

生食発0620第1号  
平成29年 6月20日

各 

都道府県知事
保健所設置市長
特別区長

 殿

厚生労働省医薬・生活衛生局生活衛生・食品安全部長  
(公 印 省 略)

「食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法について」の一部改正について

今般、農薬、飼料添加物及び動物用医薬品に関する試験法に係る知見の集積等を踏まえ、「食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法について」（平成17年1月24日付け食安発第0124001号）を別添のとおり改正することとしました。

改正の概要につきましては、下記のとおりですので、関係者への周知をお願いするとともに、その運用に遺漏なきようお願いいたします。

#### 記

農薬、飼料添加物及び動物用医薬品に係る知見の集積等を踏まえ、目次を別紙1のように改め、「第2章 一斉試験法」の「LC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅰ（農産物）」を別紙2のとおり改正するとともに、以下に掲げる4つの試験法をそれぞれ別紙3から別紙6までのとおり「第3章 個別試験法」に追加すること。

- ・アザペロン試験法（畜水産物）
- ・酢酸イソ吉草酸タイロシン試験法（畜水産物）
- ・スピネトラム試験法（畜産物）
- ・メベンダゾール試験法（畜水産物）

## 目次

## 第1章 総則

## 第2章 一斉試験法

- ・GC/MSによる農薬等の一斉試験法（農産物）
- ・LC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅰ（農産物）
- ・LC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅱ（農産物）
- ・GC/MSによる農薬等の一斉試験法（畜水産物）
- ・LC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅰ（畜水産物）
- ・LC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅱ（畜水産物）
- ・HPLCによる動物用医薬品等の一斉試験法Ⅰ（畜水産物）
- ・HPLCによる動物用医薬品等の一斉試験法Ⅱ（畜水産物）
- ・HPLCによる動物用医薬品等の一斉試験法Ⅲ（畜水産物）

## 第3章 個別試験法

- ・BHC、 $\gamma$ -BHC、DDT、アルドリン及びディルドリン、エタルフルラリン、エトリジアゾール、エンドリン、キントゼン、クロルデン、ジコホール、テクナゼン、テトラジホン、テフルトリン、トリフルラリン、ハルフェンプロックス、フェンプロパトリン、ヘキサクロロベンゼン、ヘプタクロル、ベンフルラリン並びにメトキシクロール試験法（農産物）
- ・2,4-D、2,4-DB及びクロプロップ試験法（農産物）
- ・2,4-D、2,4-DB及びクロプロップ試験法（畜水産物）
- ・2,2-DPA試験法（農産物）
- ・DCIP試験法（農産物）
- ・DBEDC試験法（農産物）
- ・EPN、アニロホス、イサゾホス、イプロベンホス、エチオン、エディフェンホス、エトプロホス、エトリムホス、カズサホス、キナルホス、クロルピリホス、クロルピリホスメチル、クロルフェンビンホス、シアノホス、ジスルホトン、ジメチルビンホス、ジメトエート、スルプロホス、ダイアジノン、チオメトン、テトラクロルビンホス、テルブホス、トリアゾホス、トリブホス、トルクロホスメチル、パラチオン、パラチオンメチル、ピペロホス、ピラクロホス、ピラゾホス、ピリダフェンチオン、ピリミホスメチル、フェナミホス、フェントロチオン、フェンスルホチオン、フェンチオン、フェントエート、ブタミホス、プロチオホス、プロパホス、プロフェノホス、プロモホス、ベンスリド、ホキシム、ホサロン、ホスチアゼート、ホスファミドン、ホスメット、ホレート、マラチオン、メカルバム、メタクリホス、メチダチオン及びメビンホス試験法（農産物）
- ・EPTC試験法（農産物）
- ・MCPA及びジカンバ試験法（農産物）
- ・Seebachアミン試験法（農産物）
- ・アクリナトリン、シハロトリン、シフルトリン、シペルメトリン、デルタメトリン及びト

ラロメトリン、ビフェントリン、ピレトリン、フェンバレレート、フルシトリネート、フルバリネート並びにペルメトリン試験法（農産物）

・アザペロン試験法（畜水産物）

- ・アシベンゾラルSメチル試験法（農産物）
- ・アジムスルフロン、ハロスルフロンメチル及びフラザスルフロン試験法（農産物）
- ・アシュラム試験法（農産物）
- ・アセキノシル試験法（農産物）
- ・アセキノシル試験法（畜水産物）
- ・アセタミプリド試験法（農産物）
- ・アセタミプリド試験法（畜水産物）
- ・アセフェート、オメトエート及びメタミドホス試験法（農産物）
- ・アゾキシストロビン試験法（農産物）
- ・アゾキシストロビン、クミルロン及びシメコナゾール試験法（畜水産物）
- ・アゾシクロチン及びシヘキサチン試験法（農産物）
- ・アゾシクロチン及びシヘキサチン試験法（畜水産物）
- ・アニラジン試験法（農産物）
- ・アミスルブロム試験法（農産物）
- ・アミトラス試験法（農産物）
- ・アミトロール試験法（農産物）
- ・アラクロール、イソプロカルブ、クレソキシムメチル、ジエトフェンカルブ、テニルクロール、テブフェンピラド、パクロブトラゾール、ビテルタノール、ピリプロキシフェン、ピリミノバックメチル、フェナリモル、ブタクロール、フルトラニル、プレチラクロール、メトラクロール、メフェナセット、メプロニル及びレナシル試験法（農産物）
- ・アラニカルブ試験法（農産物）
- ・アルジカルブ及びアルドキシカルブ、エチオフェンカルブ、オキサミル、カルバリル、ピリミカーブ、フェノブカルブ並びにベンダイオカルブ試験法（農産物）
- ・アルベンダゾール、オキシベンダゾール、チアベンダゾール、フルベンダゾール及びメベンダゾール試験法（畜水産物）
- ・アルベンダゾール及びチアベンダゾール試験法（畜水産物）
- ・アンプロリウム及びデコキネート試験法（畜水産物）
- ・イオドスルフロンメチル、エタメツルフロンメチル、エトキシスルフロン、シノスルフロン、スルホスルフロン、トリアスルフロン、ニコスルフロン、ピラゾスルフロンエチル、プリミスルフロンメチル、プロスルフロン及びリムスルフロン試験法（農産物）
- ・イソウロン、ジウロン、テブチウロン、トリフルムロン、フルオメツロン及びリニューロン試験法（農産物）
- ・イソチアニル及びプロスルホカルブ試験法（農産物）
- ・イソフェンホス試験法（農産物）
- ・イソメタミジウム試験法（畜水産物）
- ・イナベンフィド試験法（農産物）
- ・イプロジオン試験法（農産物）

- ・イベルメクチン、エプリノメクチン、ドラメクチン及びモキシデクチン試験法（畜水産物）
- ・イマザピック、イマザピル、イマザモックスアンモニウム塩及びイマゼタピルアンモニウム塩試験法（農産物）
- ・イマザリル試験法（農産物）
- ・イマズスルフロン及びベンスルフロンメチル試験法（農産物）
- ・イミシアホス試験法（農産物）
- ・イミドカルブ試験法（畜水産物）
- ・イミノクタジン試験法（農産物）
- ・イミベンコナゾール試験法（農産物）
- ・インダノファン試験法（農産物）
- ・ウニコナゾールP試験法（農産物）
- ・エスプロカルブ、クロルプロファム、チオベンカルブ、ピリブチカルブ及びペンディメタリン試験法（農産物）
- ・エチクロゼート試験法（農産物）
- ・エチプロール試験法（農産物）
- ・エチプロール試験法（水産物）
- ・エテホン試験法（農産物）
- ・エトキサゾール試験法（農産物）
- ・エトキシキン試験法（農産物）
- ・エトキシキン試験法（畜水産物）
- ・エトフェンプロックス試験法（農産物）
- ・エトベンザニド試験法（農産物）
- ・エマメクチン安息香酸塩試験法（農産物）
- ・塩酸ホルメタネート試験法（農産物）
- ・エンフロキシサシン、オキシリニック酸、オフロキシサシン、オルビフロキシサシン、サラフロキシサシン、ジフロキシサシン、ダノフロキシサシン、ナリジクス酸、ノルフロキシサシン及びフルメキン試験法（畜水産物）
- ・オキサジアルギル試験法（農産物）
- ・オキサジクロメホン及びフェノキサニル試験法（農産物）
- ・オキシテトラサイクリン試験法（農産物）
- ・オキシテトラサイクリン、クロルテトラサイクリン及びテトラサイクリン試験法（畜水産物）
- ・オキスポコナゾールフマル酸塩試験法（農産物）
- ・オキシリニック酸試験法（農産物）
- ・オクスフェンダゾール、フェバンテル及びフェンベンダゾール試験法（畜水産物）
- ・オリサストロビン試験法（農産物）
- ・オルトフェニルフェノール及びジフェニル試験法（農産物）
- ・オルメトプリム、ジアベリジン、トリメトプリム及びピリメタミン試験法（畜水産物）
- ・カスガマイシン試験法（農産物）
- ・カフェンストロール、ジフェノコナゾール、シプロコナゾール、シメトリン、チフルザミ

- ド、テトラコナゾール、テブコナゾール、トリアジメノール、フルジオキシニル、プロピコナゾール、ヘキサコナゾール及びペンコナゾール試験法（農産物）
- ・カフェンストロール試験法（畜水産物）
  - ・カルタップ、ベンスルタップ及びチオシクラム試験法（農産物）
  - ・カルプロパミド試験法（農産物）
  - ・カルベンダジム、チオファネート、チオファネートメチル及びベノミル試験法（農産物及び畜水産物）
  - ・カルボスルファン、カルボフラン、フラチオカルブ及びベンフラカルブ試験法（農産物）
  - ・カンタキサンチン試験法（畜水産物）
  - ・キザロホップエチル試験法（農産物）
  - ・キノメチオネート試験法（農産物）
  - ・キャプタン、クロルベンジレート、クロロタロニル及びホルペット試験法（農産物）
  - ・キャプタン及びクロロタロニル試験法（畜水産物）
  - ・キンクロラック試験法（農産物）
  - ・クミルロン試験法（農産物）
  - ・クリスタルバイオレット、ブリリアントグリーン及びメチレンブルー試験法（畜水産物）
  - ・グリチルリチン酸試験法（畜水産物）
  - ・グリホサート試験法（農産物）
  - ・グリホサート試験法（畜水産物）
  - ・グルホシネート試験法（農産物）
  - ・クレトジム試験法（農産物）
  - ・クロサンテル試験法（畜水産物）
  - ・クロジナホッププロパルギル試験法（農産物）
  - ・クロチアニジン試験法（農産物）
  - ・クロチアニジン試験法（畜産物）
  - ・クロピラリド試験法（農産物）
  - ・クロフェンテジン試験法（農産物）
  - ・クロメプロップ試験法（畜水産物）
  - ・クロラントラニリプロール試験法（農産物）
  - ・クロリムロンエチル及びトリベヌロンメチル試験法（農産物）
  - ・クロルスルフロロン及びメトスルフロロンメチル試験法（農産物）
  - ・クロルフェナピル及びビフェノックス試験法（農産物）
  - ・クロルフルアズロン、ジフルベンズロン、テブフェノジド、テフルベンズロン、フルフェノクスロン、ヘキサフルムロン及びルフェヌロン試験法（農産物）
  - ・クロルメコート試験法（農産物）
  - ・ゲンタマイシン試験法（畜水産物）
  - ・酢酸イソ吉草酸タイロシン試験法（畜水産物）
  - ・酸化フェンブタズ試験法（農産物）
  - ・酸化プロピレン試験法（農産物）
  - ・シアゾファミド試験法（農産物）

- ・シアナジン試験法（農産物）
- ・ジアフェンチウロン試験法（農産物）
- ・シアン化水素試験法（農産物）
- ・シエノピラフェン試験法（農産物）
- ・ジクラズリル及びナイカルバジン試験法（畜水産物）
- ・シクロキシジム試験法（農産物）
- ・ジクロシメット試験法（農産物）
- ・シクロスルファミロン試験法（農産物）
- ・ジクロフルアニド及びトリルフルアニド試験法（農産物）
- ・ジクロベニル試験法（農産物）
- ・ジクロメジン試験法（農産物）
- ・ジクロルボス及びトリクロルホン試験法（農産物）
- ・ジクワット、パラコート及びメピコートクロリド試験法（農産物）
- ・ジチアノン試験法（農産物）
- ・ジチオカルバメート試験法（農産物及び畜水産物）
- ・ジチオピル及びチアゾピル試験法（農産物）
- ・ジニコナゾール試験法（農産物）
- ・ジニコナゾール試験法（畜水産物）
- ・ジノカップ試験法（農産物）
- ・ジノテフラン試験法（農産物）
- ・ジノテフラン試験法（畜産物）
- ・シハロホップブチル及びジメテナミド試験法（農産物）
- ・ジヒドロストレプトマイシン及びストレプトマイシン試験法（農産物）
- ・ジヒドロストレプトマイシン、ストレプトマイシン、スペクチノマイシン及びネオマイシン試験法（畜水産物）
- ・ジフェニルアミン試験法（農産物）
- ・ジフェンゾコート試験法（農産物）
- ・ジフルフェニカン試験法（農産物）
- ・シフルメトフェン試験法（農産物）
- ・シプロジニル試験法（農産物）
- ・ジメチピン試験法（農産物）
- ・ジメトモルフ試験法（農産物）
- ・ジメトモルフ試験法（畜水産物）
- ・シモキサニル試験法（農産物）
- ・臭素試験法（農産物）
- ・シラフルオフエン試験法（農産物）
- ・ジルパテロール試験法（畜産物）
- ・シロマジン試験法（農産物）
- ・シロマジン試験法（畜産物）
- ・シンメチリン試験法（農産物）

- ・スピネトラム試験法（農産物）
- ・**スピネトラム試験法（畜水産物）**
- ・スピノサド試験法（農産物）
- ・スピノサド試験法（畜水産物）
- ・スピラマイシン試験法（畜水産物）
- ・スピロテトラマト試験法（農産物）
- ・スピロテトラマト試験法（畜水産物）
- ・スピロメシフェン試験法（農産物）
- ・スピロメシフェン試験法（畜水産物）
- ・スルファキノキサリン、スルファジアジン、スルファジミジン、スルファジメトキシシ、スルファメトキサゾール、スルファメトキシピリダジン、スルファメラジン、スルファモノメトキシシ及びスルフイソゾール試験法（畜水産物）
- ・スルファジミジン試験法（畜水産物）
- ・セトキシジム試験法（農産物）
- ・セファゾリン、セファピリン、セファレキシン、セファロニウム、セフォペラゾン及びセフロキシム試験法（畜水産物）
- ・セフキノム試験法（畜水産物）
- ・セフチオフル試験法（畜水産物）
- ・ゼラノール試験法（畜水産物）
- ・ダイムロン試験法（農産物）
- ・ダゾメット、メタム及びメチルイソチオシアネート試験法（農産物）
- ・ターバシル試験法（農産物）
- ・チアジニル試験法（農産物）
- ・チオジカルブ及びメソミル試験法（農産物）
- ・チルミコシン試験法（畜水産物）
- ・ツラスロマイシン試験法（畜水産物）
- ・テクロフタラム試験法（農産物）
- ・デスメディファム試験法（農産物）
- ・テブラロキシジム試験法（農産物）
- ・テフリルトリオン及びメソトリオン試験法（農産物）
- ・テレフタル酸銅試験法（農産物）
- ・ドジン試験法（農産物）
- ・トリクラベンダゾール試験法（畜水産物）
- ・トリクラミド試験法（農産物）
- ・トリクロロ酢酸ナトリウム塩試験法（農産物）
- ・トリシクラゾール試験法（農産物）
- ・トリネキサパックエチル試験法（農産物）
- ・トリフルミゾール試験法（農産物）
- ・トリフロキシストロビン試験法（畜水産物）
- ・トリブロムサラン及びビチオノール試験法（畜水産物）

- ・トルトラズリル試験法（畜水産物）
- ・トルフェンピラド試験法（農産物）
- ・1-ナフタレン酢酸試験法（農産物）
- ・鉛試験法（農産物）
- ・ニコチン試験法（農産物）
- ・ニテンピラム試験法（農産物）
- ・ノシヘプタイド試験法（畜水産物）
- ・ノバルロン試験法（農産物）
- ・バミドチオン試験法（農産物）
- ・バリダマイシン試験法（農産物）
- ・ハロスルフロンメチル試験法（畜水産物）
- ・ビオレスメトリン試験法（農産物）
- ・ピクロラム試験法（農産物）
- ・ビスピリバックナトリウム塩試験法（農産物）
- ・ヒ素試験法（農産物）
- ・ビフェナゼート試験法（農産物）
- ・ビフェナゼート試験法（畜産物）
- ・ヒメキサゾール試験法（農産物）
- ・ピメトロジン試験法（農産物）
- ・ピラクロストロビン試験法（農産物）
- ・ピラクロストロビン試験法（畜産物）
- ・ピラクロニル試験法（農産物）
- ・ピラゾキシフェン試験法（農産物）
- ・ピラフルフェンエチル試験法（農産物）
- ・ピリダベン試験法（農産物）
- ・ピリダリル試験法（農産物）
- ・ピリチオバックナトリウム塩試験法（農産物）
- ・ピリデート試験法（農産物）
- ・ピリフェノックス試験法（農産物）
- ・ピリフルキナゾン試験法（農産物）
- ・ピリミジフェン試験法（農産物）
- ・ピリミスルファン試験法（農産物）
- ・ピリメタニル試験法（農産物）
- ・ピルリマイシン試験法（畜水産物）
- ・ピンドン試験法（農産物）
- ・ピンドン試験法（畜水産物）
- ・ファモキサドン試験法（農産物）
- ・フィプロニル試験法（農産物）
- ・フェノキサプロップエチル試験法（農産物）
- ・フェリムゾン試験法（水産物）



- ・フェンアミドン試験法（農産物）
- ・フェンアミドン試験法（畜産物）
- ・フェントラザミド試験法（農産物）
- ・フェンピラザミン試験法（農産物）
- ・フェンピロキシメート試験法（農産物）
- ・フェンヘキサミド試験法（農産物）
- ・フェンヘキサミド試験法（畜水産物）
- ・フェンチン試験法（農産物）
- ・ブチレート試験法（農産物）
- ・プラジクアンテル試験法（畜水産物）
- ・フラメトピル試験法（農産物）
- ・フルアジナム試験法（農産物）
- ・フルアジホップブチル試験法（農産物）
- ・フルオピコリド試験法（農産物）
- ・フルオピコリド試験法（畜水産物）
- ・フルオルイミド試験法（農産物）
- ・フルカルバズンナトリウム塩試験法（農産物）
- ・フルシラゾール試験法（農産物）
- ・フルシラゾール試験法（畜水産物）
- ・フルスルファミド試験法（農産物）
- ・フルセトスルフロロン試験法（農産物）
- ・フルベンジアミド試験法（農産物）
- ・フルベンダゾール試験法（畜水産物）
- ・フルミオキサジン試験法（農産物）
- ・フルメツラム試験法（畜水産物）
- ・プロクロラズ試験法（農産物）
- ・プロシミドン試験法（農産物）
- ・ブロディファコウム及びワルファリン試験法（畜水産物）
- ・フロニカミド試験法（農産物）
- ・フロニカミド試験法（畜産物）
- ・プロパモカルブ試験法（農産物）
- ・プロパモカルブ試験法（畜水産物）
- ・プロヒドロジャスモン試験法（農産物）
- ・プロヘキサジオンカルシウム塩試験法（農産物）
- ・ヘキシチアゾクス試験法（農産物）
- ・ペンシクロン試験法（農産物）
- ・ベンジルペニシリン試験法（畜水産物）
- ・ベンゾビシクロン試験法（農産物）
- ・ベントゾン試験法（農産物）
- ・ベンチアバリカルブイソプロピル試験法（農産物）

- ・ペンチオピラド試験法（農産物）
- ・ペントキサゾン試験法（農産物）
- ・ベンフレセート試験法（農産物）
- ・ボスカリド試験法（農産物）
- ・ボスカリド試験法（畜産物）
- ・ホセチル試験法（農産物）
- ・マレイン酸ヒドラジド試験法（農産物）
- ・マンジプロパミド試験法（農産物）
- ・ミクロブタニル試験法（農産物）
- ・ミルベメクチン及びレピメクチン試験法（農産物）
- ・ミロサマイシン試験法（畜水産物）
- ・メタアルデヒド試験法（農産物）
- ・メタフルミゾン試験法（農産物）
- ・メタバズチアズロン試験法（農産物）
- ・メタミトロン試験法（農産物）
- ・メチオカルブ試験法（農産物）
- ・1-メチルシクロプロペン試験法（農産物）
- ・メトコナゾール試験法（農産物）
- ・メトプレン試験法（農産物）
- ・メトリブジン試験法（農産物）
- ・メパニピリム試験法（農産物）
- ・メベンダゾール試験法（畜水産物）
- ・モリネート試験法（農産物）
- ・ヨウ化メチル試験法（農産物）
- ・ラクトパミン試験法（畜水産物）
- ・ラフォキサニド試験法（畜水産物）
- ・リン化水素試験法（農産物）
- ・レバミゾール試験法（畜水産物）

(参考) 食品、添加物等の規格基準 (昭和34年厚生省告示第370号) に規定する試験法

- ・ 2, 4, 5-T試験法
- ・ アルドリン、エンドリン及びディルドリン試験法
- ・  $\alpha$ -トレンボロン及び $\beta$ -トレンボロン試験法
- ・ イプロニダゾール、ジメトリダゾール、メトロニダゾール及びロニダゾール試験法
- ・ オラキンドックス及びカルバドックス試験法
- ・ カプタホール試験法
- ・ クマホス試験法
- ・ クレンブテロール試験法
- ・ クロラムフェニコール試験法
- ・ クロルスロン試験法
- ・ クロルプロマジン試験法
- ・ ジエチルスチルベストロール試験法
- ・ ダミノジッド試験法
- ・ デキサメタゾン試験法
- ・ 二臭化エチレン試験法
- ・ ニトロフラゾン試験法
- ・ ニトロフラントイン、フラゾリドン及びフラルタドン試験法
- ・ パラチオン試験法
- ・ プロチゾラム試験法
- ・ プロファム試験法
- ・ マラカイトグリーン試験法

## 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  $\mu$ 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<sup>きょうざつ</sup>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 <sup>1)</sup>	相対保持時間 <sup>2)</sup>	主なイオン(m/z) <sup>3)</sup>						定量限界(mg/kg) <sup>4)</sup>
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*
アニロホス	アニロホス	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	トリフルミゾール	1.33	+346→278	+346→73					0.01*
	4-クロロ- $\alpha$ , $\alpha$ -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 <sup>1)</sup>	相対保持時間 <sup>2)</sup>	主なイオン(m/z) <sup>3)</sup>					定量限界(mg/kg) <sup>4)</sup>
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-( $\alpha$ , $\alpha$ -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 <sup>1)</sup>	相対保持時間 <sup>2)</sup>	主なイオン(m/z) <sup>3)</sup>						定量限界(mg/kg) <sup>4)</sup>
			+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 <sup>1)</sup>	相対保持時間 <sup>2)</sup>	主なイオン(m/z) <sup>3)</sup>						定量限界(mg/kg) <sup>4)</sup>
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*
アゾキシストロピン	アゾキシストロピン	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ピン	トリフロキシストロピン	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 <sup>1)</sup>	相対保持時間 <sup>2)</sup>	主なイオン(m/z) <sup>3)</sup>						定量限界(mg/kg) <sup>4)</sup>
フェンプロパトリン	フェンプロパトリン	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。

## アザペロン試験法（畜水産物）

## 1. 分析対象化合物

アザペロン  
アザペロール

## 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。

アザペロン標準品 本品はアザペロン 98%以上を含む。

アザペロール標準品 本品はアザペロール 98%以上を含む。

ギ酸アンモニウム ギ酸アンモニウム（特級）

50 mmol/Lギ酸アンモニウム緩衝液（pH 4.5） ギ酸アンモニウム3.15 gを量り、水990 mLを加えて溶かし、ギ酸でpH 4.5に調整した後、水を加えて1,000 mLとする。

## 5. 試験溶液の調製

## 1) 抽出

## ① はちみつ以外の場合

試料10.0 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た後、吸引ろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトンで正確に200 mLとする。この溶液から正確に5 mLを分取し、40°C以下で約1 mLまで濃縮した後、*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で2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、水10 mLを加えて40°C以下で約10 mLまで濃縮する。

## ② はちみつの場合

試料10.0 gに水20 mLを加え溶解する。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。ろ紙上の残留物に水10 mL及びアセトン50 mLを加えて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、アセトンで正確に200 mLとする。この溶液から正確に5 mLを分取し、40°C以下で約1 mLまで濃縮した後水10 mLを加える。

## 2) 精製

シクロヘキ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) で得られた溶液を注入した

後、アセトニトリル10 mLを注入し、流出液を捨てる。次いでアセトニトリル、アンモニア水及び水（70：1：30）混液10 mLを注入し、溶出液にアセトニトリル、アンモニア水及び水（70：1：30）混液を加えて正確に10 mLとしたものを試験溶液とする。

## 6. 検量線の作成

アザペロン及びアザペロール標準品をそれぞれアセトンに溶かして500 mg/Lとし標準原液とする。各標準原液を適宜希釈してアセトニトリル、アンモニア水及び水（70：1：30）混液で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、5. 試料溶液の調製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0.00025 mg/Lである。

## 7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6の検量線でアザペロン及びアザペロールの含量を求める。

## 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4 µm

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル及び50 mmol/Lギ酸アンモニウム緩衝液（pH 4.5）混液（1：9）から（2：3）までの濃度勾配を10分間で行い、（2：3）で6分間保持した後、（19：1）で5分間保持する。

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（*m/z*）

アザペロン：プリカーサーイオン 328、プロダクトイオン 165、123

アザペロール：プリカーサーイオン 330、プロダクトイオン 149、121

注入量：10 µL

保持時間の目安

アザペロン：14分

アザペロール：13分

## 10. 定量限界

各化合物0.01 mg/kg

## 11. 留意事項

1) 試験法の概要

アザペロン及びアザペロールを試料からアセトン抽出し、アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂する（はちみつの場合は省略）。シクロヘキシルシリル化シリカゲル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。なお、アザペロンの分析値については、アザペロン及びアザペロールのそれぞれについて定量を行い、両者の含量の和を分析値とする。

## 2) 注意点

- ① アザペロン及びアザペロールは濃縮乾固した後再溶解操作を行うと回収率の低下がみられることがあるため、抽出液を濃縮する際には乾固させないように注意する。
- ② アザペロン及びアザペロールの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。

アザペロン

定量イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 328、プロダクトイオン 165

定性イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 328、プロダクトイオン 123

アザペロール

定量イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 330、プロダクトイオン 121

定性イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 330、プロダクトイオン 149

- ③ 試験法開発時に検討した食品：豚の筋肉・脂肪・肝臓、鶏の卵、牛の乳、はちみつ、うなぎ及びしじみ

## 12. 参考文献

なし

## 13. 類型

C



## 酢酸イソ吉草酸タイロシン試験法（畜水産物）

## 1. 分析対象化合物

酢酸イソ吉草酸タイロシン

## 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。

酢酸イソ吉草酸タイロシン標準品 本品は酢酸イソ吉草酸タイロシン 98%以上を含む。

## 5. 試験溶液の調製

## 1) 抽出

## ① はちみつ以外の場合

試料を正確に量り、重量比で9/10量のエタノール及び水（1：1）混液及び重量比で1/10量のリン酸をそれぞれ加え磨砕均一化した後、試料10.0 gに相当する量を量り採る。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た後、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせて、アセトンを加えて正確に200 mLとする。この溶液から正確に4 mLを分取し、水15 mLを加える。

## ② はちみつの場合

試料を正確に量り、重量比で9/10量のエタノール及び水（1：1）混液及び重量比で1/10量のリン酸をそれぞれ加え磨砕均一化した後、試料10.0 gに相当する量を量り採る。これに水20 mLを加え、よく均一化した後、アセトン100 mLを加え、ホモジナイズし吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に水10 mL及びアセトン50 mLを加えて、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て、アセトンを加えて正確に200 mLとする。この溶液から正確に4 mLを分取し、水15 mLを加える。

## 2) 精製

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（200 mg）にメタノール10 mL、次いで水及びメタノール（3：2）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、水及びメタノール（3：2）混液10 mLを注入し流出液は捨てる。次いで、メタノール10 mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をメタノールに溶かし、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

酢酸イソ吉草酸タイロシン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、5. 試験溶液の調製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0.001 mg/Lである。

## 7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6の検量線で酢酸イソ吉草酸タイロ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

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%ギ酸及び0.05 vol%ギ酸・アセトニトリル溶液の混液（7：3）から（0：10）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 1043、プロダクトイオン 174、109

注入量：5 µL

保持時間の目安：9分

## 10. 定量限界

0.01 mg/kg

## 11. 留意事項

### 1) 試験法の概要

酢酸イソ吉草酸タイロシンを試料からリン酸酸性下でアセトン抽出し、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。

### 2) 注意点

- ① 酢酸イソ吉草酸タイロシンのLC-MS/MS測定で、試験法開発時に使用したイオン（ $m/z$ ）を以下に示す。

定量イオン（ $m/z$ ）：プリカーサーイオン 1043、プロダクトイオン109

定性イオン（ $m/z$ ）：プリカーサーイオン 1043、プロダクトイオン174

- ② 溶媒除去後のメタノールへの再溶解操作は速やかに行うこと。

- ③ 試験法開発に検討した食品：豚の筋肉・脂肪・肝臓、鶏の筋肉・肝臓・卵、牛の乳、はちみつ、しじみ、うなぎ

12. 参考文献

なし

13. 類型

C

## スピネトラム試験法（畜産物）

## 1. 分析対象化合物

スピネトラム-J  
スピネトラム-L

## 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。

シクロヘキシルシリル化シリカゲルミニカラム（500 mg） 内径8～9 mmのポリエチレン製のカラム管に、シクロヘキシルシリル化シリカゲル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。

スピネトラム-J標準品 本品はスピネトラム-J 95%以上を含む。

スピネトラム-L標準品 本品はスピネトラム-L 90%以上を含む。

## 5. 試験溶液の調製

## 1) 抽出

試料10.0 gに1 vol%ギ酸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。ろ紙上の残留物にアセトン50 mLを加えて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て、アセトンで正確に200 mLとする。この溶液から正確に2 mLを分取し、*n*-ヘキサン20 mLを加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル40 mLずつで3回振とう抽出する。抽出液を合わせ40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に水10 mLを加えて溶かす。

## 2) 精製

シクロヘキシルシリル化シリカゲルミニカラム（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)で得られた溶液を注入した後、アセトニトリル10 mLを注入し、流出液を捨てる。次いでアセトニトリル及びアンモニア水（49：1）混液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及び水（1：1）混液に溶かし、正確に2.5 mLとしたものを試験溶液とする。

## 6. 検量線の作成

スピネトラム-J標準品及びスピネトラム-L標準品をそれぞれアセトン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アセトニトリル及び水（1：1）混液で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、5. 試験溶液の調製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0.0004 mg/Lである。

## 7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6. の検量線でスピネトラム-J及びスピネトラム-L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2.0 mm、長さ150 mm、粒子径5 µm

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル及び2 mmol/L酢酸アンモニウム溶液（17：3）混液

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（*m/z*）

スピネトラム-J：プリカーサーイオン 749、プロダクトイオン 142、98

スピネトラム-L：プリカーサーイオン 761、プロダクトイオン 142、98

注入量：10 µL

保持時間の目安

スピネトラム-J：12分

スピネトラム-L：14分

## 10. 定量限界

スピネトラム-J：0.01 mg/kg

スピネトラム-L：0.01 mg/kg

## 11. 留意事項

### 1) 試験法の概要

スピネトラム-J及びスピネトラム-Lを試料からギ酸酸性下でアセトン抽出し、アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂する。シクロヘキシルシリル化シリカゲル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、スピネトラムは、スピネトラム-J及びスピネトラム-Lのそれぞれについて定量を行い、両者の含量の和を分析値とする。

### 2) 注意点

① スピネトラム-L標準品については、試験法開発時に入手可能であった標準品の純度

規格が90%以上であったため、4. では「スピネトラム-L標準品 本品はスピネトラム-L 90%以上を含む。」とされたが、入手可能な場合には純度95%以上の標準品を試験に用いるのが望ましい。

- ② スピネトラム-J及びスピネトラム-Lの水への溶解度はそれぞれ10.0 mg/L (20℃) 及び31.9 mg/L (20℃) であるため、溶媒留去後の水への再溶解操作では超音波洗浄機等を使用する。
- ③ スピネトラム-J及びスピネトラム-L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。  
スピネトラム-J  
定量イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 749、プロダクトイオン 142  
定性イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 749、プロダクトイオン 98  
スピネトラム-L  
定量イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 761、プロダクトイオン 142  
定性イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 761、プロダクトイオン 98
- ④ 試験法開発時に検討した食品：牛の筋肉・脂肪・肝臓、牛の乳及び鶏の卵

## 12. 参考文献

「食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法の一部改正について」(平成27年12月22日付け生食発1222第4号の別添「スピネトラム試験法(農産物)」)

## 13. 類型

C

## メベンダゾール試験法（畜水産物）

## 1. 分析対象化合物

メベンダゾール

(2-アミノ-1*H*-ベンズイミダゾール-5-イル)フェニルメタノン(以下「代謝物A」という。)  
メチル [5-(1-ヒドロキシ-1-フェニル)メチル-1*H*-ベンズイミダゾール-2-イル]カルバマ  
ート(以下「代謝物B」という。)

## 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。

メベンダゾール標準品 本品はメベンダゾール98%以上を含む。

代謝物A標準品 本品は代謝物A98%以上を含む。

代謝物B標準品 本品は代謝物B98%以上を含む。

## 5. 試験溶液の調製

## 1) 抽出

## ① はちみつ以外の場合

試料10.0 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た後、吸引ろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトンで正確に200 mLとする。この溶液から正確に10 mLを分取し、40°C以下で約1 mLまで濃縮した後、*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。抽出液を合わせ、水3 mLを加えて40°C以下で約3 mLまで濃縮した後、水20 mLを加える。

## ② はちみつの場合

試料10.0 gに水20 mLを加え溶解する。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。ろ紙上の残留物に水10 mL及びアセトン50 mLを加えて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、アセトンで正確に200 mLとする。この溶液から正確に10 mLを分取し、40°C以下で約1 mLまで濃縮した後、水20 mLを加える。

## 2) 精製

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000 mg) に、メタノール及び水各5 m

Lを順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに1) で得られた溶液を注入した後、水及びメタノール (4 : 1) 混液10 mLを注入し、流出液を捨てる。次いでギ酸、水及びメタノール (1 : 30 : 70) 混液10 mLを注入し、溶出液を採り、ギ酸、水及びメタノール (1 : 30 : 70) 混液を加えて正確に10 mLとしたものを試験溶液とする。

## 6. 検量線の作成

メベンダゾール標準品、代謝物A標準品及び代謝物B標準品をそれぞれジメチルスルホキシドに溶かして200 mg/Lとし標準原液とする。各標準原液を適宜混合してギ酸、水及びメタノール (1 : 30 : 70) 混液で希釈した溶液を数点調製し、それぞれLC-MS/MSに注入し、ピーク高法又は面積法で検量線を作成する。なお、5. 試験溶液の調製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の検量線でメベンダゾール、代謝物A及び代謝物Bの含量を求める。

代謝物A及び代謝物Bを含むメベンダゾールの含量を求める場合には、次式により求める。

メベンダゾール (代謝物A及び代謝物Bを含む。) の含量 (ppm) =  $A+B \times 1.245+C \times 0.9932$

A : メベンダゾールの含量 (ppm)

B : 代謝物Aの含量 (ppm)

C : 代謝物Bの含量 (ppm)

## 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4 μm

カラム温度 : 40°C

移動相 : 0.1 vol%ギ酸及びメタノール混液 (9 : 1) から (2 : 3) までの濃度勾配を10分間で行い、(2 : 3) で8分間保持した後、(1 : 9) で5分間保持する。

イオン化モード : ESI (+)

主なイオン (*m/z*)

メベンダゾール : プリカーサーイオン 296、プロダクトイオン 264、105

代謝物A : プリカーサーイオン 238、プロダクトイオン 105、77

代謝物B : プリカーサーイオン 298、プロダクトイオン 266、79

注入量 : 5 μL

保持時間の目安

メベンダゾール : 18分

代謝物A : 10分



代謝物B : 12分

10. 定量限界

0.01 mg/kg

11. 留意事項

1) 試験法の概要

メベンダゾール、代謝物A及び代謝物Bを試料からアセトン抽出し、アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂する（はちみつの場合は省略）。オクタデシルシリル化シリカゲル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 メベンダゾール、代謝物A及び代謝物Bは濃縮乾固した後、再溶解操作を行うと回収率の低下がみられることがあるため、抽出液を濃縮する際には乾固させないように注意する。
- ② メベンダゾール、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。

メベンダゾール

定量イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 296、プロダクトイオン 264

定性イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 296、プロダクトイオン 105

代謝物A

定量イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 238、プロダクトイオン 105

定性イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 238、プロダクトイオン 77

代謝物B

定量イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 298、プロダクトイオン 79

定性イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 298、プロダクトイオン 266

- ③ 試験法開発に検討した食品：牛の筋肉・脂肪・肝臓、牛の乳、鶏の筋肉、鶏の卵、はちみつ、うなぎ、さけ及びしじみ

12. 参考文献

なし

13. 類型

C