

カフェンストロール、ジフェノコナゾール、シプロコナゾール、シメトリン、チフルザミド、テトラコナゾール、テブコナゾール、トリアジメノール、フルジオキシニル、プロピコナゾール、ヘキサコナゾール及びペンコナゾール試験法（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
カフェンストロール	カフェンストロール
ジフェノコナゾール	ジフェノコナゾール
シプロコナゾール	シプロコナゾール
シメトリン	シメトリン
チフルザミド	チフルザミド
テトラコナゾール	テトラコナゾール
テブコナゾール	テブコナゾール
トリアジメノール	トリアジメノール
フルジオキシニル	フルジオキシニル
プロピコナゾール	プロピコナゾール
ヘキサコナゾール	ヘキサコナゾール
ペンコナゾール	ペンコナゾール

2. 装置

アルカリ熱イオン化検出器又は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ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。

カフェンストロール 本品はカフェンストロール99%以上を含む。

融点 本品の融点は116℃である。

ジフェノコナゾール 本品はジフェノコナゾール97%以上を含む。

融点 本品の融点は76℃である。

シプロコナゾール 本品はシプロコナゾール98%以上を含む。

融点 本品の融点は103～105℃である。

シメトリン 本品はシメトリン98%以上を含む。

融点 本品の融点は82～83℃である。

チフルザミド 本品はチフルザミド99%以上を含む。

融点 本品の融点は178～179℃である。

テトラコナゾール 本品はテトラコナゾール97%以上を含む。

分解点 本品の分解点は240℃である。

テブコナゾール 本品はテブコナゾール99%以上を含む。

融点 本品の融点は102～103℃である。

トリアジメノール 本品はトリアジメノール99%以上を含む。

融点 本品の融点は133～138℃である。

フルジオキシニル 本品はフルジオキシニル99%以上を含む。

融点 本品の融点は199～200℃である。

プロピコナゾール 本品はプロピコナゾール97%以上を含む。

融点 本品の融点は180℃（減圧・0.013 kPa）である。

ヘキサコナゾール 本品はヘキサコナゾール97%以上を含む。

融点 本品の融点は110～112℃である。

ペンコナゾール 本品はペンコナゾール99%以上を含む。

融点 本品の融点は57～61℃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分間粉碎した後、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℃以下で約30 mL中に濃縮する。

これをあらかじめ10%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。*n*-ヘキサン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、*n*-ヘキサン層を300 mLの三角フラスコに移す。水層に*n*-ヘキサン50 mLを加え、上記と同様に操作して、*n*-ヘキサン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*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回繰り返し、アセトニトリル層をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下でアセトニトリルを除去する。この残留物に*n*-ヘキサン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を量り採り、水20 mLを加え、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℃以下で約30 mLに濃縮する。

これをあらかじめ10%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。*n*-ヘキサン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、*n*-ヘキサン層を300 mLの三角フラスコに移す。水層に*n*-ヘキサン50 mLを加え、上記と同様に操作して、*n*-ヘキサン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*n*-ヘキサンを除去する。この残留物に*n*-ヘキサン5 mLを加えて溶かす。

## (3) 抹茶以外の茶の場合

### a ジフェノコナゾール、テトラコナゾール及びプロピコナゾールの試験を行う場合

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2 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を用いてろ紙上の残留物を洗い、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*n*-ヘキサン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、*n*-ヘキサン層を300 mLの三角フラスコに移す。水層に*n*-ヘキサン100 mLを加え、上記と同様に操作して、*n*-ヘキサン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*n*-ヘキサンを除去する。この残留物に*n*-ヘキサン5 mLを加えて溶かす。

b テブコナゾール、トリアジメノール、ヘキサコナゾール及びペンコナゾールの試験を行う場合

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合成ケイ酸マグネシウム10 gを*n*-ヘキサンに懸濁したもの、次いでその上に無水硫酸ナトリウム5 gを入れ、カラム上端に少量の*n*-ヘキサンが残る程度まで*n*-ヘキサンを流出させる。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(1:19)混液100 mLを注入し、流出液は捨てる。次いでアセトン及び*n*-ヘキサン(3:7)混液100 mLを注入し、溶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4 mLとして、これを試験溶液とする。

## 5. 操作法

### 1) 定性試験

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0.25 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メチルシリコンを0.25 μmの厚さでコーティングしたもの。

カラム温度：100℃で1分間保持し、その後毎分30℃で昇温する。250℃に到達後、毎分6℃で昇温し、300℃に到達後2分間保持する。

試験溶液注入口温度：250℃

注入方法：スプリットレス

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。カフェンストロールが約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) 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。

## 6. 定量限界

カフェンストロール 0.01 mg/kg

ジフェノコナゾール 0.01 mg/kg

シプロコナゾール 0.005 mg/kg

シメトリン 0.01 mg/kg

チフルザミド 0.01 mg/kg

テトラコナゾール 0.02 mg/kg

テブコナゾール 0.005 mg/kg

トリアジメノール 0.01 mg/kg

フルジオキシニル 0.005 mg/kg

プロピコナゾール 0.01 mg/kg

ヘキサコナゾール 0.01 mg/kg

ペンコナゾール 0.01 mg/kg

## 7. 留意事項

1) ジフェノコナゾール及びプロピコナゾールについては、定性、定量及び確認試験において、それぞれ2本のピークとして検出されるため、両ピークの面積の合計により検量線を作成する必要がある。

2) 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