

EPN、アニコホス、イサゾホス、イプロベンホス、エチオン、エディフェンホス、エトプロホス、エトリムホス、カズサホス、キナルホス、クロルピリホス、クロルピリホスメチル、クロルフェンビンホス、シアノホス、ジスルホトン、ジメチルビンホス、ジメトエート、スルプロホス、ダイアジノン、チオメトン、テトラクロルビンホス、テルブホス、トリアゾホス、トリブホス、トルクロホスメチル、パラチオン、パラチオンメチル、ピペロホス、ピラクロホス、ピラゾホス、ピリダフェンチオン、ピリミホスメチル、フェナミホス、フェニトロチオン、フェンスルホチオン、フェンチオン、フェントエート、ブタミホス、プロチオホス、プロパホス、プロフェノホス、プロモホス、ベンスリド、ホキシム、ホサロン、ホスチアゼート、ホスファミドン、ホスメット、ホレート、マラチオン、メカルバム、メタクリホス、メチダチオン及びメビンホス試験法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

農薬等の成分である物質	分析対象化合物
EPN	EPN
アニコホス	アニコホス
イサゾホス	イサゾホス
イプロベンホス	イプロベンホス
エチオン	エチオン
エディフェンホス	エディフェンホス
エトプロホス	エトプロホス
エトリムホス	エトリムホス
カズサホス	カズサホス
キナルホス	キナルホス
クロルピリホス	クロルピリホス
クロルピリホスメチル	クロルピリホスメチル
クロルフェンビンホス	クロルフェンビンホス（E体）、クロルフェンビンホス（Z体）
シアノホス	シアノホス
ジスルホトン	ジスルホトン、ジスルホトンスルホン
ジメチルビンホス	ジメチルビンホス（E体）、ジメチルビンホス（Z体）
ジメトエート	ジメトエート
スルプロホス	スルプロホス

ダイアジノン	ダイアジノン
チオメトン	チオメトン
テトラクロルビンホス	テトラクロルビンホス (Z体)
テルブホス	テルブホス
トリアゾホス	トリアゾホス
トリブホス	トリブホス
トルクロホスメチル	トルクロホスメチル
パラチオン	パラチオン
パラチオンメチル	パラチオンメチル
ピペロホス	ピペロホス
ピラクロホス	ピラクロホス
ピラゾホス	ピラゾホス
ピリダフェンチオン	ピリダフェンチオン
ピリミホスメチル	ピリミホスメチル
フェナミホス	フェナミホス
フェニトロチオン	フェニトロチオン
フェンスルホチオン	フェンスルホチオン
フェンチオン	フェンチオン
フェントエート	フェントエート
ブタミホス	ブタミホス
プロチオホス	プロチオホス
プロパホス	プロパホス
プロフェノホス	プロフェノホス
ブロモホス	ブロモホス
ベンスリド	ベンスリド
ホキシム	ホキシム
ホサロン	ホサロン
ホスチアゼート	ホスチアゼート
ホスファミドン	ホスファミドン (E体)、ホスファミドン (Z体)

ホスメット	ホスメット
ホレート	ホレート
マラチオン	マラチオン
メカルバム	メカルバム
メタクリホス	メタクリホス
メチダチオン	メチダチオン
メビンホス	メビンホス (E体) 、メビンホス (Z体)

## 2. 装置

アルカリ熱イオン化検出器、炎光光度型検出器（リン用干渉フィルター、波長526 nm）又は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ及びガスクロマトグラフ・質量分析計を用いる。

## 3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

EPN標準品 本品はEPN 98%以上を含む。

融点 本品の融点は36℃である。

アニコホス標準品 本品はアニコホス98%以上を含む。

融点 本品の融点は50～53℃である。

イサゾホス標準品 本品はイサゾホス98%以上を含む。

イプロベンホス標準品 本品はイプロベンホス98%以上を含む。

エチオン標準品 本品はエチオン98%以上を含む。

融点 本品の融点は-15～-12℃である。

エディフェンホス標準品 本品はエディフェンホス97%以上を含む。

沸点 本品の沸点は154℃（減圧・0.0013 kPa）である。

エトプロホス標準品 本品はエトプロホス98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は86～89℃（減圧・0.027 kPa）である。

エトリムホス標準品 本品はエトリムホス98%以上を含む。

カズサホス標準品 本品はカズサホス95%以上を含む。

沸点 本品の沸点は112～114℃（減圧・0.11 kPa）である。

キナルホス標準品 本品はキナルホス96%以上を含む。

融点 本品の融点は31～32℃である。

クロルピリホス標準品 本品はクロルピリホス99%以上を含む。

融点 本品の融点は41～43℃である。

クロルピリホスメチル標準品 本品はクロルピリホスメチル98%以上を含む。

融点 本品の融点は45～47℃である。

クロルフェンビンホス (E体) 標準品 本品はクロルフェンビンホス (E体) 97%以上を含む。

沸点 本品の沸点は168～170℃ (減圧・0.067 kPa) である。

クロルフェンビンホス (Z体) 標準品 本品はクロルフェンビンホス (Z体) 97%以上を含む。

沸点 本品の沸点は132～134℃ (減圧・0.0040 kPa) である。

シアノホス標準品 本品はシアノホス98%以上を含む。

融点 本品の融点は14～15℃である。

ジスルホトン標準品 本品はジスルホトン98%以上を含む。

融点 本品の融点は-25℃以下である。

ジスルホトンスルホン標準品 本品はジスルホトンスルホン98%以上を含む。

ジメチルビンホス (E体) 標準品 本品はジメチルビンホス (E体) 95%以上を含む。

ジメチルビンホス (Z体) 標準品 本品はジメチルビンホス (Z体) 99%以上を含む。

融点 本品の融点は69～70℃である。

ジメトエート標準品 本品はジメトエート97%以上を含む。

融点 本品の融点は49～51℃である。

スルプロホス標準品 本品はスルプロホス98%以上を含む。

ダイアジノン標準品 本品はダイアジノン98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は83～84℃ (減圧・0.00027 kPa) である。

チオメトン標準品 本品はチオメトン92%以上を含む。

沸点 本品の沸点は100℃ (減圧・0.013 kPa) である。

テトラクロルビンホス標準品 本品はテトラクロルビンホス (Z体) 98%以上を含む。

融点 本品の融点は94～97℃である。

テルブホス標準品 本品はテルブホス97%以上を含む。

沸点 本品の沸点は64℃ (減圧・0.0013 kPa) である。

トリアゾホス標準品 本品はトリアゾホス98%以上を含む。

融点 本品の融点は0～5℃である。

トリブホス標準品 本品はトリブホス98%以上を含む。

融点 本品の融点は-25℃以下である。

トルクロホスメチル標準品 本品はトルクロホスメチル99%以上を含む。

融点 本品の融点は78～80℃である。

パラチオン標準品 本品はパラチオン97%以上を含む。

沸点 本品の沸点は375℃である。

パラチオンメチル標準品 本品はパラチオンメチル98%以上を含む。

融点 本品の融点は35～36℃である。

ピペロホス標準品 本品はピペロホス98%以上を含む。

ピラクロホス標準品 本品はピラクロホス99%以上を含む。

沸点 本品の沸点は164℃（減圧・0.0013 kPa）である。

ピラゾホス標準品 本品はピラゾホス98%以上を含む。

融点 本品の融点は51～52℃である。

ピリダフェンチオン標準品 本品はピリダフェンチオン98%以上を含む。

融点 本品の融点は54～56℃である。

ピリミホスメチル標準品 本品はピリミホスメチル98%以上を含む。

フェナミホス標準品 本品はフェナミホス98%以上を含む。

融点 本品の融点は49℃である。

フェニトロチオン標準品 本品はフェニトロチオン98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は140～141℃（減圧・0.013 kPa）である。

フェンスルホチオン標準品 本品はフェンスルホチオン98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は138～141℃（減圧・0.0013 kPa）である。

フェンチオン標準品 本品はフェンチオン98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は87℃（減圧・0.0013 kPa）である。

フェントエート標準品 本品はフェントエート98%以上を含む。

分解点 本品の分解点は202～204℃である。

ブタミホス標準品 本品はブタミホス98%以上を含む。

プロチオホス標準品 本品はプロチオホス98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は125～128℃（減圧・1.7 kPa）である。

プロパホス標準品 本品はプロパホス98%以上を含む。

プロフェノホス標準品 本品はプロフェノホス99%以上を含む。

ブロモホス標準品 本品はブロモホス98%以上を含む。

ベンスリド標準品 本品はベンスリド98%以上を含む。

融点 本品の融点は34℃である。

ホキシム標準品 本品はホキシム98%以上を含む。

ホサロン標準品 本品はホサロン98%以上を含む。

融点 本品の融点は46～48℃である。

ホスチアゼード標準品 本品はホスチアゼート（R、S体）98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は198℃（減圧・0.067 kPa）である。

ホスファミドン標準品 本品はホスファミドン98%以上を含み、E体及びZ体の混合物である。

ホスメット標準品 本品はホスメット98%以上を含む。

融点 本品の融点は70～73℃である。

ホレート標準品 本品はホレート98%以上を含む。

融点 本品の融点は-15°C以下である。

マラチオン標準品 本品はマラチオン98%以上を含む。

沸点 本品の沸点は156~157°C (減圧・0.093 kPa) である。

メカルバム標準品 本品はメカルバム98%以上を含む。

メタクリホス標準品 本品はメタクリホス98%以上を含む。

メチダチオン標準品 本品はメチダチオン98%以上を含む。

融点 本品の融点は39~40°Cである。

メビンホス標準品 本品はメビンホス98%以上を含み、E体及びZ体の混合物である。

#### 4. 試験溶液の調製

##### 1) 抽出

##### (1) 穀類、豆類及び種実類の場合

検体を420 µmの標準網ふるいを通るように粉碎した後、その10.0 gを量り採り、水20 mLを加え、2時間放置する。

これにアセトン100 mLを加え、3分間細砕した後、ケイソウ土を1 cmの厚さに敷いたろ紙を用いてすり合わせ減圧濃縮器中に吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を採り、アセトン50 mLを加え、3分間細砕した後、上記と同様に操作して、ろ液をその減圧濃縮器中に合わせ、40°C以下でアセトンを除去する。

これをあらかじめ飽和塩化ナトリウム溶液100 mLを入れた300 mLの分液漏斗に移す。酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 4) 混液100 mLを用いて上記の減圧濃縮器のナス型フラスコを洗い、洗液を上記の分液漏斗に合わせる。振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの層を300 mLの三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 4) 混液50 mLを加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの層を上記の三角フラスコに合わせる。これに適量の無水硫酸ナトリウムを加え、時々振り混ぜながら15分間放置した後、すり合わせ減圧濃縮器中にろ過し、*n*-ヘキサン20 mLを用いて三角フラスコを洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗う操作を2回繰り返す。両洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40°C以下で酢酸エチル及び*n*-ヘキサンを除去する。

この残留物に*n*-ヘキサン30 mLを加え、100 mLの分液漏斗に移す。これに*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30 mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、アセトニトリル層をすり合わせ減圧濃縮器中に移す。*n*-ヘキサン層に*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30 mLを加え、上記と同様の操作を2回繰り返す、アセトニトリル層をその減圧濃縮器中に合わせ、40°C以下でアセトニトリルを除去する。この残留物にアセトン及び*n*-ヘキサン (1 : 1) 混液5 mLを加えて溶かす。

## (2) 果実、野菜、ハーブ、抹茶及びホップの場合

果実、野菜及びハーブの場合は、検体約1 kgを精密に量り、必要に応じ適量の水を量って加え、細切均一化した後、検体20.0 gに相当する量を量り採る。

抹茶の場合は、検体5.00 g量り採り、水20 mLを加えて2時間放置する。ホップの場合は、検体を粉碎した後、その5.00 gを量り採り、水20 mLを加え、2時間放置する。

これにアセトン100 mLを加え、3分間細砕した後、ケイソウ土を1 cmの厚さに敷いたろ紙を用いてすり合わせ減圧濃縮器中に吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を採り、アセトン50 mLを加え、3分間細砕した後、上記と同様に操作して、ろ液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下でアセトンを除去する。

これをあらかじめ飽和塩化ナトリウム溶液100 mLを入れた300 mLの分液漏斗に移す。酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：4）混液100 mLを用いて上記の減圧濃縮器のナス型フラスコを洗い、洗液を上記の分液漏斗に合わせる。振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの層を300 mLの三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：4）混液50 mLを加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの層を上記の三角フラスコに合わせる。これに適量の無水硫酸ナトリウムを加え、時々振り混ぜながら15分間放置した後、すり合わせ減圧濃縮器中にろ過する。次いで*n*-ヘキサン20 mLを用いて三角フラスコを洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗う操作を2回繰り返す。両洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下で酢酸エチル及び*n*-ヘキサンを除去する。この残留物にアセトン及び*n*-ヘキサン（1：1）混液5 mLを加えて溶かす。

## (3) 抹茶以外の茶の場合

a エチオン、クロルピリホス、ジメトエート、ダイアジノン、パラチオン、パラチオンメチル、ピラクロホス、ピリミホスメチル、フェニトロチオン、フェントエート、プロチオホス、プロフェノホス、ホサロン及びメチダチオンの試験を行う場合

検体9.00 gを100℃の水540 mLに浸し、室温で5分間放置した後、ろ過し、冷後ろ液360 mLを500 mLの三角フラスコに移す。これに飽和酢酸鉛溶液5 mLを加え、室温で1時間静置した後、ケイソウ土を1 cmの厚さに敷いたろ紙を用いて吸引ろ過し、ろ液を1,000 mLの分液漏斗に移す。次いでアセトン50 mLを用いて上記の三角フラスコを洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗う。洗液を上記の分液漏斗に合わせる。

これに塩化ナトリウム100 g及び酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：4）混液100 mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの層を300 mLの三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：4）混液100 mLを加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの層を上記の三角フラスコに合わせる。これに適量の無水硫酸ナトリウムを加え、時々振り混ぜながら15分間放置した後、すり合わせ減圧濃縮器中にろ過する。次いで*n*-ヘキサン20 mLを用いて三角フラスコを洗

い、その洗液でろ紙上の残留物を洗う操作を2回繰り返す。両洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下で酢酸エチル及び*n*-ヘキサンを除去する。この残留物にアセトン及び*n*-ヘキサン（1：1）混液5 mLを加えて溶かす。

b エトプロホス、キナルホス、クロルピリホスメチル、ジスルホトン、テルブホス、トリアゾホス、ピラゾホス、フェナミホス、ベンスリド、ホキシム、ホスファミドン、ホスメット、ホレート、マラチオン、メカルバム及びメタクリホスの試験を行う場合

抹茶以外の茶を粉砕したものについて(2)果実、野菜、ハーブ、抹茶及びホップの場合の抹茶に従って操作する。

## 2) 精製

内径15 mm、長さ300 mmのクロマトグラフ管にカラムクロマトグラフィー用シリカゲル（粒径63～200 μm）5 gをアセトン及び*n*-ヘキサン（1：1）混液に懸濁させたもの、次いでその上に無水硫酸ナトリウム約5 gを入れ、カラムの上端に少量のアセトン及び*n*-ヘキサン（1：1）混液が残る程度までアセトン及び*n*-ヘキサン（1：1）混液を流出させる。このカラムに1) 抽出で得られた溶液を注入した後、アセトン及び*n*-ヘキサン（1：1）混液100 mLを注入し、流出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40℃以下でアセトン及び*n*-ヘキサンを除去する。この残留物にアセトンを加えて溶かし、正確に5 mLとして、これを試験溶液とする。

## 5. 操作法

### 1) 定性試験

#### (1) ホキシムを除く各農薬の試験を行う場合

次の操作条件で試験を行う。試験結果はいずれの操作条件においても標準品と一致しなければならない。

##### 操作条件 1

カラム：内径0.53 mm、長さ10～30 mのケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用メチルシリコンを1.5 μmの厚さでコーティングしたもの。

カラム温度：80℃で1分間保持し、その後毎分8℃で昇温し、250℃に到達後5分間保持する。

試験溶液注入口温度：230℃

検出器：280℃で操作する。

ガス流量：キャリアーガスとしてヘリウムを用いる。クロルピリホスが約14分で流出する流速に調整する。空気及び水素の流量を至適条件に調整する。

##### 操作条件 2



カラム：内径0.32 mm、長さ10～30 mのケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用50%トリフルオロプロピル-メチルシリコンを0.25  $\mu\text{m}$ の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度：70°Cで1分間保持し、その後毎分25°Cで昇温し、125°Cに到達後は毎分10°Cで昇温し、235°Cに到達後12分間保持する。

試験溶液注入口温度：230°C

検出器：280°Cで操作する。

ガス流量：キャリアーガスとしてヘリウムを用いる。クロルピリホスが約12分で流出する流速に調整する。空気及び水素の流量を至適条件に調整する。

## (2) ホキシムの試験を行う場合

次の操作条件で試験を行う。試験結果は標準品と一致しなければならない。

操作条件

カラム：内径0.53 mm、長さ10 mのケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用メチルシリコンを1.5  $\mu\text{m}$ の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度：50°Cで1分間保持し、その後毎分30°Cで昇温し、150°Cに到達後10分間保持する。次に毎分30°Cで昇温し、250°Cに到達後2分間保持する。

試験溶液注入口温度：150°C

検出器：250°Cで操作する。

ガス流量：キャリアーガスとしてヘリウムを用いる。ホキシムが約9分で流出する流速に調整する。空気及び水素の流量を至適条件に調整する。

## 2) 定量試験

1) 定性試験と同様の操作条件で得られた試験結果に基づき、ピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

## 3) 確認試験

1) 定性試験と同様又は次の操作条件でガスクロマトグラフィー・質量分析を行う。試験結果は標準品と一致しなければならない。また、必要に応じ、ピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

操作条件

カラム：内径0.25 mm、長さ30 mのケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用5%フェニル-メチルシリコンを0.25  $\mu\text{m}$ の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度：50°Cで1分間保持し、その後毎分25°Cで昇温し、125°Cに到達後は毎分10°Cで昇温し、300°Cに到達後10分間保持する。

試験溶液注入口温度：250℃

キャリアガス：ヘリウム

イオン化モード（電圧）：EI（70 eV）

## 6. 定量限界

EPN	0.02 mg/kg
アニコホス	0.025 mg/kg
イサゾホス	0.01 mg/kg
イプロベンホス	0.01 mg/kg
エチオン	0.01 mg/kg
エディフェンホス	0.02 mg/kg
エトプロホス	0.005 mg/kg
エトリムホス	0.01 mg/kg
カズサホス	0.01 mg/kg
キナルホス	0.01 mg/kg
クロルピリホス	0.01 mg/kg
クロルピリホスメチル	0.01 mg/kg
クロルフェンビンホス	0.02 mg/kg
シアノホス	0.01 mg/kg
ジスルホトン	0.01 mg/kg
ジメチルビンホス	0.04 mg/kg
ジメトエート	0.02 mg/kg
スルプロホス	0.01 mg/kg
ダイアジノン	0.01 mg/kg
チオメトン	0.01 mg/kg
テトラクロルビンホス	0.01 mg/kg
テルブホス	0.005 mg/kg
トリアゾホス	0.05 mg/kg
トリブホス	0.01 mg/kg
トルクロホスメチル	0.02 mg/kg
パラチオン	0.01 mg/kg
パラチオンメチル	0.01 mg/kg
ピペロホス	0.01 mg/kg
ピラクロホス	0.05 mg/kg
ピラゾホス	0.01 mg/kg
ピリダフェンチオン	0.03 mg/kg

ピリミホスメチル 0.01 mg/kg  
フェナミホス 0.01 mg/kg  
フェニトロチオン 0.01 mg/kg  
フェンスルホチオン 0.02 mg/kg  
フェンチオン 0.01 mg/kg  
フェントエート 0.01 mg/kg  
ブタミホス 0.01 mg/kg  
プロチオホス 0.01 mg/kg  
プロパホス 0.01 mg/kg  
プロフェノホス 0.01 mg/kg  
ブロモホス 0.01 mg/kg  
ベンスリド 0.03 mg/kg  
ホキシム 0.02 mg/kg  
ホサロン 0.02 mg/kg  
ホスチアゼート 0.02 mg/kg  
ホスファミドン 0.01 mg/kg  
ホスメット 0.01 mg/kg  
ホレート 0.01 mg/kg  
マラチオン 0.01 mg/kg  
メカルバム 0.01 mg/kg  
メタクリホス 0.01 mg/kg  
メチダチオン 0.01 mg/kg  
メビンホス 0.01 mg/kg

## 7. 留意事項

### 1) 分析値

クロルフェンビンホスは、クロルフェンビンホス (E体) 及びクロルフェンビンホス (Z体) のそれぞれについて定量を行い、これらの和を分析値とすること。

ジメチルビンホスは、ジメチルビンホス (E体) 及びジメチルビンホス (Z体) のそれぞれについて定量を行い、これらの和を分析値とすること。

ジスルホトン、ジスルホトン及びジスルホトンスルホンのそれぞれについて定量を行い、ジスルホトンスルホンの定量値に係数0.895を掛けたものとジスルホトンの定量値との和をジスルホトンの分析値とする。

2) たまねぎ、にんにく等に含有されている多くの有機硫黄化合物が炎光光度型検出器に感応して定性定量を妨害するときは、アルカリ熱イオン化検出器または高感度窒素・リン検出器で行うと妨害がほとんどなくなる。

3) 定量限界は、果実、野菜及びハーブを試料とした場合の値を示したものであり、穀類、豆類及び種実類の場合は概ね2倍、茶及びホップの場合は概ね4倍の値となる。基準値が定量限界より低い試料の場合は、試験溶液を濃縮する、ガスクロマトグラフへの注入量を増やすなどによって対応する。

#### 8. 参考文献

なし

#### 9. 類型

A