

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アイトカーボン/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*	
イブロジオン	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 (イブロジオン代謝物)	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*
フルジオキソニル	フルジオキソニル	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*
メキシフェノジド	メキシフェノジド	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⁾
			+320→125	+320→70					
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*
テトラクロルピホス	テトラクロルピホス	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。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。