当するものを、また、日局とあるのは、薬事法（昭和 35 年法律第 145 号）に基づく日本薬局方の規格に該当するものを示す。 また、CAS とあるのは、アメリカ化学会発行の <i>Chemical Abstracts</i> 誌で使用される化合物登録番号を示す。</p>	<p>別表 1 試薬で特級とあるのは、工業標準化法（昭和 24 年法律第 185 号）に基づく日本工業規格の一般試薬の特級の規格に該当するものを、また、日局とあるのは、薬事法（昭和 35 年法律第 145 号）に基づく日本薬局方の規格に該当するものを示す。 また、CAS とあるのは、アメリカ化学会発行の <i>Chemical Abstracts</i> 誌で使用される化合物登録番号を示す。</p>
<p>[中略]</p>	<p>[中略]</p>
<p>アセフェート $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{NO}_3\text{PS}$ (CAS : 30560-19-1) <u>アズキシストロビン</u> $\text{C}_{22}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_5$ (CAS : 131860-33-8) 亜テルル酸カリウム K_2TeO_3 (CAS : 7790-58-1)</p>	<p>アセフェート $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{NO}_3\text{PS}$ (CAS : 30560-19-1) [新設] 亜テルル酸カリウム K_2TeO_3 (CAS : 7790-58-1)</p>
<p>[中略]</p>	<p>[中略]</p>
<p>オラキンドックス $\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_4$ (CAS : 23696-28-8) 黄色～淡黄色の結晶性の粉末で、においはない。光によって徐々に変化する。 融点 208 °C</p>	<p>オラキンドックス $\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_4$ (CAS : 23696-28-8) 黄色～淡黄色の結晶性の粉末で、においはない。光によって徐々に変化する。 融点 208 °C</p>
<p><u>オリサストロビン</u> $\text{C}_{18}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_5$ (CAS : 248593-16-0) <u>オリサストロビン 5Z 異性体</u> $\text{C}_{18}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_5$</p>	<p>[新設] [新設]</p>

改正後	現 行
オルト酢酸トリメチル $C_5H_{12}O_3$ (CAS : 1445-45-0) [中略]	オルト酢酸トリメチル $C_5H_{12}O_3$ (CAS : 1445-45-0) [中略]
クエン酸モランテル $C_{18}H_{26}N_2O_8S$ (CAS : 69525-81-1) 黄色～ 淡黄色の結晶粉末で、特有なにおいがする。融点 116～120 °C	クエン酸モランテル $C_{18}H_{26}N_2O_8S$ (CAS : 69525-81-1) 黄色～ 淡黄色の結晶粉末で、特有なにおいがする。融点 116～120 °C
<u>クミルロン</u> $C_{17}H_{19}ClN_2O$ (CAS : 99485-76-4)	[新設]
クリスタルバイオレット $C_{25}H_{30}ClN_3$ (CAS : 548-62-9) [中略]	クリスタルバイオレット $C_{25}H_{30}ClN_3$ (CAS : 548-62-9) [中略]
ジカンバ $C_8H_6Cl_2O_3$ (CAS : 1918-00-9)	ジカンバ $C_8H_6Cl_2O_3$ (CAS : 1918-00-9)
<u>ジクロシメット</u> $C_{15}H_{18}Cl_2N_2O$ (CAS : 139920-32-4)	[新設]
β-シクロデキストリン $C_{42}H_{70}O_{35} \cdot nH_2O$ (CAS : 7585-39-9) [中略]	β-シクロデキストリン $C_{42}H_{70}O_{35} \cdot nH_2O$ (CAS : 7585-39-9) [中略]
シハロトリン $C_{23}H_{19}ClF_3NO_3$ (CAS : 91465-08-6)	シハロトリン $C_{23}H_{19}ClF_3NO_3$ (CAS : 91465-08-6)
<u>シハロホップブチル</u> $C_{20}H_{20}FNO_4$ (CAS : 122008-85-9)	[新設]
1,2-ジヒドロキシベンゼン-3,5-ジスルホン酸二ナトリウム $Na_2C_6H_4S_2O_8$ (CAS : 149-45-1) [中略]	1,2-ジヒドロキシベンゼン-3,5-ジスルホン酸二ナトリウム $Na_2C_6H_4S_2O_8$ (CAS : 149-45-1) [中略]
シマジン $C_7H_{12}ClN_5$ (CAS : 122-34-9)	シマジン $C_7H_{12}ClN_5$ (CAS : 122-34-9)
<u>シメコナゾール</u> $C_{14}H_{20}FN_3OSi$ (CAS : 149508-90-7)	[新設]
ジメチピン $C_6H_{10}O_4S_2$ (CAS : 55290-64-7)	ジメチピン $C_6H_{10}O_4S_2$ (CAS : 55290-64-7)

改正後	現 行
<p>〔中略〕</p> <p>ジメトエート $C_5H_{12}NO_3PS_2$ (CAS : 60-51-5) シメトリン <u>$C_8H_{15}N_5S$ (CAS : 1014-70-6)</u> ジメピペレート $C_{15}H_{21}NOS$ (CAS : 61432-55-1)</p>	<p>〔中略〕</p> <p>ジメトエート $C_5H_{12}NO_3PS_2$ (CAS : 60-51-5) 〔新設〕 ジメピペレート $C_{15}H_{21}NOS$ (CAS : 61432-55-1)</p>
<p>〔中略〕</p> <p>生理食塩液 無色透明の液体で、弱い塩味がある。塩化ナトリウム〔NaCl〕0.85~0.95 w/v%を含む。</p> <p><u>α-ゼアララノール $C_{18}H_{26}O_5$ (CAS : 26538-44-3)</u> <u>β-ゼアララノール $C_{18}H_{26}O_5$ (CAS : 42422-68-4)</u> ゼアララノン $C_{18}H_{24}O_5$ (CAS : 5975-78-0) <u>α-ゼアラレノール $C_{18}H_{24}O_5$ (CAS : 36455-72-8)</u> <u>β-ゼアラレノール $C_{18}H_{24}O_5$ (CAS : 71030-11-0)</u> ゼアラレノン $C_{18}H_{22}O_5$ (CAS : 17924-92-4) 白色粉末で有毒である。融点 164~165 °C</p>	<p>〔中略〕</p> <p>生理食塩液 無色透明の液体で、弱い塩味がある。塩化ナトリウム〔NaCl〕0.85~0.95 w/v%を含む。</p> <p>〔新設〕 〔新設〕 ゼアララノン $C_{18}H_{24}O_5$ (CAS : 5975-78-0) 〔新設〕 〔新設〕 ゼアラレノン $C_{18}H_{22}O_5$ (CAS : 17924-92-4) 白色粉末で有毒である。融点 164~165 °C</p>
<p>〔中略〕</p> <p>ダイアジノン $C_{12}H_{21}N_2O_3PS$ (CAS : 333-41-5) 暗褐色液体 エタノール、キシレン及びアセトンに可溶 <u>ダイムロン $C_{17}H_{20}N_2O$ (CAS : 42609-52-9)</u> 脱脂綿 日局</p>	<p>〔中略〕</p> <p>ダイアジノン $C_{12}H_{21}N_2O_3PS$ (CAS : 333-41-5) 暗褐色液体 エタノール、キシレン及びアセトンに可溶 〔新設〕 脱脂綿 日局</p>
<p>〔中略〕</p> <p>テトラメトリン $C_{19}H_{25}NO_4$ (CAS : 7696-12-0) <u>テニルクロール $C_{16}H_{18}ClNO_2S$ (CAS : 96491-05-3)</u> テブコナゾール $C_{16}H_{22}ClN_3O$ (CAS : 107534-96-3)</p>	<p>〔中略〕</p> <p>テトラメトリン $C_{19}H_{25}NO_4$ (CAS : 7696-12-0) 〔新設〕 テブコナゾール $C_{16}H_{22}ClN_3O$ (CAS : 107534-96-3)</p>

改正後	現 行
<p>〔中略〕</p> <p>ハイドロサルファイトナトリウム $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ (CAS : 7775-14-6) 85.0 %以上。白～灰白色の結晶性粉末で、二酸化硫黄の強い刺激臭がある。</p> <p><u>パクロブトラゾール</u> <u>$\text{C}_{15}\text{H}_{20}\text{ClN}_3\text{O}$</u> (CAS : 76738-62-0) バナジン酸アンモニウム 特級 NH_4VO_3 (CAS : 7803-55-6)</p>	<p>〔中略〕</p> <p>ハイドロサルファイトナトリウム $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ (CAS : 7775-14-6) 85.0 %以上。白～灰白色の結晶性粉末で、二酸化硫黄の強い刺激臭がある。</p> <p>〔新設〕 バナジン酸アンモニウム 特級 NH_4VO_3 (CAS : 7803-55-6)</p>
<p>〔中略〕</p> <p>ピリプロキシフェン $\text{C}_{20}\text{H}_{19}\text{NO}_3$ (CAS : 95737-68-1) <u>ピリミカーブ</u> <u>$\text{C}_{11}\text{H}_{18}\text{N}_4\text{O}_2$</u> (CAS : 23103-98-2) <u>ピリミノバックメチル (E体)</u> <u>$\text{C}_{17}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_6$</u> (CAS : 147411-69-6) <u>ピリミノバックメチル (Z体)</u> <u>$\text{C}_{17}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_6$</u> (CAS : 147411-70-9) ピリミホスメチル $\text{C}_{11}\text{H}_{20}\text{N}_3\text{O}_3\text{PS}$ (CAS : 29232-93-7) 淡黄色液体 融点 15~18 °C 有機溶媒に可溶</p>	<p>〔中略〕</p> <p>ピリプロキシフェン $\text{C}_{20}\text{H}_{19}\text{NO}_3$ (CAS : 95737-68-1) 〔新設〕 〔新設〕 〔新設〕 ピリミホスメチル $\text{C}_{11}\text{H}_{20}\text{N}_3\text{O}_3\text{PS}$ (CAS : 29232-93-7) 淡黄色液体 融点 15~18 °C 有機溶媒に可溶</p>
<p>〔中略〕</p> <p>フェニトロチオン $\text{C}_9\text{H}_{12}\text{NO}_5\text{PS}$ (CAS : 122-14-5) 黄褐色液体 有機溶媒に可溶 <u>フェノキサニル</u> <u>$\text{C}_{15}\text{H}_{18}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}_2$</u> (CAS : 115852-48-7) フェノチオカルブ $\text{C}_{13}\text{H}_{19}\text{NO}_2\text{S}$ (CAS : 62850-32-2)</p>	<p>〔中略〕</p> <p>フェニトロチオン $\text{C}_9\text{H}_{12}\text{NO}_5\text{PS}$ (CAS : 122-14-5) 黄褐色液体 有機溶媒に可溶 〔新設〕 フェノチオカルブ $\text{C}_{13}\text{H}_{19}\text{NO}_2\text{S}$ (CAS : 62850-32-2)</p>
<p>〔中略〕</p> <p>ペンコナゾール $\text{C}_{13}\text{H}_{15}\text{Cl}_2\text{N}_3$ (CAS : 66246-88-6) <u>ペンシクロン</u> <u>$\text{C}_{19}\text{H}_{21}\text{ClN}_2\text{O}$</u> (CAS : 66063-05-6) ベンゼン 特級 C_6H_6 (CAS : 71-43-2)</p>	<p>〔中略〕</p> <p>ペンコナゾール $\text{C}_{13}\text{H}_{15}\text{Cl}_2\text{N}_3$ (CAS : 66246-88-6) 〔新設〕 ベンゼン 特級 C_6H_6 (CAS : 71-43-2)</p>

改正後	現 行
ベンゾフェナップ <u>C₂₂H₂₀Cl₂N₂O₃ (CAS : 82692-44-2)</u>	〔新設〕
ベンダイオカルブ C ₁₁ H ₁₃ NO ₄ (CAS : 22781-23-3)	ベンダイオカルブ C ₁₁ H ₁₃ NO ₄ (CAS : 22781-23-3)
〔中略〕	〔中略〕
ベンフルラリン C ₁₃ H ₁₆ F ₃ N ₃ O ₄ (CAS : 1861-40-1)	ベンフルラリン C ₁₃ H ₁₆ F ₃ N ₃ O ₄ (CAS : 1861-40-1)
ベンフレセート <u>C₁₂H₁₆O₄S (CAS : 68505-69-1)</u>	〔新設〕
ホウ酸 特級 H ₃ BO ₃ (CAS : 10043-35-3)	ホウ酸 特級 H ₃ BO ₃ (CAS : 10043-35-3)
〔中略〕	〔中略〕
メタノール 特級 CH ₄ O (CAS : 67-56-1)	メタノール 特級 CH ₄ O (CAS : 67-56-1)
メタラキシル <u>C₁₅H₂₁NO₄ (CAS : 57837-19-1)</u>	〔新設〕
メタリン酸 HPO ₃ (CAS : 37267-86-0) HPO ₃ として37.0%以上。白い塊状で、潮解性がある。	メタリン酸 HPO ₃ (CAS : 37267-86-0) HPO ₃ として37.0%以上。白い塊状で、潮解性がある。
〔中略〕	〔中略〕
メビンホス C ₇ H ₁₃ O ₆ P (CAS : 7786-34-7)	メビンホス C ₇ H ₁₃ O ₆ P (CAS : 7786-34-7)
メプロニル <u>C₁₇H₁₉NO₂ (CAS : 55814-41-0)</u>	〔新設〕
メラミン C ₃ H ₆ N ₆ (CAS : 108-78-1)	メラミン C ₃ H ₆ N ₆ (CAS : 108-78-1)
〔中略〕	〔中略〕
モノクロトホス C ₇ H ₁₄ NO ₅ P (CAS : 2157-98-4)	モノクロトホス C ₇ H ₁₄ NO ₅ P (CAS : 2157-98-4)
モリネート <u>C₉H₁₇NOS (CAS : 2212-67-1)</u>	〔新設〕
モリブデン酸アンモニウム 特級 (NH ₄) ₆ Mo ₇ O ₂₄ ·4H ₂ O (CAS : 12054-85-2)	モリブデン酸アンモニウム 特級 (NH ₄) ₆ Mo ₇ O ₂₄ ·4H ₂ O (CAS : 12054-85-2)
〔以下略〕	〔以下略〕

