

(別添)

食品中の残留農薬等試験法

平成 1 6 年 2 月

厚生労働省医薬食品局食品安全部

食品、添加物等の規格基準（昭和 3 4 年厚生省告示第 3 7 0 号）の試験法について、次のとおり定める。

- 1 エチクロゼート試験法
- 2 オキサジクロメホン及びフェノキサニル試験法
- 3 ジクロシメット試験法
- 4 テプラロキシジム試験法
- 5 トリネキサバックエチル試験法
- 6 ファモキサドン試験法
- 7 フェノキサプロップエチル試験法
- 8 フェントラザミド試験法
- 9 フルアジナム試験法
- 1 0 フルミオキサジン試験法
- 1 1 マレイン酸ヒドラジド試験法

(注) 用語の定義等

- 1 「定量限界」とは、一般に、試料に含まれる分析対象物の定量が可能な最低の量又は濃度のこと。概ね $S/N = 10$ となる分析対象物質の量を試料中の農薬濃度として示した。なお、ガスクロマトグラフィーの場合、 S は分析対象物のピーク高さ、 N はベースラインノイズを指す。
- 2 「類型」については、当該試験法の由来を示すものであり、以下のように分類した。
 - A：日本国内の公定分析法（環境省告示試験法など）
 - B：諸外国の公定分析法、マニュアル等（米、独、オランダ、EU など）
 - C：厚生労働省試験法検討班作成の試験法
 - D：文献等から引用した試験法

食品中の残留農薬等の試験

1．エチクロゼート試験法

1．分析対象化合物

エチクロゼート

5 - クロロ - 3(1H) - インダゾール酢酸 (以下「CIA」という。)

2．装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ (HPLC(UV))

液体クロマトグラフ・質量分析計 (LC/MS)

3．試薬、試液

次に示すもの以外は、第1 食品の部 D 各条の項の 穀類、豆類、果実、野菜、種実類、茶及びホップの2 穀類、豆類、果実、野菜、種実類、茶及びホップの成分規格の試験法の目の(2) 試薬・試液に示すものを用いる。

トリフルオロ酢酸 高速液体クロマトグラフ用トリフルオロ酢酸

CIA 標準品 本品は CIA99%以上を含む。

4．試験溶液調製法

1) 抽出

検体約 1 kg を精密に量り、1 mol/L 塩酸 500 mL を量って加え、細切均一化する。

検体 20.0 g に相当する試料に 5 mol/L 塩酸 2 mL 及びアセトン 100 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、5 mol/L 塩酸 2 mL 及びアセトン 50 mL を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過を行う。得られたろ液を合わせて、40℃以下で約 40 mL まで濃縮する。これに 25%塩化ナトリウム溶液 100 mL 及び 5 mol/L 塩酸 2 mL を加え、エーテル・n - ヘキサン混液 (2 : 1) 100 mL 及び 50 mL で 2 回振とう抽出する。抽出液を 40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にメタノール 5 mL を加えて溶かす。

2) 加水分解

1) で得られた溶液に 4 mol/L 水酸化カリウム溶液 5 mL を加え、栓をして、室温で時々振り混ぜながら 1 時間放置する。反応液に 25%塩化ナトリウム溶液 40 mL 及び 5 mol/L 塩酸 5 mL を加え、エーテル・n - ヘキサン混液 (2 : 1) 50 mL ずつで 2 回振とう抽出する。この抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に酢酸エチル 5 mL を加えて溶かす。

3) 精製

クロマトグラフ管 (内径 15 mm) 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 を酢酸エチルに懸濁させて充てんし、上に無水硫酸ナトリウム約 5 g を積層する。このカラムに 2) で得られた溶液を注入した後、流出液は捨てる。さらに、酢酸エチル 15 mL 及び酢酸・酢酸エチル混液 (0.1 : 100) 30 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。次いで、酢酸・酢酸エチル・メタノール混液 (0.1 : 80 : 20) 150 mL を注入する。溶出液を 40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物を 0.01%トリフルオロ酢酸・メタノール混液 (13 : 7) に溶解し、正確に 5 mL としたものを試験溶液とする。

5．検量線の作成

CIA 標準品の 0.1 ~ 5 mg/L 0.01%トリフルオロ酢酸・メタノール混液 (13 : 7) 溶液を数点調製し、それぞれ 20 µL を HPLC に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

6．定量

試験溶液 20 μ L を HPLC に注入し、5 の検量線で CIA の含量を求め、次式により CIA を含むエチクロゼートの含量を求める。

$$\text{エチクロゼート (CIA を含む) の含量} = \text{CIA の含量} \times 1.13$$

7．測定条件

1) HPLC

検出器：UV (波長 299 nm)

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル (粒径 5 μ m) 内径 4.6 mm、長さ 150 mm

カラム温度：40

移動相：0.01%トリフルオロ酢酸・メタノール混液 (13:7)

保持時間の目安：20 分

2) LC/MS

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル (粒径 5 μ m) 内径 2~3 mm、長さ 150 mm

カラム温度：40

移動相：0.01%トリフルオロ酢酸・メタノール混液 (13:7)

主なイオン： m/z 211、197

注入量：5 μ L

保持時間の目安：20 分

8．定量限界

0.05 mg/kg (エチクロゼートとして)

9．留意事項

1) 試験法の概要

エチクロゼート及び CIA を試料から塩酸酸性下でアセトンで抽出し、エーテル・n - ヘキサン混液に転溶する。メタノール・水酸化カリウム溶液でエチクロゼートを CIA に加水分解し、シリカゲルカラムで精製した後、CIA を HPLC(UV)で測定し、LC/MS で確認する方法である (文献 1)。

2) 注意点

エチクロゼート及び CIA は分解又は吸着しやすいので、抽出から加水分解までを速やかに行う必要がある。

本試験法の他に、エチクロゼート及び CIA を試料から抽出し、加水分解の後、エーテル、三フッ化ホウ素及び n - ブタノール混合物によりブチルエステル化し、合成ケイ酸マグネシウムカラムで精製した後、GC(FTD)又は GC(NPD)で測定する方法もある (文献 2)。

10．参考文献

1) 高附ら、食品衛生学雑誌、43、30-34 (2002)

2) 今月の農薬編集室編「改訂 4 版農薬登録保留基準ハンドブック」p.138-140、化学工業日報社 (2003)

11．類型

C

2. オキサジクロメホン及びフェノキサニル試験法

1. 分析対象化合物

オキサジクロメホン

フェノキサニル

2. 装置

アルカリ熱イオン化検出器付きガスクロマトグラフ (GC(FTD)) 又は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ (GC(NPD))

ガスクロマトグラフ・質量分析計 (GC/MS)

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、第1 食品の部 D 各条項の 穀類、豆類、果実、野菜、種実類、茶及びホップの 2 穀類、豆類、果実、野菜、種実類、茶及びホップの成分規格の試験法の目の(2) 試薬・試液に示すものを用いる。

オキサジクロメホン標準品 本品はオキサジクロメホン 99%以上を含み、融点は 147～150 である。

フェノキサニル標準品 本品はフェノキサニル 98%以上を含み、融点は 68～71 である。

4. 試験溶液調製法

1) 抽出

試料 10.0 g に水 20 mL を加え、2 時間放置する。

これにアセトン 100 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、アセトン 50 mL を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過を行う。得られたろ液を合わせ、40 以下で約 30 mL まで濃縮する。これに 10%塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、n - ヘキサン 100 mL 及び 50 mL で 2 回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。

この残留物に n - ヘキサン 30 mL を加え、n - ヘキサン飽和アセトニトリル 30 mL ずつで 3 回振とう抽出し、抽出液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物を n - ヘキサン 5 mL に溶かす。

2) 精製

クロマトグラフ管 (内径 15 mm) 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 5 g を n - ヘキサンに懸濁させて充てんし、上に無水硫酸ナトリウム約 5 g を積層する。このカラムに、1) で得られた溶液を注入し、流出液は捨てる。さらに、エーテル・n - ヘキサン混液 (3 : 17) 50 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトン・n - ヘキサン混液 (3 : 17) 100 mL を注入し、溶出液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトンに溶解し、正確に 4 mL としたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

オキサジクロメホン標準品の 0.05～2 mg/L アセトン溶液及びフェノキサニル標準品の 0.025～2 mg/L アセトン溶液を数点調製し、それぞれ 2 μ L を GC に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液 2 μ L を GC に注入し、5 の検量線でオキサジクロメホン及びフェノキサニルの含量を求める。

7. 測定条件

1) GC

検出器：FTD 又は NPD

カラム：50%フェニル-メチルシリコン 内径 0.25 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25 μ m

カラム温度：50 (2 分) - 15 /分 - 180 (2 分) - 20 /分 - 280 (10 分)

注入口温度：220

検出器温度：280

キャリアーガス：ヘリウム

保持時間の目安：オキサジクロメホン 13 分、フェノキサニル 19 分

2) GC/MS

カラム：5%フェニル-メチルシリコン 内径 0.25 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25 μ m

カラム温度：50 (1 分) - 20 /分 - 280 (5 分)

注入口温度：220

キャリアーガス：ヘリウム

イオン化電圧：70 eV

保持時間の目安：オキサジクロメホン 8 分、フェノキサニル 12 分

8. 定量限界

オキサジクロメホン 0.02 mg/kg、フェノキサニル 0.01 mg/kg

9. 留意事項

1) 試験法の概要

本法はオキサジクロメホンとフェノキサニルの同時分析法である。これらを試料からアセトンで抽出し、n - ヘキサンに転溶する。アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂した後、合成ケイ酸マグネシウムカラムで精製し、GC(FTD)又は GC(NPD)で測定し、GC/MS で確認する方法である。オキサジクロメホンは GC 注入口で熱分解して生じた N-methylene-1-(3,5-dichlorophenyl)-1-methylamine (DCIM) を測定する。

2) 注意点

オキサジクロメホンはGC中で熱分解してDCIMを生じる。分解は定量的であり、検量線の直線性は良好である。DCIMのマスペクトルにおいて主なイオンは、 m/z 187、189、159、161である。

10. 参考文献

1) 環境省告示第 53 号「オキサジクロメホン試験法」(平成 12 年 8 月 17 日)

2) 環境省告示第 80 号「フェノキサニル試験法」(平成 12 年 12 月 21 日)

3) 上路ら編著「2002 年度版残留農薬分析法」p.387-388、ソフトサイエンス社(2001)

11. 類型

C

3. ジクロシメット試験法

1. 分析対象化合物

ジクロシメット

2. 装置

アルカリ熱イオン化検出器付きガスクロマトグラフ (GC(FTD)) 又は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ (GC(NPD))

ガスクロマトグラフ・質量分析計 (GC/MS)

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、第1 食品の部 D 各条項の 穀類、豆类、果実、野菜、種実類、茶及びホップの2 穀類、豆类、果実、野菜、種実類、茶及びホップの成分規格の試験法の目の(2) 試薬・試液に示すものをを用いる。

ジクロシメット標準品 本品はジクロシメット 99%以上を含む。

4. 試験溶液調製法

1) 抽出

試料 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、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、アセトン 50 mL を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過を行う。得られたろ液を合わせ、40 以下で約 30 mL に濃縮する。これに 10%塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、n - ヘキサン 100 mL 及び 50 mL で 2 回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。

この残留物に n - ヘキサン 30 mL を加え、n - ヘキサン飽和アセトニトリル 30 mL ずつで 3 回振とう抽出する。抽出液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン・n - ヘキサン混液 (1 : 19) 5 mL を加えて溶かす。

2) 精製

クロマトグラフ管 (内径 15 mm) 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 5 g を n - ヘキサンに懸濁させて充てんし、上に無水硫酸ナトリウム約 5 g を積層する。このカラムに 1) で得られた溶液を注入し、流出液は捨てる。さらに、アセトン・n - ヘキサン混液 (1 : 19) 40 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトン・n - ヘキサン混液 (3 : 17) 40 mL を注入し、溶出液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトンに溶解し、正確に 2 mL としたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ジクロシメット標準品の 0.05 ~ 2 mg/L アセトン溶液を数点調製し、それぞれ 1 µL を GC に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液 1 µL を GC に注入し、5 の検量線でジクロシメットの含量を求める。

7. 測定条件

1) GC

検出器 : FTD 又は NPD

カラム : 5 %フェニル - メチルシリコン 内径 0.53 mm、長さ 15 m、膜厚 1.5 µm

カラム温度 : 60 (2 分) - 10 /分 - 280 (10 分)

注入口温度 : 250

検出器温度： 250

キャリアーガス：ヘリウム

保持時間の目安：ジクロシメット(RR)20.4 分

ジクロシメット(SR)20.7 分

2) GC/MS

カラム：5%フェニル - メチルシリコン 内径 0.32 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25 μ m

カラム温度：60 (2 分) - 10 /分 - 300 (10 分)

注入口温度：320

キャリアーガス：ヘリウム

イオン化電圧：EI (70 eV)

主なイオン： m/z 173、277、221、175、102、174

保持時間の目安：ジクロシメット (RR) 13.9 分

ジクロシメット (SR) 14.1 分

8. 定量限界

0.01 mg/kg

9. 留意事項

1) 試験法の概要

ジクロシメットを試料からアセトンで抽出し、n - ヘキサンに転溶する。

アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂した後、合成ケイ酸マグネシウムカラムで精製し、GC (FTD) 又は GC (NPD) で測定し、GC/MS で確認する方法である。

2) 注意点

ジクロシメットには2つの不斉炭素があり4種の光学異性体が存在する。そのうち有効成分はRR体及びSR体であり、市販されている標準品及び農薬市場流通品は、ほとんどこの2種により構成されている。

和光純薬、林純薬及び関東化学から販売されているジクロシメット標準品は、いずれも2種 (RR及びSR) の立体異性混合物であり、それらの比はほぼ1:1である。

10. 参考文献

環境省告示第32号「ジクロシメット試験法」(平成12年4月28日)

11. 類型

C

4. テブラロキシジム試験法

1. 分析対象化合物

テブラロキシジム、2[1-(3-クロロプロプ-2-(E)-エン-1-イル)オキシミノプロピル]-3,5-ジヒドロキシ-5-(テトラヒドロピラン-4-イル)シクロヘキス-2-エン-1-オン(以下「5-OH-DP」という。)及びその関連の変化生成物のうち、酸化及びメチルエステル化の操作によりジメチル 3-(3,4,5,6-テトラヒドロ-2H-ピラン-4-イル)グルタレート(以下「DMP」という。)及びジメチル 3-ヒドロキシ-3-(3,4,5,6-テトラヒドロ-2H-ピラン-4-イル)グルタレート(以下「OH-DMP」という。)となるもの。

2. 装置

ガスクロマトグラフ・質量分析計 (GC/MS)
還流冷却器
ホットプレート付スターラー

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、第1 食品の部 D 各条項の 穀類、豆类、果実、野菜、種実類、茶及びホップの2 穀類、豆类、果実、野菜、種実類、茶及びホップの成分規格の試験法の目の(2) 試薬・試液に示すものを用いる。

過酸化水素水 過酸化水素水 (30%、特級)
水酸化カルシウム 水酸化カルシウム (特級)
活性炭 化学分析用活性炭
DMP 標準品 本品は、DMP 96%以上を含む。
OH-DMP 標準品 本品は、OH-DMP 96%以上を含む。

4. 試験溶液調製法

1) 抽出

豆类及び種実類の場合は、試料 10.0 g に水 20 mL を加え、2 時間放置する。野菜の場合は、試料 20.0 g を量り採る。

これに水・メタノール混液 (1:4) 150 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に水・メタノール混液 (1:4) 150 mL を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過を行う。得られたろ液を合わせて、40 以下で約 30 mL まで濃縮する。これに水 70 mL を加えた後、イソプロパノールを加えて 300 mL とする。この 150 mL に水酸化カルシウム 5 g を加えて緩やかに振り混ぜた後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物をイソプロパノール・水混液 (4:1) 20 mL で洗い、洗液をろ液に合わせる。

2) 酸化

ろ液に水酸化カリウム 1 g を加え、還流冷却管を装着し、ホットプレート付スターラー上で攪拌しつつ、加熱還流する。沸騰後、還流冷却管の上部から過酸化水素水 3 mL を加え、10 分間隔で過酸化水素水 3 mL を加える操作をさらに 3 回繰り返した後、さらに 30 分間加熱還流する。

3) 活性炭への吸着

反応液を放冷後、塩化ナトリウム 25 g を加え 10 分間攪拌する。飽和塩化ナトリウム溶液 20 mL を加え、水層を分取する。イソプロパノール層に飽和塩化ナトリウム溶液 50 mL を加え、5 分間激しく振り混ぜた後、静置し、水層を分取する。水層を合わせ、塩酸 5 mL を加えて 50~60 で減圧濃縮し、イソプロパノールを除去する。

析出した塩化ナトリウムが溶解するまで水を加えた後、活性炭 2.5 g を加え、10 分間激しく振り混ぜた後、吸引ろ過する。水 200 mL でろ紙上の活性炭を洗った後、5 分間吸引する。次いで n - ヘキサン 100 mL でろ紙上の活性炭を洗った後、5 分間吸引する。

4) メチルエステル化

ろ紙及びろ紙上の活性炭を 5 mm 角に切断した後に、メタノール 100 mL、硫酸 20 mL、オルトギ酸トリメチル 25 mL、ペルオキシ二硫酸カリウム 2 g を加え、還流冷却管を装着し、ホットプレート付スターラー上で攪拌しつつ、加熱還流する。1 時間沸騰後、速やかに吸引ろ過する。次いで、メタノール 50 mL を用いてろ紙上の残留物を洗う。さらに、ギ酸・メタノール混液 (1 : 9) 50 mL ずつを用いてろ紙上の残留物を 2 回洗う。これらのろ液、洗液を合わせ、水 300 mL を加え、ジクロロメタン 150 mL ずつで 2 回振とう抽出する。この抽出液に飽和炭酸水素ナトリウム溶液 50 mL を加え振とうし、水層は捨てる。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトン 1 mL に溶かし、ヘキサン 19 mL を加える。

5) 精製

合成ケイ酸マグネシウムカラムクロマトグラフィー

クロマトグラフ管 (内径 15 mm) 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 - ヘキサンに懸濁させて充てんし、上に無水硫酸ナトリウム約 5 g を積層する。このカラムに 4) で得られた溶液を注入し、流出液は捨てる。さらに、アセトン・n - ヘキサン混液 (1 : 19) 40 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトン・n - ヘキサン混液 (1 : 4) 100 mL を注入し、溶出液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物を酢酸エチル 1 mL に溶かし、n - ヘキサン 19 mL を加える。

シリカゲルカラムクロマトグラフィー

シリカゲルミニカラム (1,000 mg) に n - ヘキサン 5 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに 4) で得られた溶液を注入し、流出液は捨てる。さらに、酢酸エチル・n - ヘキサン混液 (3 : 17) 10 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、酢酸エチル・n - ヘキサン混液 (3 : 7) 25 mL を注入し、溶出液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をエーテル 1 mL に溶かし、n - ヘキサン 19 mL を加える。

アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラムクロマトグラフィー

アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000 mg) に n - ヘキサン 5 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに 4) で得られた溶液を注入し、流出液は捨てる。次いで、酢酸エチル・n - ヘキサン混液 (3 : 7) 10 mL を注入し、溶出液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトンに溶解し、豆類及び種実類の場合は正確に 3 mL、野菜の場合は正確に 6 mL としたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

DMP 及び OH-DMP 標準品のアセトン溶液を別々に調製し、1 : 1 の割合で混合した後、0.1 ~ 2 mg/L アセトン溶液を数点調製し、それぞれ 2 µL を GC/MS に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液 2 µL を GC/MS に注入し、5 の検量線で DMP 及び OH-DMP の含量を求め、次式により、5-OH-DP 及びその他の関連化合物を含むテブラロキシジムの含量を求める。

テブラロキシジム (5-OH-DP 及びその他の関連化合物を含む) の含量

$$= \text{DMP の含量} \times 1.40 + \text{OH-DMP の含量} \times 1.31$$

7. 測定条件

GC/MS

カラム : 35% フェニル - メチルシリコン内径 0.25 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25 µm

カラム温度 : 100 (2 分) - 3 /分 - 200 - 30 /分 - 280

注入口温度 : 250

検出器温度 : 280

キャリアーガス : ヘリウム

イオン化電圧：70 eV

主なイオン：DMP m/z 213、182、168 OH-DMP m/z 175、155、143

保持時間の目安：DMP 29 分 OH-DMP 32 分

8．定量限界

0.05 mg/kg

9．留意事項

1) 試験法の概要

テブラロキシジム、5-OH-DP 及びその関連の変化生成物のうち、酸化及びメチルエステル化の操作により DMP 及び OH-DMP となるものを分析対象とした方法である。水・メタノール混液でテブラロキシジム、5-OH-DP 及び変化生成物を同時に抽出、水酸化カルシウムで凝固処理後、酸化反応でこれらを 3-(3,4,5,6-テトラヒドロ-2H-ピラン-4-イル)グルタル酸 (GP) 及び 3-ヒドロキシ-3-(3,4,5,6-テトラヒドロ-2H-ピラン-4-イル)グルタル酸 (OH-GP) に変換する。さらにメチルエステル化により GP を DMP に、OH-GP を OH-DMP に変換、液々分配、合成ケイ酸マグネシウムカラム、シリカゲルミニカラム 及びアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラムにより精製し、GC/MS で DMP 及び OH-DMP を同時に測定する方法である。

2) 注意点

酸化反応について

環境省告示試験法に従い、水酸化カリウム 1 g を加えた後、酸化剤として 30%過酸化水素水を用いて加熱還流する方法で酸化を行う。

小林らは、水酸化カリウム 1 g を加え、30%過酸化水素水 3 mL を 10 分間隔で 4 回加えた場合、最も酸化効率が高く、さらに 30 分間加熱還流を続けることで過剰の過酸化水素を分解できたと報告している。ただし、酸化反応後の溶液の pH が 11~13 であれば反応は順調に進行するが、pH がそれより低い場合は酸化反応が進行していない可能性が高いので、酸化反応後の溶液を少量取り、pH 試験紙で pH を確認する。pH が低い場合は水酸化カリウム及び 30%過酸化水素水を加えて酸化反応を再度行う。

塩析後のイソプロパノールの留去について

イソプロパノールが残存すると、活性炭への吸着率が低下するため、完全に留去させる。イソプロパノールが完全に留去されたことの判断は、減圧濃縮器の冷却管に水滴が付着すること、フラスコ内に塩化ナトリウムが析出すること及びイソプロパノール臭がしなくなることなどから行う。

活性炭への吸着について

環境省告示試験法に従い、酸化反応後の溶液を塩析させた後の水層に活性炭を加えて振とうすることで、GP 及び OH-GP を活性炭に吸着させ、これを吸引ろ過及び洗浄する。

小林らは、GP 及び OH-GP は水溶性が高く、一般の有機溶媒に転溶することが困難であったため、酸化反応後の溶液を塩析及び濃縮操作で有機溶媒を完全に留去させ、活性炭を加えることで、GP 及び OH-GP を吸着することができたと報告している。

なお、水分が残存するとメチルエステル化反応率が低下するため、ろ過後の活性炭は完全に乾燥させる必要がある。

メチルエステル化について

環境省告示試験法に従い、活性炭にメタノール 100 mL を加えた後、ペルオキシ二硫酸カリウム 2 g、オルトギ酸トリメチル 25 mL 及び濃硫酸 20 mL を加え、1 時間加熱還流してメチルエステル化を行う。

小林らは、活性炭に吸着させた GP 及び OH-GP のうち、GP については定量的に DMP に変換されるが、OH-GP については変換率が低かったため、ペルオキシ二硫酸カリウム及びオルトギ酸トリメチルを加えることで GP 及び OH-GP を定量的に DMP 及び OH-DMP に変換できたと報告している。

メチルエステル化後、活性炭を除去するために沸騰させた反応液を速やかに吸引ろ過している

が、冷却してしまうと DMP 及び OH-DMP の回収率が低下するため、温度が高いうちに手早くろ過を行う。

試験溶液調製の途中で操作を中断する場合は、活性炭に吸着させ、乾燥させた状態で 1 晩、メタノールに浸漬させた状態で 2 日間置くことができる。又は飽和炭酸水素ナトリウムで洗浄後に置くことができる。

10．参考文献

- 1) 環境省告示第 32 号「テプラロキシジム試験法」(平成 12 年 4 月 28 日)
- 2) 小林ら、第 23 回農薬残留分析研究会講演資料集、p.40-47、2000 年 8 月

11．類型

C

5. トリネキサバックエチル試験法

1. 分析対象化合物

トリネキサバックエチル

4-シクロプロピル(ヒドロキシ)メチレン-3,5-ジオキソシクロヘキサン酢酸(以下「トリネキサバック」という。)

2. 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ(HPLC(UV))

液体クロマトグラフ・質量分析計(LC/MS)

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、第1 食品の部D 各条の項の 穀類、豆類、果実、野菜、種実類、茶及びホップの2 穀類、豆類、果実、野菜、種実類、茶及びホップの成分規格の試験法の目の(2)試薬・試液に示すものを用いる。

トリネキサバックエチル標準品 本品はトリネキサバックエチル 99%以上を含み、融点は 36 ~ 37 である。

トリネキサバック標準品 本品はトリネキサバック 99%以上を含む。

4. 試験溶液調製法

1) 抽出

試料 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 及び 6 mol/L 塩酸 0.5 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、アセトン 50 mL を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過を行う。得られたろ液を合わせ、40 以下で約 20 mL まで濃縮する。これに 10%塩化ナトリウム溶液 100 mL 及び 6 mol/L 塩酸 0.5 mL を加え、酢酸エチル・n - ヘキサン混液(1 : 1) 100 mL 及び 50 mL で 2 回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。

この残留物に n - ヘキサン 30 mL を加え、n - ヘキサン飽和アセトニトリル 30 mL ずつで 3 回振とう抽出する。抽出液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をエーテル・n - ヘキサン混液(1 : 19)で溶解し、正確に 10 mL としたものを抽出溶液とする。

2) 精製

ベンゼンスルホンプロピルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

ベンゼンスルホンプロピルシリル化シリカゲルミニカラム(500 mg)にエーテル・n - ヘキサン混液(1 : 19) 10 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに 1) で得られた抽出溶液 5 mL を注入し、流出液は捨てる。さらに、エーテル・n - ヘキサン混液(1 : 19) 5 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、エーテル・n - ヘキサン混液(1 : 9) 15 mL を注入し、溶出液を分取する(溶出液)。次いで、酢酸エチル・n - ヘキサン混液(3 : 7) 10 mL を注入し、溶出液を分取する(溶出液)。溶出液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトニトリル・酢酸・水混液(40 : 1 : 60)で溶解し、正確に 1 mL としたものをトリネキサバックエチル用試験溶液とする。

シリカゲルカラムクロマトグラフィー

シリカゲルミニカラム(500 mg)に酢酸エチル・n - ヘキサン混液(3 : 7) 10 mL を注入し、流出液は捨てる。得られた溶出液を注入し、流出液は捨てる。さらに、アセトン 5 mL 及びアセトン・メタノール混液(7 : 3) 5 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。次いで、アセトン・酢酸・メタノール混液(35 : 1 : 15) 10 mL を注入し、溶出液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトニトリル・酢酸・水混液(20 : 1 : 80)で溶解し、正確に 1 mL としたものをトリネキサバック用試験溶液とする。

5．検量線の作成

トリネキサパックエチル標準品については、アセトニトリル・酢酸・水混液（40：1：60）で、トリネキサパック標準品については、アセトニトリル・酢酸・水混液（20：1：80）で、それぞれ 0.1～2 mg/L の標準溶液を数点調製し、それぞれ 10 μL を HPLC に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

6．定量

試験溶液 10 μL を HPLC に注入し、5 の検量線でトリネキサパックエチル及びトリネキサパックの含量を求め、次式によりトリネキサパックを含むトリネキサパックエチルの含量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{トリネキサパックエチル（トリネキサパックを含む）の含量（mg/kg）} \\ &= A + B \times 1.13 \\ & A : \text{トリネキサパックエチルの含量（mg/kg）} \\ & B : \text{トリネキサパックの含量（mg/kg）} \end{aligned}$$

7．測定条件

HPLC

トリネキサパックエチルの試験

検出器：UV（波長 280 nm）

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径 5 μm） 内径 4～4.6 mm, 長さ 250 mm

カラム温度：40

移動相：アセトニトリル・酢酸・水混液（40：1：60）

保持時間の目安：11 分

トリネキサパックの試験

検出器：UV（波長 280 nm）

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径 5 μm） 内径 4～4.6 mm, 長さ 250 mm

カラム温度：40

移動相：アセトニトリル・酢酸・水混液（20：1：80）

保持時間の目安：15 分

8．定量限界

0.02 mg/kg

9．留意事項

試験法の概要

トリネキサパックエチル及びトリネキサパックを塩酸酸性下で試料からアセトンで抽出し、酢酸エチル・n-ヘキサン混液に転溶する。アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂した後、ベンゼン・スルホン・プロピルシリル化シリカゲルカラムで2画分に分けて溶出し、トリネキサパックエチル溶出画分についてはそのまま、トリネキサパック溶出画分についてはさらにシリカゲルミニカラムで精製した後、それぞれを HPLC(UV)で測定し、LC/MS で確認する方法である。

10．参考文献

- 1) 環境省告示第 32 号「トリネキサパックエチル試験法」(平成 12 年 4 月 28 日)
- 2) 上路ら編著「2002 年版残留農薬分析法」p.512-514、ソフトサイエンス社(2001)

11．類型

C

6. ファモキサドン試験法

1. 分析対象化合物

ファモキサドン

2. 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ (HPLC(UV))

液体クロマトグラフ・質量分析計 (LC/MS)

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、第1 食品の部 D 各条項の 穀類、豆類、果実、野菜、種実類、茶及びホップの2 穀類、豆類、果実、野菜、種実類、茶及びホップの成分規格の試験法の目の(2) 試薬・試液に示すものを用いる。

アセトニトリル 高速液体クロマトグラフ用に製造されたもの

メタノール 高速液体クロマトグラフ用に製造されたもの

ファモキサドン標準品 本品はファモキサドン 98%以上を含み、融点は 140～143 である。

4. 試験溶液調製法

1) 抽出

豆類の場合は、試料 10.0 g を量り採り、水 20 mL を加え、2 時間放置する。果実及び野菜の場合は、試料 20.0 g を量り採る。

これにアセトン 100 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、アセトン 50 mL を加え、ホモジナイズした後、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、40 以下で約 30 mL に濃縮する。これに 10%塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、n - ヘキサン 100 mL 及び 50 mL で 2 回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にエーテル・n - ヘキサン混液 (1 : 19) 5 mL を加えて溶かす。

2) 精製

シリカゲルカラムクロマトグラフィー

シリカゲルミニカラム(690 mg)に n - ヘキサン 5 mL を注入し、流出液は捨てる。1) で得られた溶液を注入し、流出液は捨てる。さらにエーテル・n - ヘキサン混液 (1 : 19) 10 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、エーテル・n - ヘキサン混液 (3 : 7) 20 mL を注入し、溶出液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン・n - ヘキサン混液 (1 : 19) 2 mL を加えて溶かす。

アミノプロピルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム(500 mg) にアセトン・n - ヘキサン混液 (1 : 19) 5 mL 及び n - ヘキサン 5 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。これに で得られた溶液を注入し、流出液は捨てる。さらに、アセトン・n - ヘキサン混液 (1 : 19) 8 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトン・n - ヘキサン混液 (1 : 9) 20 mL を注入し、溶出液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にメタノール 2.5 mL を加えて溶かし、次いで、水 2.5 mL を加える。

オクタデシルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム(500 mg)にメタノール 5 mL 及び水 5 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。これに で得られた溶液を注入し、流出液は捨てる。さらに、水・メタノール混液 (1 : 1) 15 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル・水混液 (7 : 3) 8 mL を注入し、溶出液を 45 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトニトリル・水混液 (1 : 1) に溶解し、正確に 2 mL (豆類の場合は 1 mL) としたものを試験溶液とする。

5．検量線の作成

ファモキサドン標準品の 0.1～2 mg/L アセトニトリル・水混液（1：1）溶液を数点調製し、それぞれ 50 μL を HPLC に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

6．定量

試験溶液 50 μL を HPLC に注入し、5 の検量線でファモキサドンの含量を求める。

7．測定条件

HPLC

検出器：UV（波長 230 nm）

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径 5 μm） 内径 4.6 mm、長さ 150 mm

カラム温度：40

移動相：アセトニトリル・水混液（1：1）

保持時間の目安：約 16～17 分

8．定量限界

0.01 mg/kg

9．留意事項

試験法の概要

ファモキサドンを試料からアセトンで抽出し、n - ヘキサンに転溶した後、シリカゲルミニカラム、アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム及びオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムで精製を行い、HPLC(UV)で測定し、LC/MS で確認する方法である。

2) 注意点

アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラムはメーカーにより性能が異なるので注意を要する。標準品を用いて予め溶出試験を行う。

アミノプロピルシリル化シリカゲルカラムからの溶出液の濃縮残留物は、メタノールに溶解した後に、水を加える。水・メタノール混液（1：1）を直接加えると残留物がガラス面に固着して溶解しない場合がある。

10．参考文献

1) 環境庁告示第 32 号「ファモキサドン試験法」(平成 12 年 4 月 28 日)

2) 上路ら編著「2002 年版残留農薬試験法」p.225-226、ソフトサイエンス社(2001)

11．類型

C

7. フェノキサプロップエチル試験法

1. 分析対象化合物

フェノキサプロップエチル

フェノキサプロップ P エチル

フェノキサプロップ

フェノキサプロップ P

6-クロロ-2,3-ジヒドロベンゾオキサゾール-2-オン (以下 CDHB という。)

2. 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ (HPLC(UV))

液体クロマトグラフ・質量分析計 (LC/MS)

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、第 1 食品の部 D 各条項の 穀類、豆類、果実、野菜、種実類、茶及びホップの 2 穀類、豆類、果実、野菜、種実類、茶及びホップの成分規格の試験法の目の(2) 試薬・試液に示すものを用いる。

フェノキサプロップエチル標準品 本品はフェノキサプロップエチル 98%以上を含み、融点は 85～87 である。

4. 試験溶液調製法

1) 抽出

穀類、豆類及び種実類の場合

試料 10.0 g を量り採り、水 20 mL を加え、2 時間放置する。

これにアセトニトリル 100 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、アセトニトリル 50 mL を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過を行う。得られたろ液を合わせて、40 以下で約 30 mL まで濃縮する。これに塩化ナトリウム 20 g 及び 0.5 mol/L 塩酸 100 mL を加え、酢酸エチル・n - ヘキサン混液 (3 : 7) 100 mL 及び 50 mL で 2 回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。

この残留物に n - ヘキサン 30 mL を加え、n - ヘキサン飽和アセトニトリル 30 mL ずつで 2 回振とう抽出する。抽出液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。

果実及び野菜の場合

試料 20.0 g にアセトニトリル 100 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、アセトニトリル 50 mL を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過を行う。得られたろ液を合わせて、40 以下で約 30 mL まで濃縮する。これに塩化ナトリウム 20 g 及び 0.5 mol/L 塩酸 100 mL を加え、酢酸エチル・n - ヘキサン混液 (3 : 7) 100 mL 及び 50 mL で 2 回振とう抽出する。抽出液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。

2) 加水分解

1) で得られた残留物に 0.5 mol/L 塩酸 10 mL を加え、密栓し、時々振り混ぜながら、50 で 30 分間加温する。これに 10%塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、酢酸エチル・n - ヘキサン混液 (3 : 7) 100 mL 及び 50 mL で 2 回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。

3) 精製

2) で得られた残留物に n - ヘキサン 5 mL を加えて溶かす。

グリセリルプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (360 mg) () の下にトリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル及びベンゼンスルホン酸シリル化シリカゲル混合ミニカラム (600 mg) () を連結し、n - ヘキサン 10 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに上記の溶液

を注入し、流出液は捨てる。さらに、*n*-ヘキサン 10 mL 及びアセトン・*n*-ヘキサン混液 (1 : 19) 30 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。ミニカラム () を取り外して捨て、ミニカラム () にアセトン・*n*-ヘキサン混液 (1 : 1) 30 mL を注入し、溶出液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトニトリルに溶解し、1 mL としたものを試験溶液とする。但し、対象農作物が大豆、えだまめ、いんげんの場合は、アセトニトリルの代わりに *n*-ヘキサン 5 mL に溶かし、さらに、次の精製を追加する。

クロマトグラフ管(内径 15 mm)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 5 g を *n*-ヘキサンに懸濁させて充てんし、上に無水硫酸ナトリウム約 5 g を積層する。このカラムに、上で得られた溶液を注入し、流出液は捨てる。さらに *n*-ヘキサン 10 mL 及びアセトン・*n*-ヘキサン混液 (1 : 19) 150 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。次いで、アセトン・*n*-ヘキサン混液 (3 : 7) 150 mL を注入し、溶出液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトニトリルに溶解し、正確に 1 mL としたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

フェノキサプロップエチル標準品の 100 mg/L アセトン溶液を調製し、この 1 mL を採り、室温で窒素ガスを通じて溶媒を除去する。この残留物について、4 の 2) と同様の操作を行い、その残留物にアセトニトリルを加えて溶かし、50 mL とする。この溶液をアセトニトリルで希釈し、フェノキサプロップエチルの 0.1 ~ 2 mg/L アセトニトリル溶液を数点調製し、それぞれ 20 μ L を HPLC に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液 20 μ L を HPLC に注入し、5 の検量線でフェノキサプロップエチルの含量を求める。

7. 測定条件

1) HPLC

検出器 : UV (波長 235 nm)

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

カラム温度 : 40

移動相 : アセトニトリル・0.01 %トリクロロ酢酸混液 (3 : 7) から (1 : 0) までの濃度勾配を 30 分間で行う。

保持時間の目安 : 10 分

2) LC/MS

カラム : オクタデシルシリル化シリカゲル (粒径 3 μ m) 内径 2 mm、長さ 150 mm

カラム温度 : 40

移動相 : 0.2%酢酸含有アセトニトリル・0.2%酢酸混液 (3 : 97) から (97 : 3) までの濃度勾配を 10 分間で行う。

イオン化モード : ESI ()

主なイオン : m/z 168、170

保持時間の目安 : 10 分

8. 定量限界

0.05 mg/kg

9. 留意事項

1) 試験法の概要

フェノキサプロップエチル、フェノキサプロップ P エチル、それらの代謝物であるフェノキサプロップ、フェノキサプロップ P 及び CDHB を試料からアセトニトリルで抽出し、酢酸エチル・*n*-ヘキサン混液に転溶する。果実、野菜はそのまま、穀類等はアセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂した後、塩酸で加水分解し、フェノキサプロップエチル及びフェノキサプロップを CDHB

に変換する。グリセリルプロピルシリル化シリカゲルミニカラム、トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲルとベンゼンスルホン酸シリル化シリカゲル混合ミニカラム及び合成ケイ酸マグネシウムカラムで精製した後、CDHB を HPLC(UV)で測定し、LC/MS で確認する方法である。

2) 注意点

7 に示した HPLC 測定条件で、フェノキサプロップエチル及びフェノキサプロップも同時に検出可能である。保持時間は、CDHB 約 10 分、フェノキサプロップ約 17 分、フェノキサプロップエチル約 24 分である。

4 の 2) に示した操作によるフェノキサプロップエチルから CDHB の変換率は 95%程度である。CDHB 標準品が入手できる場合は、CDHB の検量線を作成し、CDHB を定量し、次式により、フェノキサプロップエチルの含量を求めることができる。

$$\begin{aligned} & \text{フェノキサプロップエチル(フェノキサプロップ及び CDHB を含む)の含量} \\ & = \text{CDHB の含量} \times 2.13 \end{aligned}$$

ここに示された定量限界値より基準値が低い作物については、試験溶液をさらに濃縮する、又は試料量を増やす等の方法で対応する。

フェノキサプロップエチルは、本試験法で加水分解して生成される CDHB として測定することができる。

10. 参考文献

- 1) 環境省告示第 7 号「フェノキサプロップエチル試験法」(昭和 63 年 3 月 24 日)
- 2) Y.Hirahara, et. al., J. Food Hyg. Soc. Japan, 36, 289-292, 1995

11. 類型

C

8. フェントラザミド試験法

1. 分析対象化合物

フェントラザミド

1-(2-クロロフェニル)-4,5-ジヒドロ-1H-テトラゾール-5-オン（以下「CPT」という。）

2. 装置

アルカリ熱イオン化検出器付きガスクロマトグラフ（GC(FTD)）又は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ（GC(NPD)）

ガスクロマトグラフ・質量分析計(GC/MS)

3. 試薬・試液

次に示すもの以外は、第1 食品の部D 各条項の 穀類、豆類、果実、野菜、種実類、茶及びホップの2 穀類、豆類、果実、野菜、種実類、茶及びホップの成分規格の試験法の目的(2) 試薬・試液に示すものを用いる。

水素化ナトリウム ヘキサンで洗浄し、同溶媒中に保存したもの

ヨウ化メチル 特級試薬

CPT 標準品 本品はCPT97%以上を含み、融点は120 である。

4. 試験溶液調製法

1) 抽出

試料 10.0g を量り取り、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、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン 50 mL を加え、ホモジナイズした後、上記と同様にろ過して、得られたろ液を合わせ、40 以下で約 30 mL に濃縮する。これに 10%塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、酢酸エチル・n - ヘキサン混液(1:1) 100 mL 及び 50 mL で2 回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。

この残留物に n - ヘキサン 30 mL を加え、n - ヘキサン飽和アセトニトリル 30 mL ずつで3 回振とう抽出する。抽出液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に酢酸エチル・n - ヘキサン混液(1:9) 5 mL を加えて溶かす。

2) 精製(I)

クロマトグラフ管(内径 15mm)に、カラムクロマトグラフィー用シリカゲル(粒径 150~425 μm) 5 g を n - ヘキサンに懸濁させて充てんし、上に無水硫酸ナトリウム約 5g を積層する。このカラムに1) で得られた溶液を注入し、流出液は捨てる。さらに、酢酸エチル・n - ヘキサン混液(1:9) 50 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、酢酸エチル・n - ヘキサン混液(1:4) 80 mL を注入し、溶出液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。

3) 加水分解

2) で得られた残留物にエタノール 4 mL を加えて溶かし、12 mol/L 塩酸 16 mL を加える。これに還流冷却器を取り付けて、90 以上の水浴中で1 時間加熱した後、放冷する。加水分解した溶液に 10%塩化ナトリウム溶液 40 mL を加え、酢酸エチル 30 mL ずつで2 回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。

4) メチル化

3) で得られた残留物に n - ヘキサン 0.5 mL を加えて溶かす。これにジメチルスルホキシド 0.5 mL、水素化ナトリウム約 20 mg 及びヨウ化メチル 0.5 mL を加え、栓をして時々振り混ぜながら室温で 15 分間放置する。次いで、蒸留水 10 mL を徐々に滴下して加え、水素ガスの発生が止まった後、反応液に蒸留水 10 mL を加え、酢酸エチル 20 mL ずつで2 回振とう抽出する。抽

出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。

5) 精製(Ⅱ)

4) で得られた残留物に酢酸エチル・n - ヘキサン混液 (1 : 9) 5 mL を加えて溶かす。

シリカゲルミニカラム (690 mg) に酢酸エチル・n - ヘキサン混液 (1 : 9) 5 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに上記の溶液を注入し、流出液は捨てる。さらに、酢酸エチル・n - ヘキサン混液 (1 : 9) 10 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、酢酸エチル・n - ヘキサン混液 (1 : 4) 20 mL を注入し、溶出液を 40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトンに溶解し、正確に 2 mL としたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

CPT 標準品の 500 mg/L アセトン溶液を調製し、この 1 mL を 100 mL のナス型フラスコに取り、室温で窒素ガスを通じて溶媒を除去する。以下、この残留物について 4 の 4) メチル化と同様の操作を行い、その残留物にアセトンを加えて溶かし、50 mL とする。この溶液をアセトンで希釈し、0.025 ~ 1 mg/L アセトン溶液を数点調製し、それぞれ 2 µL を GC に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液 2 µL を GC に注入し、5 の検量線で CPT の含量を求め、次式によりフェントラザミドの含量を求める。

$$\text{フェントラザミドの含量 (mg/kg)} = \text{CPT の含量 (mg/kg)} \times 1.78$$

7. 測定条件

GC

検出器：FTD又はNPD

カラム：5%フェニル - メチルシリコン 内径 0.25 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25 µm

カラム温度：50 (1分) - 25 /分 - 280 (1分)

注入口温度：250

検出器温度：280

キャリアーガス：ヘリウム

保持時間の目安：10 分

8. 定量限界

0.01 mg/kg

9. 留意事項

試験法の概要

フェントラザミドを試料からアセトンで抽出し、酢酸エチル・n - ヘキサン混液に転溶する。アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂した後、シリカゲルカラムで精製する。加水分解してフェントラザミドを CPT とした後、ヨウ化メチルでメチル化する。シリカゲルミニカラムで再度精製した後、GC(FTD)又は GC(NPD)で測定し、GC/MS で確認する方法である。

10. 参考文献

環境省告示第 80 号「フェントラザミド試験法」(平成 12 年 12 月 21 日)

11. 類型

C

9. フルアジナム試験法

1. 分析対象化合物

フルアジナム

2. 装置

電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフ(GC(ECD))

ガスクロマトグラフ・質量分析計 (GC/MS)

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、第1 食品の部 D 各条項の 穀類、豆類、果実、野菜、種実類、茶及びホップの2 穀類、豆類、果実、野菜、種実類、茶及びホップの成分規格の試験法の目の(2) 試薬・試液に示すものを用いる。

フルアジナム標準品 本品はフルアジナム 98%以上を含み、融点は115～117 である。

4. 試験溶液調製法

1) 抽出

穀類及び豆類の場合

試料 20.0 g を量り採り、水 40 mL を加え、2 時間放置する。

これにアセトン 100 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、アセトン 50 mL を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過を行う。得られたろ液を合わせ、アセトンを加えて正確に 200 mL とする。

この溶液から 40 mL を採り、10%塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、n - ヘキサン 50 mL ずつで2 回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。

この残留物に n - ヘキサン 30 mL を加え、n - ヘキサン飽和アセトニトリル³ 30 mL で2 回振とう抽出する。抽出液を濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にエーテル・n - ヘキサン混液(1 : 1) 5 mL を加えて溶かす。

果実、野菜及び茶の場合

果実及び野菜の場合は試料 20.0 g を量り採る。茶の場合は 5.0 g を量り採り、水 10 mL を加え、2 時間放置する。

これにアセトン 100 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、アセトン 50 mL を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過を行う。得られたろ液を合わせ、アセトンを加えて正確に 200 mL とする。

この溶液から 40 mL を採り、10%塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、n - ヘキサン 50 mL ずつで2 回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にエーテル・n - ヘキサン混液(1 : 1) 5 mL を加えて溶かす。

2) 精製

クロマトグラフ管(内径 15 mm) 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 - ヘキサンに懸濁させて充てんし、上に無水硫酸ナトリウム約 5 g を積層する。このカラムに、1) で得られた溶液を注入した後、エーテル・n - ヘキサン混液(1 : 1) 200 mL を注入する。溶出液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物を n - ヘキサンに溶解し、正確に 2 mL としたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

フルアジナム標準品の 0.01～1 mg/L ヘキサン溶液を数点調製し、それぞれ 4 μ L を GC に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

6．定量

試験溶液 4 μL を GC に注入し、5 の検量線でフルアジナムの含量を求める。

7．測定条件

1) GC

検出器：ECD

カラム充填剤：担体に対して 2%ジエチレングリコールと 0.5%リン酸を含ませたもの

カラム：内径 3 mm、長さ 1 ~ 2 m のガラス管

カラム温度：200

注入口温度：250

検出器温度：280

キャリアーガス：高純度窒素ガス

保持時間の目安：8 分

2) GC/MS

カラム：5%フェニル - メチルシリコン 内径 0.25 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25 μm

カラム温度：60 (2 分) - 10 /分 - 280 (5 分)

注入口温度：250

キャリアーガス：ヘリウム

保持時間の目安：16.5 分

8．定量限界

0.01 mg/kg

9．留意事項

1) 試験法の概要

フルアジナムを試料からアセトンで抽出し、n - ヘキサンに転溶する。果実、野菜、茶はそのまま、穀類、豆類はアセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂した後、合成ケイ酸マグネシウムカラムで精製し、GC(ECD)で測定、GC/MS で確認する方法である。

2) 留意点

アセトニトリル分配は 1 回でほぼ 100%回収される。

フルアジナムは GC において熱分解しやすく、充填剤によっては、良好なピーク形状および感度が得られないことがあり、2%DEGS + 0.5%リン酸(クロモソルブ WAW 60~80 メッシュ)で良好なピーク形状および感度が得られる。

10．参考文献

1) 環境省告示「フルアジナム試験法」

2) 農薬残留分析法研究班編「最新農薬の残留分析法」p.309-310、中央法規出版(1995)

11．類型

C

10．フルミオキサジン試験法

1．分析対象化合物

フルミオキサジン

2．装置

アルカリ熱イオン化検出器付きガスクロマトグラフ（GC（FTD））又は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ（GC（NPD））

ガスクロマトグラフ・質量分析計（GC/MS）

3．試薬・試液

次に示すもの以外は、第1 食品の部 D 各条項の 穀類、豆類、果実、野菜、種実類、茶及びホップの2 穀類、豆類、果実、野菜、種実類、茶及びホップの成分規格の試験法の目の(2) 試薬・試液に示すものを用いる。

フルミオキサジン標準品 本品はフルミオキサジン 99%以上を含み、融点は 201～204 である。

4．試験溶液調製法

1) 抽出

豆類の場合

試料 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、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン 50 mL を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過を行う。得られたろ液を合わせ、40 以下で約 30 mL に濃縮する。これに 10%塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、酢酸エチル・n - ヘキサン混液（1：4）100 mL 及び 50 mL で 2 回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。

この残留物に n - ヘキサン 30 mL を加え、n - ヘキサン飽和アセトニトリル 30 mL ずつで 3 回振とう抽出する。抽出液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン・n - ヘキサン混液（1：19）5 mL を加えて溶かす。

果実の場合

試料 20.0 g にアセトン 100 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、アセトン 50 mL を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過を行う。得られたろ液を合わせて、40 以下で約 30 mL に濃縮する。これに 10%塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、酢酸エチル・n - ヘキサン混液（1：4）100 mL 及び 50 mL で 2 回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン・n - ヘキサン混液（1：19）5 mL を加えて溶かす。

2) 精製

シリカゲルミニカラム（690 mg）の下に 合成ケイ酸マグネシウムミニカラム（900 mg）を連結したものにアセトン・n - ヘキサン混液（1：19）20 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに 1) で得られた溶液を注入し、流出液は捨てる。さらに、アセトン・n - ヘキサン混液（1：19）20 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトン・n - ヘキサン混液（3：17）20 mL を注入し、溶出液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトンに溶解し、正確に 2 mL（豆類の場合は 1 mL）としたものを試験溶液とする。

5．検量線の作成

フルミオキサジン標準品の 0.1～2 mg/L アセトン溶液を数点調製し、それぞれ 1 µL を GC に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

6．定量法

試験溶液 1 μL を GC に注入し、5 の検量線でフルミオキサジンの含量を求める。

7．測定条件

1) GC

検出器：FTD 又は NPD

カラム：5%フェニル - メチルシリコン 内径 0.25 mm 長さ 30 m 膜厚 0.25 μm

カラム温度：160 (2分) - 10 /分 - 190 (1分) - 2 /分 - 210 (2分) - 5 /分 - 240 (1分) - 10 /分 - 260 (22分)

注入口温度：250

検出器温度：250

キャリアーガス：ヘリウム

保持時間の目安：34 分

2) GC/MS

カラム：5%フェニル - メチルシリコン 内径 0.32 mm 長さ 30 m 膜厚 0.25 μm

カラム温度：60 (2分) - 15 /分 - 300 (10分)

注入口温度：320

キャリアーガス：ヘリウム

イオン化電圧：EI (70 eV)

主なイオン： m/z 354、287、259、207

保持時間の目安：19 分

8．定量限界

0.01 mg/kg

9．留意事項

1) 試験法の概要

フルミオキサジンを試料からアセトンで抽出し、酢酸エチル・n-ヘキサン混液に転溶する。シリカゲルミニカラムと合成ケイ酸マグネシウムミニカラムを連結したカラムで精製した後、GC (FTD) 又は GC (NPD) で測定し、GC/MS で確認する方法である。

2) 注意点

フルミオキサジンは n - ヘキサンに溶解しにくいので、アセトニトリル / ヘキサン分配では容器をアセトニトリルで 洗い込みながら行わないと回収率が低下する。

フルミオキサジンの GC 測定では、機種によって注入口の温度が低いとピークがかなり低くなる場合があるので注意する。

シリカゲルミニカラムと合成ケイ酸マグネシウムミニカラムを連結する場合どちらが前後でも良い。

りんご等のカラム精製の過程で、目づまりになった場合は途中でミニカラムの連結をシリカゲルと合成ケイ酸マグネシウムを入れ替えても良い。

10．参考文献

環境省告示第 32 号「フルミオキサジン試験法」(平成 12 年 4 月 28 日)

11．類型

C

11．マレイン酸ヒドラジド試験法

1．分析対象化合物

マレイン酸ヒドラジド

マレイン酸ヒドラジドグリコシド（以下、配糖体という。）

2．装置

アルカリ熱イオン化検出器付きガスクロマトグラフ（GC(FTD)）又は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ（GC(NPD)）

ガスクロマトグラフ・質量分析計（GC/MS）

3．試薬、試液

次に示すもの以外は、第1 食品の部 D 各条項の 穀類、豆類、果実、野菜、種実類、茶及びホップの2 穀類、豆類、果実、野菜、種実類、茶及びホップの成分規格の試験法の目の(2) 試薬・試液に示すものを用いる。

5 %含水合成ケイ酸マグネシウム カラムクロマトグラフィー用に製造した合成ケイ酸マグネシウム（粒径 150～250 μm ）を 130℃ で4 時間加熱した後、デシケーター中で放冷する。これに5 %含水となるように水を加えて、密栓し、混合して24 時間以上放置したもの。

マレイン酸ヒドラジド標準品 本品はマレイン酸ヒドラジド 99 %以上を含む。

4．試験溶液調製法

1) 加水分解、メチル化

試料 2.0 g に 2.4 mol/L 塩酸 20 mL を加え、冷却管を取り付け、沸騰水浴上で2 時間加熱還流する。

放冷後、これに 10 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 5 mL と硫酸ジメチル 1 mL を加え、発生するガスを時々抜きながら、室温で30 分間振とうする。反応液を酢酸エチル 50 mL 及び 30 mL で2 回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を 40℃ 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン・n - ヘキサン混液（1 : 4）1 mL を加えて溶かす。

2) 精製

クロマトグラフ管（内径 15 mm）に5 %含水合成ケイ酸マグネシウム 10 g を n - ヘキサンに懸濁させて充てんし、上に無水硫酸ナトリウム約 5 g を積層する。このカラムに、1) で得られた溶液を注入し、流出液は捨てる。さらに、アセトン・n - ヘキサン混液（1 : 4）50 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトン・n - ヘキサン混液（1 : 4）70 mL を注入し、溶出液にキーパーとしてトルエン 0.5 mL を加え、40℃ 以下で濃縮し、残留物をアセトンに溶解し、正確に 1 mL としたものを試験溶液とする。

5．検量線の作成

マレイン酸ヒドラジド標準品の 1～20 mg/L 0.1 mol/L 塩酸溶液を数点調製し、それぞれ 1 mL を採り、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 25 mL と硫酸ジメチル 1 mL を加え、発生するガスを時々抜きながら、室温で30 分間振とうする。反応液を酢酸エチル 50 mL 及び 30 mL で2 回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液にトルエン 0.5 mL を加え、40℃ 以下で濃縮し、残留物をアセトンに溶解し、正確に 1 mL としたものを検量線用溶液とする。2 μL を GC に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

6．定量

試験溶液 2 μL を GC に注入し、5 の検量線でマレイン酸ヒドラジドの含量を求める。

7. 測定条件

GC

検出器：FTD 又は NPD

カラム：50%フェニル-メチルシリコン 内径 0.53 mm、長さ 10 m、膜厚 2.0 μm

カラム温度：100 - 10 /分 - 200

注入口温度：200

検出器温度：250

キャリアーガス：ヘリウム

保持時間の目安：5 分

8. 定量限界

0.5 mg/kg

9. 留意事項

1) 試験法の概要

試料に塩酸を加えて加熱還流し、配糖体をマレイン酸ヒドラジドに加水分解する。マレイン酸ヒドラジドをアルカリ性下でメチル化した後、酢酸エチルで抽出する。5%含水合成ケイ酸マグネシウムカラムで精製し、GC(FTD)又は GC(NPD)で測定し、GC/MS で確認する方法である。

2) 注意点

マレイン酸ヒドラジドジメチルの酢酸エチルによる抽出率は約 30%である。そこでマレイン酸ヒドラジド標準品を試料と同様に操作したものを検量線用溶液として用いる。

本法の定量限界は 0.5 mg/kg である。残留基準値がこれより低い作物においては、試料量を増やすことにより対応する。

10. 類型

D (寺師朗子ら、食品衛生学雑誌、37、401-406(1996))

(別添)

食品中の残留農薬等試験法 (補足)

平成 1 6 年 2 月

厚生労働省医薬食品局食品安全部

分析上の注意事項

- (1) 有機溶媒は市販の残留農薬分析用試薬を使用することができる。HPLC の移動相としては、高速液体クロマトグラフ用溶媒を使用することが望ましい。
- (2) ミニカラムの一般名と代表的な商品名の例は別紙のとおりである。製品によって精製効果、目的物の吸着、溶出画分等が異なる場合がある。また、固相や管からの溶出物による測定妨害も考えられるので確認してから使用する。
- (3) 残留農薬分析用に調製された市販試薬は、一般的には使用前に溶媒で洗浄する必要はない。
- (4) 残留農薬分析用に調製されたカラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウムとして、フロリジル PR が市販されている。これを使用する場合にも使用前に 130 で活性化する必要がある。

(別紙)

ミニカラム等の一般名と代表的な商品名の例

	一般名	商品名
1	アクリルアミド共重合体結合グリセリルプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (360mg)	Sep-Pak Accell QMA
2	アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (360mg)	Sep-Pak Plus NH2
3	アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (500mg)	Sep-Pak Vac NH2, Bond Elut NH2
4	アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000mg)	Sep-Pak Vac NH2, Mega Bond Elut NH2
5	エチルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000mg)	Sep-Pak Vac tC2, Mega Bond Elut C2
6	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(500mg)	Bond Elut PSA
7	塩基性アルミナミニカラム(1,710mg)	Sep-Pak Plus Alumina B
8	オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (360mg)	Sep-Pak Plus C18
9	オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (500mg)	Sep-Pak Vac C18, Bond Elut C18
10	オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (850mg):	Sep-Pak Plus C18
11	オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000mg)	Sep-Pak Vac C18, Mega Bond Elut C18 「遮光」の場合はこれを遮光して用いる。
12	オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (5,000mg)	Sep-Pak Vac C18, Mega Bond Elut C18
13	活性炭ミニカラム(500mg)	Supelclean ENVI-CARB
14	カルボキシメチルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000mg)	Mega Bond Elut CBA

	一般名	商品名
15	グリセリルプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (360mg)	Sep-Pak Plus Diol
16	合成 ケイ 酸 マ グ ネ シ ウ ム ミ ニ カ ラ ム (900mg)	Sep-Pak Florisil(現在は 910mg 充填した Sep-Pak Plus が市販されている)
17	シクロヘキシルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000mg)	Mega Bond Elut CH 「遮光」 の場合はこれを遮光して用いる。
18	シクロヘキシルシリル化シリカゲルミニカラム (2,000mg)	Mega Bond Elut CH 「遮光」 の場合はこれを遮光して用いる。
19	シリカゲルミニカラム (500mg)	Bond Elut, Supelclean LC-Si
20	シリカゲルミニカラム (690mg)	Sep-Pak Plus Silica
21	シリカゲルミニカラム (1,000mg)	Sep-Pak Vac Silica
22	スチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラム (265mg)	Sep-Pak Plus PS-2
23	多孔性ケイソウ土カラム (20mL 保持用)	Chem Elut (Varian) , Extrelut-20 (Merck)
24	中性アルミナミニカラム (1,710mg)	Sep-Pak Plus Alumina N
25	トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム(500mg)	Bond Elut SAX
26	トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム(1,000mg)	Mega Bond Elut SAX
27	トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル及びベンゼンスルホン酸シリル化シリカゲル混合ミニカラム(200mg)	Bond Elut AccuCAT (SAX と SCX の混合物)
28	プロピルスルホニルシリル化シリカゲルミニカラム(1,000mg):	Bond Elut PRS
29	ベンゼンスルホニルプロピルシリル化シリカゲル (500mg)	Bond Elut SCX