

発出予定の試験法（案）の概要

試験法（案）	分析対象化合物	概要
LC/MS による農薬等の一斉試験法 I（農産物）の妥当性評価試験 P3～	・ EPN 含む 272 物質	LC/MS による農薬等の一斉試験法 I（農産物）の妥当性について 3 機関で検証を行い、9 食品中 6 食品以上で選択性、真度、併行精度、室間精度の目標値を満たした 106 物質を別表に追加し 272 物質とした。
アルベンダゾール試験法（畜産物） P18～	・ 代謝物 I 【5-プロピルスルホニル-1 <i>H</i> -ベンズイミダゾール-2-アミン】（塩酸酸性条件下の加水分解により代謝物 I に変換される化合物を含む。）	試料を塩酸酸性条件下で加熱した後、酢酸エチル及び <i>n</i> -ヘキサン（1：1）混液で脱脂し、代謝物 I をアセトニトリルで抽出する。塩基性条件下で塩析した後、スルホン酸塩修飾ジビニルベンゼン- <i>N</i> -ビニルピロリドン共重合体ミニカラムで精製し、液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）で定量及び確認する方法である。
ドキシサイクリン（畜産物） P21～	・ ドキシサイクリン	試料からエチレンジアミン四酢酸存在下アセトンで抽出し、アセトニリル／ヘキサン分配による脱脂後、エチレンジアミン- <i>N</i> -プロピルシリル化シリカゲルミニカラム及びスチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラムで精製し、LC-MS/MS で定量及び確認する方法である。
トリクラベンダゾール試験法（畜産物） P24～	・ トリクラベンダゾール ・ トリクラベンダゾールスルホキシド（代謝物 A） ・ トリクラベンダゾールスルホン（代謝物 B） ・ ケト-トリクラベンダゾール（代謝物 D） ・ 酸性条件下で代謝物 D に変換される代謝物（代謝物 A 及び代謝物 B を含む。）	試料を水酸化ナトリウム存在下 100℃で 3 時間加熱して加水分解した後、塩酸で酸性としてトリクラベンダゾール及び酸性条件下で代謝物 D に変換される代謝物を酢酸エチルで抽出する。アセトニトリル／ヘキサン分配で脱脂した後、エタノール及び酢酸混液の溶液とし、過酸化水素を加えて 90℃で 16 時間加熱して、トリクラベンダゾール及びその代謝物を代謝物 D に酸化する。酸化反応後の溶液から酢酸エチル及び <i>n</i> -ヘキサン混液で抽出した後、スルホン酸塩修飾ジビニルベンゼン- <i>N</i> -ビニルピロリドン共重合体ミニカラムで精製した後、LC-MS/MS で定量及び確認する方法である。なお、代謝物 D について定量を行い、代謝物 D の含量に換算係数を乗じてトリクラベンダゾール（酸性条件下で代謝物 D に変換される代謝物を含む）の含量に変換したものを分析値とする。

ホスホマイシン試験法 (畜水産物) P28～	・ホスホマイシン	試料からメタノールを用いて抽出し、 <i>n</i> -ヘキササンで洗浄した後、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム及び3級アルキルアミン修飾ジビニルベンゼン- <i>N</i> -ビニルピロリドン共重合体ミニカラムで精製し、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。
------------------------------	----------	--

LC/MSによる農薬等の一斉試験法 I (農産物)

1. 分析対象化合物

穀類、豆類、種実類、果実及び野菜の場合は別表 1 参照

茶及びホップの場合は別表 2 参照

2. 適用食品

農産物

3. 装置

液体クロマトグラフ・質量分析計 (LC-MS) 又は液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計 (LC-MS/MS)

4. 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。

グラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム (500 mg/500 mg) 内径12~13 mmのポリエチレン製のカラム管に、上層にグラファイトカーボンを、下層にエチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルを各500 mg充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

0.5 mol/Lリン酸緩衝液 (pH 7.0) リン酸水素二カリウム (K_2HPO_4) 52.7 g及びリン酸二水素カリウム (KH_2PO_4) 30.2 gを量り採り、水約500 mLに溶解し、1 mol/L水酸化ナトリウム溶液又は1 mol/L塩酸を用いてpHを7.0に調整した後、水を加えて1 Lとする。

各農薬等標準品 各農薬等の純度が明らかなものを用いる。(各農薬等の個別試験法で、標準品の純度が示されている場合にはそれに従う。示されていない場合には、純度95%以上のものを使用することが望ましい。)

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 穀類、豆類及び種実類の場合

試料 10.0 g に水 20 mL を加え、30 分間放置する。これにアセトニトリル 50 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 20 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする。この溶液から正確に 20 mL を分取し、塩化ナトリウム 10 g 及び 0.5 mol/L リン酸緩衝液 (pH 7.0) 20 mL を加え、10 分間振とうする。静置した後、分離した水層を捨てる。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000 mg) にアセトニトリル10 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに上記のアセトニトリル層を注入し、更にアセトニトリル5 mLを注入する。全溶出液を採り、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液2 mLを加えて溶かす。

② 果実及び野菜の場合

試料 20.0 g にアセトニトリル 50 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 20 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする。この溶液から正確に 20 mL を分取し、塩化ナトリウム 10 g 及び 0.5 mol/L リン酸緩衝液 (pH 7.0) 20 mL を加え、10 分間振とうする。静置した後、分離した水層を捨てる。アセトニトリル層を 40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液 2 mL を加えて溶かす。

③ 茶及びホップの場合

試料 5.00 g に水 20 mL を加え、30 分間放置する。これにアセトニトリル 50 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 20 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする。この溶液から正確に 5 mL を分取し、アセトニトリル 15 mL を加え、更に塩化ナトリウム 10 g 及び 0.5 mol/L リン酸緩衝液 (pH 7.0) 20 mL を加え、10 分間振とうする。静置した後、分離した水層を捨てる。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000 mg) にアセトニトリル10 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに上記のアセトニトリル層を注入し、更にアセトニトリル5 mLを注入する。全溶出液を採り、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液2 mLを加えて溶かす。

2) 精製

① 穀類、豆類、種実類、果実及び野菜の場合

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) に、アセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液10 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに1) で得られた溶液を注入した後、アセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液20 mLを注入し、全溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をメタノールに溶かし、正確に4 mLとしたものを試験溶液とする。

② 茶及びホップの場合

グラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム (500 mg/500 mg) に、アセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液10 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに1) で得られた溶液を注入した後、アセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液20 mLを注入し、全溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をメタノールに溶かし、正確に1 mLとしたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

各農薬等の標準品を適切な溶媒に溶かして標準原液を調製する。各標準原液を適宜混合して適切な濃度範囲の各農薬等を含むメタノール溶液を数点調製し、それぞれLC-MS又はLC-MS/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。

7. 定量

試験溶液をLC-MS又はLC-MS/MSに注入し、6. の検量線で各農薬等の含量を求める。

8. 確認試験

LC-MS又はLC-MS/MSにより確認する。

9. 測定条件

(例)

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径2~2.1 mm、長さ150 mm、粒子径3~3.5 μm

カラム温度：40℃

移動相：A液及びB液について下表の濃度勾配で送液する。

A液：5 mmol/L酢酸アンモニウム溶液

B液：5 mmol/L酢酸アンモニウム・メタノール溶液

時間 (分)	A液 (%)	B液 (%)
0	85	15
1	60	40
3.5	60	40
6	50	50
8	45	55
17.5	5	95
35	5	95

イオン化モード：ESI（+）及びESI（-）
主なイオン（ m/z ）：別表1及び別表2参照
注入量：5 μ L
保持時間の目安：別表1及び別表2参照

10. 定量限界

別表1及び別表2参照

11. 留意事項

1) 試験法の概要

① 穀類、豆類及び種実類の場合

各農薬等を試料からアセトニトリルで抽出し、塩析で水を除いた後、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム及び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で精製し、LC-MS又はLC-MS/MSで定量及び確認する方法である。

② 果実及び野菜の場合

各農薬等を試料からアセトニトリルで抽出し、塩析で水を除いた後、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で精製し、LC-MS又はLC-MS/MSで定量及び確認する方法である。

③ 茶及びホップの場合

各農薬等を試料からアセトニトリルで抽出し、塩析で水を除いた後、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム及びグラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムで精製し、LC-MS又はLC-MS/MSで定量及び確認する方法である。

2) 注意点

① 別表は本法を適用できる化合物を五十音順に示したものであるが、規制対象となる品目には本法を適用できない代謝物等の化合物が含まれる場合があるので留意すること。また、保持時間の異なる異性体は、化合物名欄に個別に示した。

② 本試験法は別表に示した全ての化合物の同時分析を保証したものではない。化合物同士の相互作用による分解等及び測定への干渉等のおそれがあるため、分析対象とする化合物の組み合わせにおいてあらかじめこれらの点を検証する必要がある。

③ リン酸緩衝液の調製には、ナトリウム塩を使用しても良い。

④ アセトニトリル抽出液に添加する塩化ナトリウム(10 g)が多すぎる場合は、減らしてもよいが、十分に飽和する量を加える。

- ⑤ 塩析の際、エマルジョンが生成した場合は、毎分3,000回転で5分間遠心分離を行うと良い。
- ⑥ 濃縮し、溶媒を完全に除去する操作は、窒素気流を用いて穏やかに行う。
- ⑦ オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム精製後の溶出液あるいは塩析後のアセトニトリル層を濃縮する際に水が残る場合は、アセトニトリルを5 mL程度加え、40°C以下で濃縮すると良い。
- ⑧ 果実及び野菜の場合において精製が不足する場合、必要に応じて穀類、豆類、種実類及び茶の場合と同様に、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムによる精製を行っても良い。
- ⑨ 果実、野菜、穀類、豆類及び種実類の場合においても、検証を行えばグラファイトカーボン/エチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムを使用することが可能である。
- ⑩ LC-MS又はLC-MS/MSの感度によっては、試験溶液を更にメタノールで希釈しても良い。
- ⑪ 特にメタノール溶液中では不安定な農薬等があるため、測定は試験溶液の調製後速やかに行う。また、検量線用溶液は用時調製する。
- ⑫ 正確な測定値を得るためには、マトリックス添加標準溶液又は標準添加法を用いることが必要な場合がある。
- ⑬ 定量限界は、使用する機器、試験溶液の濃縮倍率及び試験溶液の注入量により異なるので、必要に応じて最適条件を検討する。
- ⑭ LC-MS又はLC-MS/MS測定では、試料中の夾^{きょうざつ}雑成分のキャリーオーバーの影響を軽減させるため、分析対象化合物の溶出終了後に移動相のメタノール濃度を上げてカラムを洗浄すると良い。
- ⑮ チオジカルブは、作物の種類によっては前処理中にメソミルに変化する。
- ⑯ 抹茶以外の茶について別途試験法が示されている場合にはそれに従うこと。
- ⑰ 試験法開発時に検討した食品：玄米、大豆、らっかせい、ハウレンソウ、キャベツ、ばれいしょ、なす、オレンジ、りんご、茶（煎茶、抹茶、烏龍茶、紅茶）

12. 参考文献

Fillion, J., et.al., Multiresidue method for the determination of residues of 251 pesticides in fruits and vegetables by gas chromatography/mass spectrometry and liquid chromatography with fluorescence detection, Journal of AOAC International, 83, 698-713, 2000

13. 類型

C

(別表1)LC/MSによる農薬等の一斉試験法 I (農産物): 穀類、豆類、種実類、果実及び野菜

品目	分析対象化合物 ¹⁾	相対保持時間 ²⁾	主なイオン(m/z) ³⁾						定量限界(mg/kg) ⁴⁾
XMC	XMC	0.91	+180→123	+180→108					0.01
アザフェニジン	アザフェニジン	1.00	+338→299	+338→264					0.01
アシベンゾラル-S-メチル	アシベンゾラル-S-メチル	1.10	+211→136	+211→91					0.01
アジンホスメチル	アジンホスメチル	1.04	+318→160	+318→132	+318→77				0.01
アセタミプリド	アセタミプリド	0.41	+223→126	+223→90	+223→56				0.01
アゾキシストロビン	アゾキシストロビン	1.08	+404→372	+404→344	+404→329				0.01*
アニコホス	アニコホス	1.22	+368→199	+368→125					0.01
アミスルプロム	アミスルプロム	1.35	+468→229	+468→108	+466→227	+466→108			0.01
アラマイト	アラマイト	1.45	+352→255	+352→191	+352→91	+352→57			0.01
アルジカルブ及びアルドキシカルブ	アルジカルブ	0.64	+208→116	+208→115	+208→89				0.01*
イソウロン	イソウロン	0.76	+212→167	+212→72					0.01*
イソキサチオン	イソキサチオン	1.34	+341→105	+341→97					0.01*
イプロジオン	N-(3,5-ジクロロフェニル)-3-イソプロピル-2,4-ジオキソイミダゾリジン-1-カルボキサミド (イプロジオン代謝物)	1.31	+330→143	+330→101	-330→141	-328→141	-328→99		0.01*
イプロバリカルブ	イプロバリカルブ	1.20	+321→203	+321→119					0.01
イマザリル	イマザリル	1.27	+299→161	+297→255	+297→159				0.01*
イミシアホス	イミシアホス	0.76	+305→235	+305→201					0.01
イミダクロプリド	イミダクロプリド	0.40	+256→209	+256→175					0.01*
インダノファン	インダノファン	1.23	+341→187	+341→175					0.01
インドキサカルブ	インドキサカルブ	1.38	+528→203	+528→150					0.01
エチプロール	エチプロール	1.13	+397→351	+397→255					0.01
エトキサゾール	エトキサゾール	1.46	+360→304	+360→177	+360→141				0.01
オキサジアルギル	オキサジアルギル	1.26	+358→341	+358→223	+358→151	+341→258	+341→223		0.01
オキサジクロメホン	オキサジクロメホン	1.42	+376→190	+376→161					0.01
オキサミル	オキサミル	0.32	+237→90	+237→72					0.01
オキシカルボキシ	オキシカルボキシ	0.54	+268→175	+268→147					0.01
カルバリル	カルバリル	0.88	+202→145	+202→127					0.01*
カルフェントラゾンエチル	カルフェントラゾンエチル	1.21	+412→366	+412→346					0.01*
カルプロバミド	カルプロバミド	1.26	+336→139	+336→103	+334→139	+334→103			0.01
カルボフラン	カルボフラン	0.82	+222→165	+222→123					0.01*
	3-ヒドロキシカルボフラン	0.48	+255→220	+255→163	+238→220	+238→181	+238→163		0.01*
キザロホップ	キザロホップエチル	1.34	+373→299	+373→271	+373→91				0.01
	キザロホップPテフリル	1.36	+429→299	+429→85					0.01
キノキシフェン	キノキシフェン	1.49	+308→197	+308→162					0.01
クミルロン	クミルロン	1.16	+303→185	+303→125					0.01
クレソキシムメチル	クレソキシムメチル	1.29	+331→314	+331→116	+314→267	+314→222	+314→131	+314→116	0.01*
クロマフェノジド	クロマフェノジド	1.21	+395→339	+395→175	+395→147	+395→91			0.01
クロメブロップ	クロメブロップ	1.44	+324→203	+324→148	+324→120				0.01
クロルピリホス	クロルピリホス	1.48	+350→198	+350→97					0.01
クロルフェンビンホス	クロルフェンビンホス (E体)	1.35	+361→155	+361→99	+359→170	+359→155	+359→127		0.01*
クロルブファム	クロルブファム	1.10	+224→172	+224→154					0.01
クロロクソン	クロロクソン	1.19	+291→218	+291→164	+291→72				0.01
シアゾファミド	シアゾファミド	1.20	+327→108	+325→261	+325→108				0.01
ジウロン	ジウロン	1.01	+233→160	+233→72					0.01*
ジエトフェンカルブ	ジエトフェンカルブ	1.10	+268→226	+268→124					0.01
シエノピラフェン	シエノピラフェン	1.44	+394→310	+394→254					0.01
シクロエート	シクロエート	1.34	+216→154	+216→83					0.01
ジフェノコナゾール	ジフェノコナゾール (異性体1,2)	1.36	+406→251	+406→111					0.01
ジフルフェニカン	ジフルフェニカン	1.31	+395→266	+395→246	+395→238	-393→329	-393→272		0.002
ジフルベンズロン	ジフルベンズロン	1.18	+311→158	+311→141					0.01*
シプロジニル	シプロジニル	1.28	+226→108	+226→93	+226→92				0.01
シメコナゾール	シメコナゾール	1.19	+294→135	+294→73	+294→70				0.01
ジメタメリン	ジメタメリン	1.26	+256→186	+256→91	+256→68				0.01
ジメチリモール	ジメチリモール	0.94	+210→140	+210→71					0.01
ジメエート	ジメエート	0.42	+230→199	+230→125					0.01*
ジメモルフ	ジメモルフ (E体)	1.14	+388→301	+388→165					0.01
	ジメモルフ (Z体)	1.18	+388→301	+388→165					0.01
シモキサニル	シモキサニル	0.56	+199→128	+199→111					0.01*
シラフルオフェン	シラフルオフェン	1.67	+426→287	+426→168					0.01
スピノサド	スピノシン A	1.55	+733→142	+733→98	+732→142	+732→98			0.01*
スピロジクロフェン	スピロジクロフェン	1.53	+411→313	+411→71					0.01
ターバシル	ターバシル	0.82	-215→159	-215→73					0.01
ダイムロン	ダイムロン	1.14	+269→151	+269→119	+269→91				0.01
チアクロプリド	チアクロプリド	0.58	+255→128	+253→126	+253→90	+253→73			0.01
チアジニル	チアジニル	1.19	+268→101	-266→238	-266→71	-266→56			0.01
チアベンダゾール	チアベンダゾール	0.63	+202→175	+202→131					0.01*
チアトキサム	チアトキサム	0.36	+292→211	+292→181					0.01
チオジカルブ及びメソミル	メソミル	0.40	+163→106	+163→88					0.01*
テトラクロルビンホス	テトラクロルビンホス (Z体)	1.24	+367→206	+367→127					0.01
テトラコナゾール	テトラコナゾール	1.17	+372→159	+372→70					0.01
テブコナゾール	テブコナゾール	1.29	+308→125	+308→70					0.01
テブフェノジド	テブフェノジド	1.27	+353→297	+353→133	+353→105				0.01
テフルベンズロン	テフルベンズロン	1.38	+381→158	+381→141					0.01*
トリアジメノール	トリアジメノール	1.21	+296→99	+296→70					0.01*
トリアジメホン	トリアジメホン	1.18	+294→197	+294→69					0.01*
トリクラミド	トリクラミド	1.29	+340→266	+340→121	-340→304	-340→119	-338→146	-338→117	0.01*
トリチコナゾール	トリチコナゾール	1.18	+318→125	+318→70					0.01
トリデモルフ	トリデモルフ (異性体1, 2)	1.69	+299→130	+299→57	+298→130	+298→98			0.01*
	トリフルミゾール	1.33	+346→278	+346→73					0.01*
トリフルミゾール	4-クロロ- α , α -トリフルオロ-N-(1-アミノ-2-プロポキシエチリデン)-o-トルイジン (トリフルミゾール代謝物)	1.18	+295→278	+295→215	+295→73	+295→72	+295→55		0.01*

品目	分析対象化合物 ¹⁾	相対保持時間 ²⁾	主なイオン(m/z) ³⁾					定量限界(mg/kg) ⁴⁾
トリフルムロン	トリフルムロン	1.34	+359→156	+359→139				0.01*
トリフロキシストロピン	トリフロキシストロピン	1.31	+409→186	+409→145				0.01
トリホリン	トリホリン(異性体-1)	1.03	+437→392	+435→390	+435→215	+435→98		0.01*
	トリホリン(異性体-2)	1.06	+437→392	+435→390	+435→215	+435→98		0.01*
トルフェンピラド	トルフェンピラド	1.37	+384→197	+384→154	+384→145	+384→91		0.01
ナプロアニリド	ナプロアニリド	1.23	+292→171	+292→120				0.01
ノバルロン	ノバルロン	1.36	+493→158	+493→141	-491→471			0.01
バーバン	バーバン	1.14	+275→178	+258→178	+258→143	+258→87		0.01
バクロトラゾール	バクロトラゾール	1.15	+294→125	+294→70				0.01
ビテルタノール	ビテルタノール	1.26	+338→269	+338→99	+338→70			0.01
ピペロニルブトキシド	ピペロニルブトキシド	1.46	+356→177	+356→119				0.01*
ピラクロストロピン	ピラクロストロピン	1.29	+390→163	+388→194	+388→164	+388→163	+388→105	0.01
ピラクロニル	ピラクロニル	0.87	+315→276	+315→241	+315→169			0.01
ピラクロホス	ピラクロホス	1.34	+361→257	+361→138				0.01
ピラゾキシフェン	ピラゾキシフェン	1.31	+403→105	+403→91				0.01
ピラゾホス	ピラゾホス	1.27	+374→222	+374→194				0.01*
ピラゾリネート	ピラゾリネート	1.35	+439→173	+439→91				0.01*
ピリダベン	ピリダベン	1.50	+366→309	+366→147	+365→309	+365→147		0.01
ピリフタリド	ピリフタリド	1.07	+319→179	+319→139	+319→83			0.01
ピリプチカルブ	ピリプチカルブ	1.39	+331→190	+331→181	+331→133	+331→108		0.01
ピリミカーブ	ピリミカーブ	0.94	+239→182	+239→72				0.01
ピリミノバックメチル	ピリミノバックメチル(E体)	1.14	+362→330	+362→284				0.01
ピリミホスメチル	ピリミホスメチル	1.35	+306→164	+306→108				0.01*
ファモキサドン	ファモキサドン	1.24	+392→331	+392→238				0.01
フェノキサプロップエチル	フェノキサプロップエチル	1.41	+362→288	+362→91				0.01*
フェノキシカルブ	フェノキシカルブ	1.27	+302→116	+302→115	+302→88			0.01*
フェノブカルブ	フェノブカルブ	1.02	+208→152	+208→95				0.01
フェリムゾン	フェリムゾン(E体)	1.13	+255→132	+255→91				0.01
	フェリムゾン(Z体)	1.06	+255→132	+255→124	+255→91			0.01
フェンアミドン	フェンアミドン	1.12	+312→236	+312→92				0.01
フェンスルホチオン	フェンスルホチオン	0.93	+309→281	+309→280	+309→173	+309→157		0.01
フェンピロキシメート	フェンピロキシメート(E体)	1.48	+422→366	+422→214	+422→135			0.01*
	フェンピロキシメート(Z体)	1.42	+422→366	+422→214	+422→135			0.01*
フェンプロピモルフ	フェンプロピモルフ	1.62	+305→147	+305→98	+304→147	+304→130		0.01*
フェンメディファム	フェンメディファム	1.06	+318→168	+318→136				0.01
ブタクロール	ブタクロール	1.40	+313→238	+313→162	+312→238	+312→162	+312→57	0.01
ブタフェナシル	ブタフェナシル	1.13	+492→331	+492→180				0.01
ブプロフェジン	ブプロフェジン	1.45	+306→201	+306→106	+306→57			0.01
フラチオカルブ	フラチオカルブ	1.37	+383→252	+383→195	+383→167			0.01*
フラムプロップメチル	フラムプロップメチル	1.18	+336→105	+336→77				0.01
フラメトピル	フラメトピル	0.96	+335→289	+335→157	+334→290	+334→157		0.01*
フルオピコリド	フルオピコリド	1.09	+385→175	+385→173	+383→173	+383→109		0.01
フルオメツロン	フルオメツロン	0.84	+233→160	+233→72	+233→46			0.01*
フルジオキシニル	フルジオキシニル	1.14	-247→180	-247→126				0.01*
フルシラゾール	フルシラゾール	1.26	+316→247	+316→165				0.01
フルトリアホール	フルトリアホール(異性体1)	0.86	+302→123	+302→109	+302→70			0.01
	フルトリアホール(異性体2)	0.96	+302→123	+302→109	+302→70			0.01
フルフェナセット	フルフェナセット	1.19	+364→194	+364→152				0.01
フルフェノクスロン	フルフェノクスロン	1.45	+489→158	+489→141				0.01
フルベンジアミド	フルベンジアミド	1.20	-681→272	-681→254				0.01
フルミオキサジン	フルミオキサジン	0.98	+372→355	+372→327	+355→327	+355→299	+355→79	0.01
フルリドン	フルリドン	1.08	+330→310	+330→259				0.01
プロクロラズ	プロクロラズ	1.34	+378→310	+378→70	+376→308	+376→266	+376→70	0.01*
プロパキサホップ	プロパキサホップ	1.44	+444→371	+444→163	+444→100	+444→70		0.01
プロフェノホス	プロフェノホス	1.42	+375→347	+375→305	+373→303	+373→128		0.01*
プロボキスル	プロボキスル	0.71	+210→168	+210→111				0.01*
プロマシル	プロマシル	0.78	+261→205	+261→188				0.01
プロメリン	プロメリン	1.22	+242→200	+242→158				0.01
プロモブチド	プロモブチド	1.22	+312→194	+312→119				0.01
	N-(α , α -ジメチルベンジル)-3, 3-ジメチルブチルアミド (deBr-プロモブチド)	1.15	+234→119	+234→116	+234→91			0.01
ヘキサフルムロン	ヘキサフルムロン	1.32	-459→439	-459→175				0.01*
ヘキシチアゾクス	ヘキシチアゾクス	1.43	+353→228	+353→168	+353→116			0.01
ベナラキシル	ベナラキシル	1.27	+326→294	+326→208	+326→148	+326→91		0.01*
ベンシクロン	ベンシクロン	1.36	+329→218	+329→125	+329→89			0.01
ベンスリド	ベンスリド	1.22	+398→356	+398→314	+398→158			0.01*
ベンゾフェナップ	ベンゾフェナップ	1.36	+433→105	+431→119	+431→105			0.01
ベンダイオカルブ	ベンダイオカルブ	0.82	+224→167	+224→109				0.01
ベンチアバリカルブイソプロピル	ベンチアバリカルブイソプロピル	1.12	+382→180	+382→116	+382→72			0.01
ベンチオピラド	ベンチオピラド	1.22	+360→276	+360→256	+360→177			0.01
ベントキサゾン	ベントキサゾン	1.35	+371→286	+371→186	+354→286	+354→186		0.01
ホキシム	ホキシム	1.34	+299→129	+299→77				0.01*
ボスカリド	ボスカリド	1.11	+345→307	+343→307	+343→140			0.01
ホスファミドン	ホスファミドン	0.71	+300→174	+300→127				0.01
マラチオン	マラチオン	1.21	+331→285	+331→127	+331→99			0.01*
マンジプロバミド	マンジプロバミド	1.12	+412→356	+412→328	+412→204	+412→125		0.01
ミルベメクテン	ミルベメクテンA3	1.49	+551→337	+551→240	+546→511	+546→493		0.01
メタベンズチアズロン	メタベンズチアズロン	0.96	+222→165	+222→150				0.01
メタラキシル及びメフェノキサム	メタラキシル	0.92	+280→220	+280→192	+280→160			0.01*
	メフェノキサム	0.98	+281→192	+281→160	+280→220	+280→192		0.01*
メチオカルブ	メチオカルブ	1.12	+226→169	+226→121				0.01*
	メチオカルブスルホキシド	0.50	+242→185	+242→170	+242→122			0.01*
	メチオカルブスルホン	0.43	+258→201	+258→122	+258→107			0.01
メチダチオン	メチダチオン	1.04	+320→145	+320→85	+303→145	+303→85		0.01*
メトキシフェノジド	メトキシフェノジド	1.09	+369→149	+369→91				0.01

品目	分析対象化合物 ¹⁾	相対保持時間 ²⁾	主なイオン(m/z) ³⁾					定量限界(mg/kg) ⁴⁾
メトコナゾール	メトコナゾール(シス体)	1.33	+320→125	+320→70				0.01
メバニピリム	メバニピリム	1.14	+224→106	+224→77				0.01
モノリニユロン	モノリニユロン	0.90	+215→148	+215→126				0.01*
ラクトフェン	ラクトフェン	1.39	+479→344	+479→223				0.01
リニユロン	リニユロン	1.08	+251→162	+249→182	+249→160			0.01*
ルフェヌロン	ルフェヌロン	1.40	+511→158	+511→141	-509→339	-509→326	-509→175	0.01

1) 試験法を適用できる分析対象化合物を品目の五十音順に示したものであるが、規制対象となる品目には本法を適用できない代謝物等の化合物が含まれる場合があるので留意すること。また、保持時間の異なる異性体は、分析対象化合物欄に個別に示した。なお、表はすべてLC-MS/MS測定による結果である。

2) 相対保持時間はイソキサフルトールの保持時間(11~19分)に対する相対値であり、検討機関の平均値で示した。

3) 主なイオンは、LC-MS/MS測定における[プリカーサーイオン→プロダクトイオン]を示し、数字の前の符号(+又は-)は、ESI測定におけるイオン化モード(ESI(+))又はESI(-))を示す。また、各イオンは、数字の大きい順に示した。

4) 定量限界は、添加濃度0.01 ppm(又は最小添加濃度)での添加回収試験における添加試料中の分析対象化合物のピークのS/Nが、一食品でも10以上の値が得られた場合には0.01 mg/kg(又は最小添加濃度)とした。添加濃度0.01 ppmでの添加回収試験の結果がない場合には、マトリックス添加標準溶液を用いて試料中0.01 ppmに相当する分析対象化合物のピークのS/Nが、一食品でも10以上の値が得られた場合には、定量限界の推定値を0.01 mg/kgとし「*」をつけて示した。

(別表2)LC/MSによる農薬等の一斉試験法 I (農産物):茶及びホップ

品目	分析対象化合物 ¹⁾	相対保持時間 ²⁾	主なイオン(m/z) ³⁾						定量限界(mg/kg) ⁴⁾
XMC	XMC	0.94	+180→123	+180→108	+180→107				0.01*
アセタミプリド	アセタミプリド	0.57	+223→126	+223→90	+223→56				0.01*
アゾキシストロビン	アゾキシストロビン	1.09	+404→372	+404→344	+404→329				0.01*
アトラジン	アトラジン	1.01	+216→174	+216→96					0.01*
イソキサチオン	イソキサチオン	1.28	+314→170	+314→105	+314→97				0.01*
イプロバリカルブ	イプロバリカルブ	1.15	+321→203	+321→119	+321→91				0.01
イミダクロプリド	イミダクロプリド	0.49	+256→209	+256→175					0.01*
イミベンコナゾール	イミベンコナゾール	1.33	+413→171	+413→125	+411→342	+411→171	+411→125		0.01*
インドキサカルブ	インドキサカルブ	1.28	+528→203	+528→150					0.01
エチオン	エチオン	1.36	+385→199	+385→143	+385→97				0.01*
エチプロール	エチプロール	1.07	+397→351	+397→255					0.01*
エトキサゾール	エトキサゾール	1.40	+360→304	+360→177	+360→141	+360→113			0.01*
エトフェンプロックス	エトフェンプロックス	1.52	+394→177	+394→135	+394→107				0.01*
オキサジクロメホン	オキサジクロメホン	1.32	+376→190	+376→161					0.01
カルフェントラゾンエチル	カルフェントラゾンエチル	1.19	+412→366	+412→346					0.01*
カルボフラン	カルボフラン	0.85	+222→165	+222→123					0.01*
キザロホップ	キザロホップエチル	1.31	+373→299	+373→91					0.01
キナルホス	キナルホス	1.25	+299→163	+299→146	+299→97				0.01*
クミルロン	クミルロン	1.14	+303→185	+303→125					0.01
クレソキシムメチル	クレソキシムメチル	1.23	+314→206	+314→131	+314→116	+267→235	+267→207		0.01*
クロキントセットメキシル	クロキントセットメキシル	1.33	+336→238	+336→192	+336→179				0.01
クロジナホッププロパルギル	クロジナホッププロパルギル	1.18	+350→266	+350→91					0.01*
クロチアニジン	クロチアニジン	0.50	+250→169	+250→132					0.01*
クロフェンテジン	クロフェンテジン	1.31	+303→138	+303→102					0.01*
クロマゾン	クロマゾン	1.03	+240→125	+240→89					0.01*
クロマフェノジド	クロマフェノジド	1.17	+395→339	+395→175	+395→147				0.01*
クロルピリホス	クロルピリホス	1.38	+352→200	+350→198	+350→97				0.01*
クロルピリホスメチル	クロルピリホスメチル	1.28	+322→290	+322→125					0.01*
クロロクスロン	クロロクスロン	1.11	+291→218	+291→164	+291→72	+291→46			0.01*
シアゾファミド	シアゾファミド	1.18	+325→261	+325→108	+325→44				0.01
ジオキサチオン	ジオキサチオン	1.32	+474→271	+474→97					0.01*
シクロプロトリン	シクロプロトリン	1.40	+499→499	+499→257	+499→229	+499→181			0.5
ジフェノコナゾール	ジフェノコナゾール	1.27	+406→251	+406→111					0.01*
ジフェンゾコート	ジフェンゾコート	0.59	+249→130	+249→77					0.01*
ジフルベンズロン	ジフルベンズロン	1.19	+311→158	+311→141					0.01*
シメコナゾール	シメコナゾール	1.15	+294→135	+294→73	+294→70				0.01*
ジメトエート	ジメトエート	0.56	+230→199	+230→125					0.01*
ジメトモルフ	ジメトモルフ(E)	1.10	+388→301	+388→165					0.01
	ジメトモルフ(Z)	1.12	+388→301	+388→165					0.01
スピノサド	スピノシン A	1.52	+732→142	+732→98					0.01*
スピノサド	スピノシン D	1.57	+747→142	+747→98					0.01*
スピロメシフェン	スピロメシフェン	1.38	+388→273	+388→255	+371→273	+371→255	+273→255	+273→187	0.01*
ダイアジノン	ダイアジノン	1.24	+305→169	+305→153	+305→97				0.01*
ダイムロン	ダイムロン	1.09	+269→151	+269→91					0.01
チアクロプリド	チアクロプリド	0.65	+253→126	+253→90					0.01*
チアメトキサム	チアメトキサム	0.39	+292→211	+292→181	+292→132				0.01*
テトラクロルピンホス	テトラクロルピンホス	1.20	+367→206	+367→127	+365→127				0.01
テトラコナゾール	テトラコナゾール	1.15	+372→159	+372→70					0.01*
テブコナゾール	テブコナゾール	1.21	+308→125	+308→70					0.01*
テブチウロン	テブチウロン	0.87	+229→172	+229→116					0.01*
テフルベンズロン	テフルベンズロン	1.35	+381→158	+381→141	-379→339	-379→196			0.01*
トリアジメノール	トリアジメノール	1.13	+296→99	+296→70	+296→43				0.01*
トリアジメホン	トリアジメホン	1.09	+294→197	+294→69					0.01*
トリフルミゾール	トリフルミゾール	1.30	+346→278	+346→73	+346→42				0.01*
トリフロキシストロビン	トリフロキシストロビン	1.30	+409→186	+409→206	+409→145				0.01*
トルフェンピラド	トルフェンピラド	1.35	+384→197	+384→145	+384→117	+384→91			0.01*
パラチオン	パラチオン	1.19	+292→264	+292→236	+292→140				0.01*
ピテルタノール	ピテルタノール	1.23	+338→148	+338→99	+338→70				0.01*
ピラゾホス	ピラゾホス	1.27	+374→238	+374→222	+374→194				0.01*
ピラフルフェンエチル	ピラフルフェンエチル	1.21	+415→341	+413→339	+413→261	+413→253			0.01*
ピリダベン	ピリダベン	1.45	+365→309	+365→147					0.01*
ピリフタリド	ピリフタリド	1.09	+319→179	+319→139	+319→83	+319→82			0.01
ピリプロキシフェン	ピリプロキシフェン	1.39	+322→227	+322→185	+322→96	+322→77			0.01*
ピリミカーブ	ピリミカーブ	0.97	+239→182	+239→72					0.01
ピリミジフェン	ピリミジフェン	1.38	+378→184	+378→150					0.01*
ピリミホスメチル	ピリミホスメチル	1.29	+306→164	+306→108					0.01*
フェナミホス	フェナミホス	1.16	+304→234	+304→217	+304→202				0.01*
フェノキサプロップエチル	フェノキサプロップエチル	1.30	+362→288	+362→119	+362→91	+362→77			0.01
フェノブカルブ	フェノブカルブ	1.02	+208→152	+208→95					0.01*
フェリムゾン	フェリムゾン(Z)	1.10	+255→132	+255→91					0.01
フェンアミドン	フェンアミドン	1.05	+312→236	+312→92					0.01
フェントエート	フェントエート	1.20	+321→247	+321→163	+321→135	+321→79			0.01*
フェンピロキシメート	フェンピロキシメート(E)	1.43	+422→366	+422→138	+422→135				0.01*
フェンピロキシメート	フェンピロキシメート(Z)	1.37	+422→366	+422→138	+422→135				0.01*
フェンブコナゾール	フェンブコナゾール	1.17	+337→125	+337→70					0.01*

品目	分析対象化合物 ¹⁾	相対保持時間 ²⁾	主なイオン(m/z) ³⁾						定量限界(mg/kg) ⁴⁾
フェンプロバトリン	フェンプロバトリン	1.40	+367→125	+350→125	+350→97			0.01*	
フェンプロピモルフ	フェンプロピモルフ	1.50	+304→147	+304→130	+304→117	+304→98		0.01*	
フェンメディファム	フェンメディファム	1.04	+318→168	+318→136	+301→168	+301→136	+168→136 +168→93	0.01	
ブタフェナシル	ブタフェナシル	1.11	+492→349	+492→331	+492→180			0.01	
ブプロフェジン	ブプロフェジン	1.34	+306→201	+306→116	+306→57			0.01*	
フルオメツロン	フルオメツロン	0.90	+233→160	+233→72	+233→46			0.01*	
フルフェナセット	フルフェナセット	1.16	+364→194	+364→152				0.01	
フルフェノクスロン	フルフェノクスロン	1.37	+489→158	+489→141				0.01*	
フルベンジアミド	フルベンジアミド	1.19	-681→254	-681→274				0.01*	
フルリドン	フルリドン	1.04	+330→310	+330→309	+330→259			0.01	
プロクロラズ	プロクロラズ	1.23	+378→310	+376→308	+376→70			0.01*	
プロチオホス	プロチオホス	1.46	+347→243	+345→269	+345→241	+345→133		0.01*	
プロパキサホップ	プロパキサホップ	1.34	+444→371	+444→163	+444→100	+444→56		0.01	
プロパルギット	プロパルギット	1.38	+368→231	+368→175	+231→175	+231→57		0.01*	
プロピコナゾール	プロピコナゾール	1.23	+342→159	+342→69				0.01*	
プロピザミド	プロピザミド	1.09	+256→190	+256→173				0.01*	
プロフェノホス	プロフェノホス	1.31	+375→305	+375→96	+373→345	+373→303	+373→128	0.01*	
プロボキシル	プロボキシル	0.80	+210→168	+210→111				0.01*	
ヘキサコナゾール	ヘキサコナゾール	1.21	+316→70	+314→159	+314→70			0.01*	
ヘキシチアゾクス	ヘキシチアゾクス	1.37	+353→228	+353→168				0.01*	
ベナラキシル	ベナラキシル	1.21	+326→148	+326→91				0.01*	
ベンシクロン	ベンシクロン	1.24	+329→218	+329→125	+329→89			0.01	
ベンゾフェナップ	ベンゾフェナップ	1.31	+431→119	+431→105				0.01	
ベンダイオカルブ	ベンダイオカルブ	0.81	+224→167	+224→109				0.01	
ホサロン	ホサロン	1.26	+368→322	+368→182	+368→111			0.01*	
ボスカリド	ボスカリド	1.10	+343→307	+343→271	+343→139			0.01	
ホスファミドン	ホスファミドン	0.73	+300→174	+300→127				0.01*	
マラチオン	マラチオン	1.13	+331→127	+331→99				0.01*	
マイクロブタニル	マイクロブタニル	1.12	+289→125	+289→70				0.01*	
メチオカルブ	メチオカルブ	1.09	+226→169	+226→121				0.01	
メチダチオン	メチダチオン	1.02	+303→145	+303→85	+303→84			0.01*	
メキシフェノジド	メキシフェノジド	1.14	+369→313	+369→149				0.01*	
モノリニューロン	モノリニューロン	0.95	+215→148	+215→126	+215→99			0.01*	
ラクトフェン	ラクトフェン	1.32	+479→344	+479→223	+462→344	+462→223		0.01	
リニューロン	リニューロン	1.06	+249→182	+249→160	+249→133			0.01*	
ルフェヌロン	ルフェヌロン	1.35	+511→158	+511→141	-509→326	-509→175		0.01*	

1) 試験法を適用できる分析対象化合物を品目の五十音順に示したものであるが、規制対象となる品目には本法を適用できない代謝物等の化合物が含まれる場合があるので留意すること。また、保持時間の異なる異性体は、分析対象化合物欄に個別に示した。なお、表はすべてLC-MS/MS測定による結果である。

2) 相対保持時間はイソキサフルトールの保持時間に対する相対値であり、検出機関の平均値で示した。

3) 主なイオンは、LC-MS/MS測定における[プリカーサーイオン→プロダクトイオン]を示し、数字の前の符号(+又は-)は、ESI測定におけるイオン化モード(ESI(+))又はESI(-))を示す。各イオンは、数字の大きい順に示した。

4) 定量限界は、添加濃度0.01 ppm(又は最小添加濃度)での添加回収試験における添加試料中の分析対象化合物のピークのS/Nが、一食品でも10以上の値が得られた場合には0.01 mg/kg(又は最小添加濃度)とした。添加濃度0.01 ppmでの添加回収試験の結果がない場合には、マトリックス添加標準溶液を用いて試料中0.01 ppmに相当する分析対象化合物のピークのS/Nが、一食品でも10以上の値が得られた場合には、定量限界の推定値を0.01 mg/kgとし[*]をつけて示した。なお、シクロプロトリンは、試料中0.01 ppm相当のマトリックス添加標準溶液のS/Nが10未満であったため、添加濃度の0.5 mg/kgを定量限界とした。

(別表1)LC/MSによる農薬等の一斉試験法 I (農産物): 穀類、豆類、種実類、果実及び野菜

品目	分析対象化合物 ¹⁾	相対保持時間 ²⁾	主なイオン(m/z) ³⁾					定量限界(mg/kg) ⁴⁾
EPN	EPN	1.42	+324→296	+324→157				0.01
XMC	XMC	0.91	+180→123	+180→108				0.01
アクリナトリン	アクリナトリン	1.55	+559→208	+559→181	-540→372	-540→300		0.01
アザフェニジン	アザフェニジン	1.00	+338→299	+338→264				0.01
アシベンゾラルS-メチル	アシベンゾラルS-メチル	1.10	+211→136	+211→91				0.01
アジンホスメチル	アジンホスメチル	1.04	+318→160	+318→132	+318→77			0.01
アセタミプリド	アセタミプリド	0.41	+223→126	+223→90	+223→56			0.01
アセトクロール	アセトクロール	1.23	+270→224	+270→148				0.01
アゾキシストロビン	アゾキシストロビン	1.08	+404→372	+404→344	+404→329			0.01*
アトラジン	アトラジン	0.97	+216→174	+216→104	+216→96			0.01
アニロホス	アニロホス	1.22	+368→199	+368→125				0.01
アバメクチン	アバメクチンB1a	1.58	+891→567	+891→305	+891→145	+891→95		0.01
	アバメクチンB1b	1.63	+877→291	+877→145	+877→95	-857→551	-857→229	0.01
	β,β'-アバメクチンB1a	1.61	+891→567	+891→305	+891→145	+891→95		0.01
アミスルプロム	アミスルプロム	1.35	+468→229	+468→108	+468→227	+468→108		0.01
アマトリン	アマトリン	1.11	+228→186	+228→96	+228→68			0.01
アラクロール	アラクロール	1.23	+270→238	+270→162				0.01
アラマイト	アラマイト	1.45	+352→255	+352→191	+352→91	+352→57		0.01
アルジカルブ及びアルドキシカルブ	アルジカルブ	0.64	+208→116	+208→115	+208→89			0.01*
	アルドキシカルブ	0.32	+240→148	+240→86	+223→148	+223→86		0.01
イソウロン	イソウロン	0.76	+212→167	+212→72				0.01*
イソキサチオン	イソキサチオン	1.34	+341→105	+341→97				0.01*
イソキサフルトール	イソキサフルトール	1.00	+360→251	+360→220	+360→144			0.01
イソピラザム	イソピラザム (syn 体、anti 体)	1.40	+360→340	+360→320	+360→244			0.01
イソフェンホス	イソフェンホス	1.34	+346→245	+346→217				0.01
イソフェンホス	イソフェンホスオキソン	1.22	+330→229	+330→201				0.01
イソプロカルブ	イソプロカルブ	0.97	+194→137	+194→95				0.01
イソプロチオラン	イソプロチオラン	1.18	+291→231	+291→189				0.01
イブフェンカルバゾン	イブフェンカルバゾン	1.32	+427→198	+427→156				0.01
イブジオン	N-(3,5-ジクロロフェニル)-3-イソプロピル-2,4-ジオキソイミダゾリジン-1-カルボキسامド (イブジオン代謝物)	1.31	+330→143	+330→101	-330→141	-328→141	-328→99	0.01*
イプロバリカルブ	イプロバリカルブ	1.20	+321→203	+321→119				0.01
イプロベンホス	イプロベンホス	1.31	+289→205	+289→91				0.01
イマザリル	イマザリル	1.27	+299→161	+297→255	+297→159			0.01*
イミシアホス	イミシアホス	0.76	+305→235	+305→201				0.01
イミダクロプリド	イミダクロプリド	0.40	+256→209	+256→175				0.01*
インダノファン	インダノファン	1.23	+341→187	+341→175				0.01
インドキサカルブ	インドキサカルブ	1.38	+528→203	+528→150				0.01
エスプロカルブ	エスプロカルブ	1.49	+266→91	+266→71				0.01
エタボキサム	エタボキサム	0.94	+321→200	+321→183				0.01
エチオン	エチオン	1.46	+385→199	+385→143				0.01
エチプロール	エチプロール	1.13	+397→351	+397→255				0.01
エディフェンホス	エディフェンホス	1.30	+311→283	+311→111	+311→109			0.01
エトキサゾール	エトキサゾール	1.46	+360→304	+360→177	+360→141			0.01
エトプロホス	エトプロホス	1.26	+243→173	+243→131	+243→97			0.01
エトリムホス	エトリムホス	1.30	+293→265	+293→125				0.01
エボキシコナゾール	エボキシコナゾール	1.23	+330→141	+330→121	+330→101			0.01
オキサジアゾン	オキサジアゾン	1.50	+345→303	+345→220	+345→177			0.01
オキサジアルギル	オキサジアルギル	1.26	+358→341	+358→223	+358→151	+341→258	+341→223	0.01
オキサジキシル	オキサジキシル	0.69	+279→219	+279→133	+279→132			0.01*
オキサジクロメホン	オキサジクロメホン	1.42	+376→190	+376→161				0.01
オキサミル	オキサミル	0.32	+237→90	+237→72				0.01
オキシカルボキシ	オキシカルボキシ	0.54	+268→175	+268→147				0.01
オキシフルオルフェン	オキシフルオルフェン	1.47	+362→316	+362→237				0.01
カズサホス	カズサホス	1.37	+271→159	+271→131	+271→97			0.01
カフェンストロール	カフェンストロール	1.20	+351→100	+351→72				0.01
カルバリル	カルバリル	0.88	+202→145	+202→127				0.01*
カルフェントラゾンエチル	カルフェントラゾンエチル	1.21	+412→366	+412→346				0.01*
カルプロバミド	カルプロバミド	1.26	+336→139	+336→103	+334→139	+334→103		0.01
キナルホス	キナルホス	1.28	+299→163	+299→147	+299→97			0.01
カルボフラン	カルボフラン	0.82	+222→165	+222→123				0.01*
	3-ヒドロキシカルボフラン	0.48	+255→220	+255→163	+238→220	+238→181	+238→163	0.01*
キサロホップ	キサロホップエチル	1.34	+373→299	+373→271	+373→91			0.01
	キサロホップPテフリル	1.36	+429→299	+429→85				0.01
キノキシフェン	キノキシフェン	1.49	+308→197	+308→162				0.01
クミルロン	クミルロン	1.16	+303→185	+303→125				0.01

品目	分析対象化合物 ¹⁾	相対保持時間 ²⁾	主なイオン(m/z) ³⁾						定量限界(mg/kg) ⁴⁾
クレソキシムメチル	クレソキシムメチル	1.29	+331→314	+331→116	+314→267	+314→222	+314→131	+314→116	0.01*
クロキントセットメキシル	クロキントセットメキシル	1.45	+336→238	+336→192					0.01
クロチアニジン	クロチアニジン	0.42	+250→169	+250→132					0.01*
クロマフェノジド	クロマフェノジド	1.21	+395→339	+395→175	+395→147	+395→91			0.01
クロメブロップ	クロメブロップ	1.44	+324→203	+324→148	+324→120				0.01
クロラントラニリブロール	クロラントラニリブロール	1.05	+484→453	+484→286	+484→112	+482→451	+482→284		0.01*
クロリダゾン	クロリダゾン	0.50	+222→104	+222→92	+222→77				0.01
クロルピリホス	クロルピリホス	1.48	+350→198	+350→97					0.01
クロルピリホスメチル	クロルピリホスメチル	1.37	+324→292	+324→125	+322→290	+322→125			0.01*
クロルフェナビル	クロルフェナビル	1.44	-349→268	-349→131	-349→81				0.01
クロルフェンビンホス	クロルフェンビンホス(E体)	1.35	+361→155	+361→99	+359→170	+359→155	+359→127		0.01*
クロルフェンビンホス	クロルフェンビンホス(Z体)	1.31	+359→155	+359→99					0.01*
クロルブファミ	クロルブファミ	1.10	+224→172	+224→154					0.01
クロルプロファミ	クロルプロファミ	1.17	+231→172	+214→172	+214→154				0.01
クロロクスロン	クロロクスロン	1.19	+291→218	+291→164	+291→72				0.01
シアゾファミド	シアゾファミド	1.20	+327→108	+325→261	+325→108				0.01
シアナジン	シアナジン	0.73	+241→214	+241→104	+241→96				0.01
ジウロン	ジウロン	1.01	+233→160	+233→72					0.01*
ジエトフェンカルブ	ジエトフェンカルブ	1.10	+268→226	+268→124					0.01
シエノピラフェン	シエノピラフェン	1.44	+394→310	+394→254					0.01
シクロエート	シクロエート	1.34	+216→154	+216→83					0.01
ジクロシメット	ジクロシメット(異性体1)	1.25	+313→173	+313→137	+313→102				0.01
	ジクロシメット(異性体2)	1.28	+313→173	+313→137	+313→102				
ジクロホップメチル	ジクロホップメチル	1.45	+358→281	+358→120	+341→281	+341→120			0.01
ジチオビル	ジチオビル	1.40	+402→354	+402→272	+402→248				0.01
シハロホップチル	シハロホップチル	1.38	+375→256	+375→120	+358→256	+358→158			0.01
ジフェノコナゾール	ジフェノコナゾール(異性体1,2)	1.36	+406→251	+406→111					0.01
シフルフェナミド	シフルフェナミド	1.33	+413→295	+413→241	+413→203				0.01
ジフルフェニカン	ジフルフェニカン	1.31	+395→266	+395→246	+395→238	-393→329	-393→272		0.002
ジフルベンズロン	ジフルベンズロン	1.18	+311→158	+311→141					0.01*
シフルメトフェン	シフルメトフェン	1.45	+465→173	+465→145	+448→249	+448→173	+448→145		0.01
シプロコナゾール	シプロコナゾール(異性体1)	1.17	+292→125	+292→70					0.01
	シプロコナゾール(異性体2)	1.19							
シプロジニル	シプロジニル	1.28	+226→108	+226→93	+226→92				0.01
シベルメトリン	シベルメトリン	1.53	+435→193	+433→191	+416→191	+416→127			0.01*
シマジン	シマジン	0.80	+202→132	+202→124	+202→104	+202→96			0.01
シメコナゾール	シメコナゾール	1.19	+294→135	+294→73	+294→70				0.01
ジメタメトリン	ジメタメトリン	1.26	+256→186	+256→91	+256→68				0.01
ジメチリモール	ジメチリモール	0.94	+210→140	+210→71					0.01
ジメテナミド	ジメテナミド(RS体)	1.14	+276→244	+276→168					0.01
ジメトエート	ジメトエート	0.42	+230→199	+230→125					0.01*
ジメトモルフ	ジメトモルフ(E体)	1.14	+388→301	+388→165					0.01
	ジメトモルフ(Z体)	1.18	+388→301	+388→165					0.01
シモキサニル	シモキサニル	0.56	+199→128	+199→111					0.01*
シラフルオフェン	シラフルオフェン	1.67	+426→287	+426→168					0.01
スピノサド	スピノシン A	1.55	+733→142	+733→98	+732→142	+732→98			0.01*
スピロキサミン	スピロキサミン	1.44	+298→144	+298→100					0.01
スピロジクロフェン	スピロジクロフェン	1.53	+411→313	+411→71					0.01
ソキサミド	ソキサミド	1.35	+336→187	+336→159					0.01
ターバシル	ターバシル	0.82	-215→159	-215→73					0.01
ダイアジノン	ダイアジノン	1.32	+305→169	+305→97					0.01*
ダイアレート	ダイアレート	1.39	+270→128	+270→109	+270→86				0.01*
ダイムロン	ダイムロン	1.14	+269→151	+269→119	+269→91				0.01
チアクロプリド	チアクロプリド	0.58	+255→128	+253→126	+253→90	+253→73			0.01
チアジニル	チアジニル	1.19	+268→101	-266→238	-266→71	-266→56			0.01
チアベンダゾール	チアベンダゾール	0.63	+202→175	+202→131					0.01*
チアメトキサム	チアメトキサム	0.36	+292→211	+292→181					0.01
チオジカルブ及びメソミル	メソミル	0.40	+163→106	+163→88					0.01*
チオベンカルブ	チオベンカルブ	1.39	+258→125	+258→100	+258→89				0.01
チフルザミド	チフルザミド	1.26	+529→148	+529→107	+527→168	+527→148	-525→166	-525→125	0.01
テトラクロルピリンホス	テトラクロルピリンホス(Z体)	1.24	+367→206	+367→127					0.01
テトラコナゾール	テトラコナゾール	1.17	+372→159	+372→70					0.01
テブコナゾール	テブコナゾール	1.29	+308→125	+308→70					0.01
テブチウロン	テブチウロン	0.83	+229→172	+229→116					0.01*
テブフェノジド	テブフェノジド	1.27	+353→297	+353→133	+353→105				0.01
テブフェンピラド	テブフェンピラド	1.43	+334→147	+334→145	+334→117				0.01
テフルベンズロン	テフルベンズロン	1.38	+381→158	+381→141					0.01*
デルタメトリン	デルタメトリン	1.54	+523→506	+523→281	+521→279	+504→279	+504→172		0.01*
テルブトリン	テルブトリン	1.27	+242→186	+242→91					0.01
トリアジメノール	トリアジメノール	1.21	+296→99	+296→70					0.01*

品目	分析対象化合物 ¹⁾	相対保持時間 ²⁾	主なイオン(m/z) ³⁾						定量限界(mg/kg) ⁴⁾
トリアジメホン	トリアジメホン	1.18	+294→197	+294→69					0.01*
トリクラミド	トリクラミド	1.29	+340→266	+340→121	-340→304	-340→119	-338→146	-338→117	0.01*
トリシクラゾール	トリシクラゾール	0.62	+190→163	+190→136					0.01*
トリチコナゾール	トリチコナゾール	1.18	+318→125	+318→70					0.01
トリデモルフ	トリデモルフ(異性体1, 2)	1.69	+299→130	+299→57	+298→130	+298→98			0.01*
トリブホス	トリブホス	1.62	+315→169	+315→113	+315→57				0.01
トリフルミゾール	トリフルミゾール	1.33	+346→278	+346→73					0.01*
	4-クロロ- α, α, α -トリフルオロ-N-(1-アミノ-2-プロポキシエチレン)-o-トルイジン(トリフルミゾール代謝物)	1.18	+295→278	+295→215	+295→73	+295→72	+295→55		0.01*
トリフルムロン	トリフルムロン	1.34	+359→156	+359→139					0.01*
トリフロキシストロビン	トリフロキシストロビン	1.31	+409→186	+409→145					0.01
トリホリン	トリホリン(異性体1)	1.03	+437→392	+435→390	+435→215	+435→98			0.01*
	トリホリン(異性体2)	1.06	+437→392	+435→390	+435→215	+435→98			0.01*
トルフェンピラド	トルフェンピラド	1.37	+384→197	+384→154	+384→145	+384→91			0.01
ナプロアニリド	ナプロアニリド	1.23	+292→171	+292→120					0.01
ナプロバミド	ナプロバミド	1.23	+272→171	+272→129					0.01
ノバルロン	ノバルロン	1.36	+493→158	+493→141	-491→471				0.01
ノルフルラゾン	ノルフルラゾン	1.03	+304→284	+304→160	+304→88				0.01
パーバン	パーバン	1.14	+275→178	+258→178	+258→143	+258→87			0.01
バクロブトラゾール	バクロブトラゾール	1.15	+294→125	+294→70					0.01
バラチオン	バラチオン	1.27	+309→236	+292→264	+292→236	+292→94			0.01
ビキサフェン	ビキサフェン	1.29	+414→394	+414→266	+412→280	+412→91			0.01
ビコリナフェン	ビコリナフェン	1.49	+377→238	+377→145					0.01
ビテルタノール	ビテルタノール	1.26	+338→269	+338→99	+338→70				0.01
ビフェントリン	ビフェントリン	1.63	+440→181	+440→166	+440→165				0.01
ビペロニルブトキシド	ビペロニルブトキシド	1.46	+356→177	+356→119					0.01*
ビラクロストロビン	ビラクロストロビン	1.29	+390→163	+388→194	+388→164	+388→163	+388→105		0.01
ビラクロニル	ビラクロニル	0.87	+315→276	+315→241	+315→169				0.01
ビラクロホス	ビラクロホス	1.34	+361→257	+361→138					0.01
ビラゾキシフェン	ビラゾキシフェン	1.31	+403→105	+403→91					0.01
ビラゾホス	ビラゾホス	1.27	+374→222	+374→194					0.01*
ビラゾリネート	ビラゾリネート	1.35	+439→173	+439→91					0.01*
ビラフルフェンエチル	ビラフルフェンエチル	1.33	+413→339	+413→253					0.01
ビリダベン	ビリダベン	1.50	+366→309	+366→147	+365→309	+365→147			0.01
ビリフタリド	ビリフタリド	1.07	+319→179	+319→139	+319→83				0.01
ビリブチカルブ	ビリブチカルブ	1.39	+331→190	+331→181	+331→133	+331→108			0.01
ビリプロキシフェン	ビリプロキシフェン	1.47	+322→227	+322→96	+322→78				0.01
ビリミカーブ	ビリミカーブ	0.94	+239→182	+239→72					0.01
ビリミノバックメチル	ビリミノバックメチル(E体)	1.14	+362→330	+362→284					0.01
ビリミノバックメチル	ビリミノバックメチル(Z体)	1.07	+362→330	+362→190	+362→174				0.01
ビリミホスメチル	ビリミホスメチル	1.35	+306→164	+306→108					0.01*
ビリメタニル	ビリメタニル	1.12	+200→107	+200→82	+200→77				0.01
ファミキサドン	ファミキサドン	1.24	+392→331	+392→238					0.01
フェナミホス	フェナミホス	1.25	+304→234	+304→217	+304→202				0.01*
フェナリモル	フェナリモル	1.21	+331→268	+331→111	+331→81				0.01
フェノキサプロップエチル	フェノキサプロップエチル	1.41	+362→288	+362→91					0.01*
フェノキシカルブ	フェノキシカルブ	1.27	+302→116	+302→115	+302→88				0.01*
フェノブカルブ	フェノブカルブ	1.02	+208→152	+208→95					0.01
フェリムゾン	フェリムゾン(E体)	1.13	+255→132	+255→91					0.01
	フェリムゾン(Z体)	1.06	+255→132	+255→124	+255→91				0.01
フェンアミドン	フェンアミドン	1.12	+312→236	+312→92					0.01
フェンズルホチオン	フェンズルホチオン	0.93	+309→281	+309→280	+309→173	+309→157			0.01
フェントエート	フェントエート	1.28	+321→247	+321→163	+321→135				0.01*
フェンピラザミン	フェンピラザミン	1.20	+332→272	+332→230	+332→216	+332→189			0.01
フェンピロキシメート	フェンピロキシメート(E体)	1.48	+422→366	+422→214	+422→135				0.01*
	フェンピロキシメート(Z体)	1.42	+422→366	+422→214	+422→135				0.01*
フェンブコナゾール	フェンブコナゾール	1.24	+337→125	+337→70					0.01
フェンプロバトリン	フェンプロバトリン	1.51	+367→350	+367→125	+367→97	+350→125	+350→97		0.01
フェンプロビモルフ	フェンプロビモルフ	1.62	+305→147	+305→98	+304→147	+304→130			0.01*
フェンメディファム	フェンメディファム	1.06	+318→168	+318→136					0.01
ブタクロール	ブタクロール	1.40	+313→238	+313→162	+312→238	+312→162	+312→57		0.01
ブタフェナシル	ブタフェナシル	1.13	+492→331	+492→180					0.01
ブプロフェジン	ブプロフェジン	1.45	+306→201	+306→106	+306→57				0.01
フラチオカルブ	フラチオカルブ	1.37	+383→252	+383→195	+383→167				0.01*
フラムプロップメチル	フラムプロップメチル	1.18	+336→105	+336→77					0.01
フラメトビル	フラメトビル	0.96	+335→289	+335→157	+334→290	+334→157			0.01*
フルアジナム	フルアジナム	1.39	-463→416	-463→398					0.01
フルオピコリド	フルオピコリド	1.09	+385→175	+385→173	+383→173	+383→109			0.01
フルオメツロン	フルオメツロン	0.84	+233→160	+233→72	+233→46				0.01*
フルキンコナゾール	フルキンコナゾール	1.20	+376→349	+376→307	+376→108				0.01

品目	分析対象化合物 ¹⁾	相対保持時間 ²⁾	主なイオン(m/z) ³⁾						定量限界(mg/kg) ⁴⁾
フルジオキシニル	フルジオキシニル	1.14	-247→180	-247→126					0.01*
フルシラゾール	フルシラゾール	1.26	+316→247	+316→165					0.01
フルスルファミド	フルスルファミド	1.22	-413→349	-413→179	-413→171				0.01
フルトリアホル	フルトリアホル(異性体1)	0.86	+302→123	+302→109	+302→70				0.01
	フルトリアホル(異性体2)	0.96	+302→123	+302→109	+302→70				0.01
フルバリネート	フルバリネート	1.57	+503→208	+503→181					0.01
フルフェナセット	フルフェナセット	1.19	+364→194	+364→152					0.01
フルフェノクスロン	フルフェノクスロン	1.45	+489→158	+489→141					0.01
フルベンジアミド	フルベンジアミド	1.20	-681→272	-681→254					0.01
フルミオキサジン	フルミオキサジン	0.98	+372→355	+372→327	+355→327	+355→299	+355→79		0.01
フルミクロラックベンチル	フルミクロラックベンチル	1.42	+441→354	+441→308	+424→354	+424→308			0.01
フルリドン	フルリドン	1.08	+330→310	+330→259					0.01
ブクロラズ	ブクロラズ	1.34	+378→310	+378→70	+376→308	+376→266	+376→70		0.01*
ブロスルホカルブ	ブロスルホカルブ	1.45	+252→128	+252→91	+252→86				0.01
ブロチオホス	ブロチオホス	1.55	+347→243	+345→241	+345→161	+345→133			0.01
プロバキサホップ	プロバキサホップ	1.44	+444→371	+444→163	+444→100	+444→70			0.01
プロバニル	プロバニル	1.11	+218→162	+218→127	-216→160	-216→124			0.01
プロバルギット	プロバルギット	1.50	+368→231	+368→175					0.01
プロピコナゾール	プロピコナゾール	1.31	+342→159	+342→69					0.01*
プロピザミド	プロピザミド	1.16	+256→190	+256→173					0.01*
プロフェノホス	プロフェノホス	1.42	+375→347	+375→305	+373→303	+373→128			0.01*
プロボキスル	プロボキスル	0.71	+210→168	+210→111					0.01*
プロマシル	プロマシル	0.78	+261→205	+261→188					0.01
プロメトリン	プロメトリン	1.22	+242→200	+242→158					0.01
プロモブチド	プロモブチド	1.22	+312→194	+312→119					0.01
	N-(α , α -ジメチルベンジル)-3, 3-ジメチルブチルアミド (deBr-プロモブチド)	1.15	+234→119	+234→116	+234→91				0.01
ヘキサコナゾール	ヘキサコナゾール	1.33	+314→159	+314→70					0.01*
ヘキサジノン	ヘキサジノン	0.80	+253→171	+253→71					0.01
ヘキサフルムロン	ヘキサフルムロン	1.32	-459→439	-459→175					0.01*
ヘキシチアゾクス	ヘキシチアゾクス	1.43	+353→228	+353→168	+353→116				0.01
ベナラキシル	ベナラキシル	1.27	+326→294	+326→208	+326→148	+326→91			0.01*
ベルメトリン	ベルメトリン(異性体1)	1.59							
	ベルメトリン(異性体2)	1.65	+410→183	+408→355	+408→183				0.01*
ベンコナゾール	ベンコナゾール	1.29	+284→159	+284→70					0.01*
ベンシクロン	ベンシクロン	1.36	+329→218	+329→125	+329→89				0.01
ベンスリド	ベンスリド	1.22	+398→356	+398→314	+398→158				0.01*
ベンゾフェナップ	ベンゾフェナップ	1.36	+433→105	+431→119	+431→105				0.01
ベンダイオカルブ	ベンダイオカルブ	0.82	+224→167	+224→109					0.01
ベンチアパリカルブイソプロピル	ベンチアパリカルブイソプロピル	1.12	+382→180	+382→116	+382→72				0.01
ベンチオピラド	ベンチオピラド	1.22	+360→276	+360→256	+360→177				0.01
ベントキサゾン	ベントキサゾン	1.35	+371→286	+371→186	+354→286	+354→186			0.01
ベンフルフェン	ベンフルフェン	1.31	+318→141	+318→234					0.01
ホキシム	ホキシム	1.34	+299→129	+299→77					0.01*
ホサロン	ホサロン	1.33	+368→182	+368→111					0.01
ボスカリド	ボスカリド	1.11	+345→307	+343→307	+343→140				0.01
ホスチアゼート	ホスチアゼート	0.92	+284→228	+284→104					0.01
ホスファミドン	ホスファミドン	0.71	+300→174	+300→127					0.01
ホレート	ホレート	1.34	+263→75	+261→199	+261→75				0.01*
マラチオン	マラチオン	1.21	+331→285	+331→127	+331→99				0.01*
マンジプロバミド	マンジプロバミド	1.12	+412→356	+412→328	+412→204	+412→125			0.01
ミルベメクチン	ミルベメクチンA3	1.49	+551→337	+551→240	+546→511	+546→493			0.01
メタフルミゾン	メタフルミゾン(E体)	1.43	+507→178	+507→116	-505→302	-505→285	-505→117		0.01
メタフルミゾン	メタフルミゾン(Z体)	1.41	+507→287	+507→178	-505→302	-505→116			0.01
メタフルミゾン	メタフルミゾン代謝物D	1.20	-288→273	-288→145	-288→142				0.01
メタベンズチアズロン	メタベンズチアズロン	0.96	+222→165	+222→150					0.01
メタラキシル及びメフェノキサム	メタラキシル	0.92	+280→220	+280→192	+280→160				0.01*
	メフェノキサム	0.98	+281→190	+281→160	+280→220	+280→192			0.01*
メチオカルブ	メチオカルブ	1.12	+226→169	+226→121					0.01*
	メチオカルブスルホキシド	0.50	+242→185	+242→170	+242→122				0.01*
	メチオカルブスルホン	0.43	+258→201	+258→122	+258→107				0.01
メチダチオン	メチダチオン	1.04	+320→145	+320→85	+303→145	+303→85			0.01*
メトキシフェンジド	メトキシフェンジド	1.09	+369→149	+369→91					0.01
メトコナゾール	メトコナゾール(cis体)	1.33	+320→125	+320→70					0.01
メトコナゾール	メトコナゾール(trans体)	1.33	+320→125	+320→70					0.01
メトラクロール	メトラクロール(RS体)	1.24	+284→252	+284→176					0.01
メバニピリム	メバニピリム	1.14	+224→106	+224→77					0.01
メフェナセット	メフェナセット	1.21	+299→148	+299→120					0.01
メフェンピルジエチル	メフェンピルジエチル	1.32	+373→327	+373→160	+373→133				0.01
メブロニル	メブロニル	1.18	+270→228	+270→119	+270→91				0.01

品 目	分析対象化合物 ¹⁾	相対保持時間 ²⁾	主なイオン(m/z) ³⁾						定量限界(mg/kg) ⁴⁾
モノクロトホス	モノクロトホス	0.37	+224→193	+224→127	+224→98				0.01
モノリニュロン	モノリニュロン	0.90	+215→148	+215→126					0.01*
ラクトフェン	ラクトフェン	1.39	+479→344	+479→223					0.01
リニュロン	リニュロン	1.08	+251→162	+249→182	+249→160				0.01*
ルフェヌロン	ルフェヌロン	1.40	+511→158	+511→141	-509→339	-509→326	-509→175		0.01

1) 試験法を適用できる分析対象化合物を品目の五十音順に示したものであるが、規制対象となる品目には本法を適用できない代謝物等の化合物が含まれる場合があるので留意すること。また、保持時間の異なる異性体は、分析対象化合物欄に個別に示した。なお、表はすべてLC-MS/MS測定による結果である。

2) 相対保持時間はイソキサフルールの保持時間(11~19分)に対する相対値であり、検討機関の平均値で示した。

3) 主なイオンは、LC-MS/MS測定における[プリカーサーイオン→プロダクトイオン]を示し、数字の前の符号(+又は-)は、ESI測定におけるイオン化モード(ESI(+))又はESI(-))を示す。また、各イオンは、数字の大きい順に示した。

4) 定量限界は、添加濃度0.01 ppm(又は最小添加濃度)での添加回収試験における添加試料中の分析対象化合物のピークのS/Nが、1食品でも10以上の値が得られた場合には0.01 mg/kg(又は最小添加濃度)とした。添加濃度0.01 ppmでの添加回収試験の結果がない場合には、マトリックス添加標準溶液を用いて試料中0.01 ppmに相当する分析対象化合物のピークのS/Nが、1食品でも10以上の値が得られた場合には、定量限界の推定値を0.01 mg/kgとし『*』をつけて示した。

アルベンダゾール試験法（畜産物）

1. 分析対象化合物

代謝物I【5-プロピルスルホニル-1*H*-ベンズイミダゾール-2-アミン】（塩酸酸性条件下の加水分解により代謝物Iに変換される化合物を含む。）

2. 適用食品

畜産物

3. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）

4. 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。

スルホン酸塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（500 mg）
内径12～13 mmのポリエチレン製のカラム管に、スルホン酸塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体500 mgを充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

代謝物I標準品 本品は代謝物I 98%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料10.0 gに6 mol/L塩酸10 mLを加え密栓し、110℃に設定した油浴中でときどき振りまぜながら1時間加熱する。放冷後、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：1）混液30 mLを加え、振とうした後、毎分3,000回転で5分間遠心分離し、有機層を捨てる操作を2回繰り返す。水層及び残留物にアセトニトリル50 mLを加え、ホモジナイズした後、毎分3,000回転で10分間遠心分離し、上澄液を採る。残留物にアセトニトリル25 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様に遠心分離し、上澄液を採る。得られた上澄液を合わせて炭酸ナトリウム4 gを加え、ホモジナイズした後、毎分3,000回転で5分間遠心分離し、有機層を採る。水層及び残留物にアセトニトリル50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様に遠心分離し、有機層を採る。得られた有機層を合わせ、アセトニトリルを加えて正確に200 mLとする。

2) 精製

スルホン酸塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（500 mg）にアセトニトリル及び水各5 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに1)で得られた溶液を正確に4 mLを分取して注入した後、水5 mL、アセトニトリル5 mL、アセトニトリル及びアンモニア水（49：1）混液10 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル及びアンモニア水（9：1）混液12 mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をメタノールに溶かし、正確に4 mLとしたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

代謝物I標準品のメタノール溶液を数点調製し、それぞれLC-MS/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。なお、本法に従って試験溶液を調製した場合、試料中0.01 mg/kgに相当する試験溶液中濃度は0.0005 mg/Lである。

7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6の検量線で代謝物Iの含量を求める。

8. 確認試験

LC-MS/MSにより確認する。

9. 測定条件

(例)

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径2.1 mm、長さ150 mm、粒子径3 μm

カラム温度：40℃

移動相：0.05 vol%ギ酸・アセトニトリル溶液及び0.05 vol%ギ酸混液（1：19）から（2：3）までの濃度勾配を15分間で行う。

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（ m/z ）：プリカーサーイオン240、プロダクトイオン198、133

注入量：2 μL

保持時間の目安：10分

10. 定量限界

0.01 mg/kg

11. 留意事項

1) 試験法の概要

試料を塩酸酸性条件下で加熱した後、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：1）混液で脱脂し、代謝物Iをアセトニトリルで抽出する。塩基性条件下で塩析した後、スルホン酸塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラムで精製し、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。

2) 注意点

① 代謝物IのLC-MS/MS測定で、試験法開発時に使用したイオンを以下に示す。

定量イオン（ m/z ）：プリカーサーイオン240、プロダクトイオン133

定性イオン（ m/z ）：プリカーサーイオン240、プロダクトイオン198

② 脱脂操作後にアセトニトリルを加えてホモジナイズし、遠心分離すると、アセトニトリル層、水層及び固体の3相になることがあるので、その場合には、アセトニトリル層及び水層を分取する。

③ 炭酸ナトリウムを加えてホモジナイズした後に、pH試験紙等を用いて溶液がpH6以上であることを確認する。

④ LC-MS/MS測定では、試料中の夾雑成分のキャリーオーバーの影響を軽減させる

ため、代謝物 I が溶出した後に移動相のアセトニトリル濃度を上げてカラムを洗淨すると良い。

⑤ 試験法開発時に検討した食品：牛の筋肉、牛の脂肪、牛の肝臓、牛乳

12. 参考文献

なし

13. 類型

C

ドキシサイクリン試験法（畜水産物）

1. 分析対象化合物

ドキシサイクリン

2. 適用食品

畜水産物

3. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）

4. 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。

エチレンジアミン四酢酸含有クエン酸緩衝液 第1液：クエン酸21.0 gを水に溶かして1,000 mLとする。第2液：リン酸二ナトリウム71.6 gを水に溶かして1,000 mLとする。エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム・二水和物1.86 gに第1液307 mLと第2液193 mLを混合したものを加えて溶かす。

ドキシサイクリン塩酸塩水和物標準品 本品はドキシサイクリン塩酸塩水和物98%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料10.0 gにエチレンジアミン四酢酸含有クエン酸緩衝液10 mL及びアセトン50 mLを加え、ホモジナイズした後、毎分3,000回転で5分間遠心分離し、上澄液を採る。残留物にアセトン25 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様に遠心分離し、上澄液を採る。得られた上澄液を合わせ、アセトンを加え正確に100 mLとする。

この溶液から正確に5 mLを分取し、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に*n*-ヘキサン5 mLを加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル5 mLずつで2回振とう抽出する。抽出液を合わせて40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に0.1 vol%ギ酸・メタノール溶液1 mLを加えて溶かす。

2) 精製

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（500 mg）に0.1 mol/L塩酸10 mL、0.1 vol%ギ酸・メタノール溶液20 mLを順次注入し、流出液は捨てる。スチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラム（265 mg）に0.1 mol/L塩酸10 mL、0.1 vol%ギ酸・メタノール溶液20 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。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の下部にスチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラムを接続する。このカラムに1)で得られた溶液を注入し、さらに0.1 vol%ギ酸・メタノール9 mLを注入して、負荷液を含む全溶出液を採り、0.1 vol%ギ酸・メタノール溶液を加えて正確に10 mLとしたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

ドキシサイクリン塩酸塩水和物標準品をメタノールに溶かし、ドキシサイクリンとして1,000 mg/Lの標準原液とする。標準原液を0.1 vol%ギ酸・メタノール溶液で希釈して標準溶液を数点調製し、それぞれLC-MS/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。なお、本法に従って試験溶液を調製した場合、試料中0.01 mg/kgに相当する試験溶液中濃度は0.0005 mg/Lである。

7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6の検量線でドキシサイクリンの含量を求める。

8. 確認試験

LC-MS/MSにより確認する。

9. 測定条件

(例)

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径2.1 mm、長さ100 mm、粒子径5 µm

カラム温度：40°C

移動相：0.1 vol%ギ酸及び0.1 vol%ギ酸・メタノール溶液(19:1)から(1:19)までの濃度勾配を8分間で行い、(19:1)で3分間保持する。

イオン化モード：ESI (+)

主なイオン (*m/z*)：プリカーサーイオン445、プロダクトイオン428、154

注入量：5 µL

保持時間の目安：5分

10. 定量限界

0.01 mg/kg

11. 留意事項

1) 試験法の概要

ドキシサイクリンを試料からエチレンジアミン四酢酸存在下アセトンで抽出し、アセトニル/ヘキサン分配による脱脂後、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及びスチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラムで精製し、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。

2) 注意点

① ドキシサイクリンのLC-MS/MS測定で、試験法開発時に使用したイオンを以下に示す。

定量イオン (*m/z*)：プリカーサーイオン 445、プロダクトイオン 428

定性イオン (*m/z*)：プリカーサーイオン 445、プロダクトイオン 154

② ドキシサイクリンはガラス壁に吸着しやすいため、使用する器具類はポリプロピレン製を用いると良い。

③ 濃縮時に突沸しやすいため、窒素気流下で溶媒を除去すると良い。

④ ドキシサイクリンは、測定に用いるオクタデシルシリル化シリカゲルカラムによってはリーディングが見られることがある。

- ⑤ ドキシサイクリンは試験溶液中で徐々に分解しやすいので、測定は試験溶液の調製後、速やかに行う。また、測定中は試験溶液を冷却することが望ましい。
- ⑥ 標準原液（1,000 mg/L）は-20°Cで保存すれば、1ヵ月程度は安定である。検量線用標準溶液は用時調製すること。
- ⑦ 試験法開発時に検討した食品：豚の筋肉、豚の脂肪、豚の肝臓、鶏の筋肉及びぶり

12. 参考文献

なし

13. 類型

C

トリクラベンダゾール試験法（畜産物）

1. 分析対象化合物

トリクラベンダゾール

トリクラベンダゾールスルホキシド（以下「代謝物A」という。）

トリクラベンダゾールスルホン（以下「代謝物B」という。）

ケト-トリクラベンダゾール（以下「代謝物D」という。）

酸性条件下で代謝物Dに変換される代謝物（代謝物A及び代謝物Bを含む。）

2. 対象食品

畜産物

3. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）

4. 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。

スルホン酸塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（500 mg） 内径 12～13 mm のポリエチレン製のカラム管に、スルホン酸塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体 500 mg を充填したもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

トリクラベンダゾール標準品 本品はトリクラベンダゾール98%以上を含む。

代謝物A標準品 本品は代謝物A 98%以上を含む。

代謝物B標準品 本品は代謝物B 98%以上を含む。

代謝物D標準品 本品は代謝物D 98%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 加水分解

試料10.0 gを採り、5 mol/L水酸化ナトリウム溶液10 mLを加えて混合し、密栓して100℃で3時間加熱する。室温に戻した後、内容物を別の容器に移し、5 mol/L塩酸12 mLを加える。加水分解に用いた容器をメタノール5 mLで洗浄して、洗液を先の内容物に合わせる。酢酸エチル40 mLで振とう抽出し、毎分3,000回転で5分間遠心分離した後、酢酸エチル層を採る。次いで、水層に酢酸エチル40 mLを加えて振とう抽出し、毎分3,000回転で5分間遠心分離した後、酢酸エチル層を採り、先の酢酸エチル層に合わせ、酢酸エチルで正確に100 mLとする。

2) 脱脂

1) で得られた溶液から正確に6 mLを分取して、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10 mLを加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル10 mLで振とう抽出し、毎分3,000回転で5分間遠心分離した後、アセトニトリル層を採る。次いで、*n*-ヘキサン層に、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル10 mLを加えて振とう抽出し、毎分3,000回転で5分間遠心分離した後、アセトニトリル層を採り、先のアセトニトリル層に合わせる。40℃以下で濃縮し、溶媒を除去した後、残留物をエタノール及び酢酸（1：1）混液に溶かし、正確に10 mLとする。

3) 酸化反応

2) で得られた溶液から正確に5 mLを分取し、過酸化水素25 μLを加えて混合した後、密栓して90℃で16時間加熱する。室温に戻した後、水10 mLを加え、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：1）混液15 mLで振とう抽出し、毎分3,000回転で5分間遠心分離した後、有機層を採る。次いで、水層に酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：1）混液15 mLを加えて振とう抽出し、毎分3,000回転で5分間遠心分離した後、有機層を採り、先の有機層に合わせる。40℃以下で濃縮し、溶媒を除去した後、残留物に水及びメタノール（3：7）混液2 mLを加えて溶かす。

4) 精製

スルホン酸塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（500 mg）に、メタノール5 mL、次いで水及びメタノール（3：7）混液5 mLを注入し、各流出液は捨てる。このカラムに3) で得られた溶液を注入した後、水及びメタノール（3：7）混液10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、水及びメタノール（1：19）混液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ニトリル及び水（1：1）混液に溶かし、正確に2 mLとしたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

代謝物D標準品のアセトニトリル及び水（1：1）混液の溶液を数点調製し、それぞれLC-MS/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。なお、本法に従って試験溶液を調製した場合、試料中0.01 mg/kg（トリクラベンダゾール換算）に相当する試験溶液中濃度は0.0015 mg/L（トリクラベンダゾール換算）である。

7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6. の検量線で代謝物Dの含量を求め、次式により、トリクラベンダゾール（酸性条件下で代謝物Dに変換される代謝物を含む）の含量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{トリクラベンダゾール（酸性条件下で代謝物Dに変換される代謝物を含む）} \\ & \text{の含量（ppm）} = \text{代謝物Dの含量（ppm）} \times 1.091 \end{aligned}$$

8. 確認試験

LC-MS/MSにより確認する。

9. 測定条件

(例)

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径2.1 mm、長さ150 mm、粒子径3 μm

カラム温度：40°C

移動相：0.1 vol%ギ酸及び0.1 vol%ギ酸・アセトニトリル溶液（1：1）混液

イオン化モード：ESI（－）

主なイオン（ m/z ）：プリカーサーイオン327、プロダクトイオン182、146

注入量：5 μL

保持時間の目安：5分

10. 定量限界

0.01 mg/kg（トリクラベンダゾール換算）

11. 留意事項

1) 試験法の概要

試料を水酸化ナトリウム存在下100°Cで3時間加熱して加水分解した後、塩酸で酸性としてトリクラベンダゾール及び酸性条件下で代謝物Dに変換される代謝物を酢酸エチルで抽出する。アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂した後、エタノール及び酢酸混液の溶液とし、過酸化水素を加えて90°Cで16時間加熱して、トリクラベンダゾール及びその代謝物を代謝物Dに酸化する。酸化反応後の溶液から酢酸エチル及び n -ヘキサン混液で抽出した後、スルホン酸塩修飾ジビニルベンゼン- N -ビニルピロリドン共重合体ミニカラムで精製した後、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。なお、代謝物Dについて定量を行い、代謝物Dの含量に換算係数を乗じてトリクラベンダゾール（酸性条件下で代謝物Dに変換される代謝物を含む）の含量に変換したものを分析値とする。

2) 注意点

- ① 過酸化水素による酸化反応は、トリクラベンダゾール、代謝物A及び代謝物Bの標準品を用いて、代謝物Dへの酸化反応が十分に進行していることを確認すること。
- ② 酸化反応の際に用いるエタノール及び酢酸混液は、酸化反応の効率に大きな影響を与えることから、用時調製とすること。
- ③ 代謝物DのLC-MS/MS測定で、試験法開発時に使用したイオンを以下に示す。
定量イオン（ m/z ）：プリカーサーイオン327、プロダクトイオン182
定性イオン（ m/z ）：プリカーサーイオン327、プロダクトイオン146

また、参考にトリクラベンダゾール、代謝物A及び代謝物BのLC-MS/MS測定で、試験法開発時に使用したイオンを以下に示す。

トリクラベンダゾール

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン357、プロダクトイオン342

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン357、プロダクトイオン197

代謝物A

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン373、プロダクトイオン358

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン373、プロダクトイオン181

代謝物B

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン389、プロダクトイオン310

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン389、プロダクトイオン181

④ 試験法開発時に検討した食品：牛の筋肉、牛の脂肪、牛の肝臓

12. 参考文献

Determination of residues of triclabendazole in animal tissues by HPLC. Analytical procedure 193F.00, Novartis Animal Health Austrasia Pty. Ltd., Australia, 2004.

13. 類型

C

ホスホマイシン試験法（畜水産物）

1. 分析対象化合物

ホスホマイシン

2. 適用食品

畜水産物

3. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）

4. 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。

アンモニア水 25%アンモニア水（特級）

10 mmol/L酢酸アンモニウム溶液（pH 3） 酢酸アンモニウム0.77 gを量り採り水約900 mLに溶解し、酢酸を用いてpHを3に調整した後、水を加えて1 Lとする。

3級アルキルアミン修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（150 mg） 内径8~9 mmのポリエチレン製のカラム管に、弱塩基性陰イオン交換樹脂150 mgを充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

ホスホマイシン二ナトリウム塩標準品 本品はホスホマイシン二ナトリウム塩 95%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料10.0 gにメタノール100 mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にメタノール50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、メタノールで正確に200 mLとする。この溶液から正確に10 mLを分取し、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物を水10 mLに溶かし、*n*-ヘキサン20 mLを加え振とう洗浄する。水層を分取した後、*n*-ヘキサン層に水10 mLを加え、水層を分取し、先の水層と合わせる。

2) 精製

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（2 g）にメタノール及び水各10 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。弱塩基性陰イオン交換樹脂ミニカラム（150 mg）にメタノール、2 vol%ギ酸及び水各10 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムの下部に弱塩基性陰イオン交換樹脂ミニカラムを連結し、1) で得られた溶液を注入し流出液を捨てる。次いで水10 mLを注入し、流出液を捨てる。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムを外し、3級アルキルアミン修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラムにメタノール及び水各10 mLを順次注入し、各流

出液は捨てる。次いで10 mmol/L酢酸アンモニウム溶液 (pH 3) 20 mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアンモニア水、20 mmol/L炭酸水素アンモニウム溶液及びアセトニトリル (1 : 250 : 250) 混液に溶かし、正確に5 mLとしたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

ホスホマイシン二ナトリウム塩標準品を水に溶かしてホスホマイシンとして1,000 mg/Lの標準原液とする。この標準原液をアンモニア水、20 mmol/L炭酸水素アンモニウム溶液及びアセトニトリル (1 : 250 : 250) 混液で適宜希釈した溶液を数点調製し、それぞれLC-MS/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。なお、本法に従って試験溶液を調製した場合、試料中0.05 mg/kgに相当する試験溶液中濃度は0.005 mg/Lである。

7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6の検量線でホスホマイシンの含量を求める。

8. 確認試験

LC-MS/MSにより確認する。

9. 測定条件

(例1)

カラム：カルバモバイル基化学結合型シリカゲル 内径2.1 mm、長さ150 mm、粒子径3.5
µm

カラム温度：40℃

移動相：A液及びB液について下表の濃度勾配で送液する。

A液：アンモニア水及び10 mmol/L炭酸水素アンモニウム溶液 (1 : 500) 混液

B液：アンモニア水、50 mmol/L炭酸水素アンモニウム溶液及びアセトニトリル (1 : 100 : 400) 混液

時間 (分)	A液 (%)	B液 (%)
0	0	100
10	100	0
16	100	0

イオン化モード：ESI (-)

主なイオン (*m/z*) : プリカーサーイオン 137、プロダクトイオン 79、63

注入量：2 µL

保持時間の目安：5分

10. 定量限界

0.05 mg/kg

11. 留意事項

1) 試験法の概要

ホスホマイシンを試料からメタノールを用いて抽出し、*n*-ヘキサンで洗浄した後、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム及び3級アルキルアミン修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラムで精製し、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。

2) 注意点

① ホスホマイシンのLC-MS/MS測定で、試験法開発時に使用したイオンを以下に示す。

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 137、プロダクトイオン 63

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 137、プロダクトイオン 79

② 食品によっては、定性イオンのクロマトグラム上に妨害ピークの影響を受けるため、定性イオンでの定性確認が困難な場合は、以下の測定条件(例2)にて確認する。なお、測定条件(例2)で測定を実施する場合は、測定用標準溶液及び試験溶液はアンモニア水及び10 mmol/L炭酸水素アンモニウム溶液(1:500)混液にて調製する。

測定条件(例2)

カラム: 多孔性グラファイトカーボン 内径2.1 mm、長さ150 mm、粒子径3 µm

カラム温度: 40°C

移動相: アンモニア水及び10 mmol/L炭酸水素アンモニウム溶液(1:500)混液

イオン化モード: ESI (-)

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 137、プロダクトイオン 63

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 137、プロダクトイオン 79

注入量: 5 µL

保持時間の目安: 4分

③ 試験法開発に検討した食品: 牛の筋肉、牛の脂肪、牛の肝臓、牛乳、ぶり

12. 参考文献

なし

13. 類型

C