

食安発第0426004号
平成19年4月26日

各

都道府県知事
保健所設置市長
特別区長

 殿

厚生労働省医薬食品局食品安全部長

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

食品、添加物等の規格基準の一部を改正する件（平成19年厚生労働省告示第189号）が本日公布され、その内容については、本日付け食安発第0426001号当職通知をもって通知したところである。

これに関連して、今般、「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号当職通知。以下「試験法通知」という。）の別添の一部を下記のとおり改正することとしたので、関係者への周知方よろしく願います。

なお、改正後の試験法を実施するに際しては、試験法通知別添の第1章総則部分を参考とされたい。

記

1. 目次を別添1のとおり改める。なお、改正部分を下線で示す。
2. 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）」の別表、「LC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅱ（農産物）」の別表並びに「LC/MSによる農薬等の一斉試験法（畜水産物）」の別表1及び別表2中の測定イオンの「親」を「プリカーサー」に、「子」を「プロダクト」に改め、別添2のとおりとする。
3. 第3章個別試験法の「アセタミプリド試験法」及び「ピリチオバックナトリウム塩試験法」を別添3のとおり改める。
4. 第3章個別試験法の「トリブロムサラン及びビチオノール試験法」中の8. 測定条件の主なイオン (m/z) の「ビチオノール 161/335」を「ビチオノール 161/355」に改める。
5. 第3章個別試験法について、別添4の「ベンチアバリカルブイソプロピル試験法」を加える。

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（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）

第3章 個別試験法

- ・ BHC、 γ -BHC、DDT、アルドリ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、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、ペンフルラリン並びにメトキシクロール試験法
- ・ 2,4-D、2,4-DB 及びクロプロップ試験法
- ・ 2,2-DPA 試験法
- ・ DCIP 試験法
- ・ DBEDC 試験法
- ・ 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、クロルフエンビンホス、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、テトラクロロビンホス、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
- ・ EPTC 試験法
- ・ MCPA 及びジカンバ試験法
- ・ Sec-ブチルアミン試験法
- ・ 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
- ・ アシベンゾラルSメチル試験法
- ・ 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
- ・ アシュラム試験法
- ・ アセキノシル試験法
- ・ アセタミプリド試験法

- ・ アセフェート、オメトエート及びメタミドホス試験法
- ・ アゾキシストロビン試験法
- ・ アニラジン試験法
- ・ アミトラス試験法
- ・ 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
- ・ アラニカルブ試験法
- ・ アルジカルブ、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、フェノブカルブ及びベンダイオカルブ試験法
- ・ 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
- ・ アンプロリウム及びデコキネート試験法
- ・ イオドスルフロメチル、エタメツルフロメチル、エトキシスルフロメチル、シノスルフロメチル、スルホスルフロメチル、トリアスルフロメチル、ニコスルフロメチル、ピラズスルフロメチル、プリミスルフロメチル、プロスルフロメチル及びリムスルフロメチル試験法
- ・ 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
- ・ イソフェンホス試験法
- ・ イソメタミジウム試験法
- ・ イナベンフィド試験法
- ・ イプロジオン試験法
- ・ イベルメクチン、エプリノメクチン及びモキシデクチン試験法
- ・ イマザモックスアンモニウム塩試験法
- ・ イマザリル試験法
- ・ イマズスルフロメチル及びベンスルフロメチル試験法
- ・ イミノクタジン試験法
- ・ イミベンコナゾール試験法
- ・ インダノファン試験法
- ・ ウニコナゾールP試験法
- ・ 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
- ・ エチクロゼート試験法
- ・ エチプロール試験法
- ・ エテホン試験法
- ・ エトキサゾール試験法
- ・ エトキシキン試験法
- ・ エトフェンプロックス試験法
- ・ エトベンザニド試験法
- ・ エマメクチン安息香酸塩試験法
- ・ エンロフロキサシン、オキシリニック酸、オフロキサシン、オルビフロキサシン、サラフロキサシン、ジフロキサシン、ダノフロキサシン、ナリジクス酸、ノルフロキサシン及びフルメキン試験法

- ・ オキサジクロメホン及びフェノキサニル試験法
- ・ 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
- ・ オキスポコナゾールフマル酸塩試験法
- ・ オキソリニック酸試験法
- ・ 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
- ・ オリサストロビン試験法
- ・ オルトフェニルフェノール及びジフェニル試験法
- ・ 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
- ・ 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
- ・ カルタップ、ベンスルタップ及びチオシクラム試験法
- ・ カルプロパミド試験法
- ・ カルベンダジム、チオフアネート、チオフアネートメチル及びベノミル試験法
- ・ 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
- ・ カンタキサンチン試験法
- ・ キザロホップエチル試験法
- ・ キノメチオネート試験法
- ・ 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
- ・ キンクロラック試験法
- ・ クミルロン試験法
- ・ グリホサート試験法
- ・ グルホシネート試験法
- ・ クレトジム試験法
- ・ クロサンテル試験法
- ・ クロジナホッププロパルギル試験法
- ・ クロチアニジン試験法
- ・ クロピラリド試験法
- ・ クロフェンテジン試験法
- ・ クロリムロンエチル及びトリベヌロンメチル試験法
- ・ 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
- ・ クロルフェナピル及びビフェノックス試験法
- ・ 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
- ・ クロルメコート試験法
- ・ ゲンタマイシン試験法
- ・ 酸化フェンブタズ試験法
- ・ 酸化プロピレン試験法
- ・ シアゾファミド試験法
- ・ シアナジン試験法
- ・ ジアフェンチウロン試験法
- ・ シアン化水素試験法
- ・ ジクラズリル及びナイカルバジン試験法

- ・ シクロキシジム試験法
- ・ ジクロシメット試験法
- ・ シクロスルファミロン試験法
- ・ ジクロフルアニド試験法
- ・ ジクロベニル試験法
- ・ ジクロメジン試験法
- ・ ジクロルボス及びトリクロルホン試験法
- ・ ジクワット、パラコート及びメピコートクロリド試験法
- ・ ジチアノン試験法
- ・ ジチオピル及びチアゾピル試験法
- ・ ジノカップ試験法
- ・ ジノテフラン試験法
- ・ シハロホップブチル及びジメテナミド試験法
- ・ 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
- ・ ジフェンゾコート試験法
- ・ ジフルフェニカン試験法
- ・ シプロジニル試験法
- ・ ジメチピン試験法
- ・ ジメトモルフ試験法
- ・ シモキサニル試験法
- ・ 臭素試験法
- ・ シラフルオフエン試験法
- ・ 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
- ・ スピノサド試験法
- ・ スピラマイシン試験法
- ・ 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、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及びスルフィソゾール試験法
- ・ スルファジミジン試験法
- ・ セトキシジム試験法
- ・ セフチオフル試験法
- ・ ゼラノール試験法
- ・ ダイムロン試験法
- ・ 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
- ・ ターバシル試験法
- ・ チアジニル試験法
- ・ チアベンダゾール及び5-プロピルスルホニル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン試験法
- ・ チオジカルブ及びメソミル試験法
- ・ チルミコシン試験法

- ・ ツラスロマイシン試験法
- ・ テクロフタラム試験法
- ・ デスメディファム試験法
- ・ テブラロキシジム試験法
- ・ テレフタル酸銅試験法
- ・ トリクラベンダゾール試験法
- ・ トリクラミド試験法
- ・ トリクロロ酢酸ナトリウム塩試験法
- ・ トリシクラゾール試験法
- ・ トリネキサパックエチル試験法
- ・ トリフルミゾール試験法
- ・ トリブロムサラン及びビチオノール試験法
- ・ トルフェンピラド試験法
- ・ 鉛試験法
- ・ ニコチン試験法
- ・ ニテンピラム試験法
- ・ ノバルロン試験法
- ・ バミドチオン試験法
- ・ バリダマイシン試験法
- ・ ビオレスメトリン試験法
- ・ ピクロラム試験法
- ・ ビスピリバックナトリウム塩試験法
- ・ ヒ素試験法
- ・ ビフェナゼート試験法
- ・ ヒメキサゾール試験法
- ・ ピメトロジン試験法
- ・ ピラクロストロビン試験法
- ・ ピラゾキシフェン試験法
- ・ ピラフルフェンエチル試験法
- ・ ピリダベン試験法
- ・ ピリダリル試験法
- ・ ピリチオバックナトリウム塩試験法
- ・ ピリデート試験法
- ・ ピリフェノックス試験法
- ・ ピリミジフェン試験法
- ・ ピリメタニル試験法
- ・ ピルリマイシン試験法
- ・ ファモキサドン試験法
- ・ フィプロニル試験法
- ・ フェノキサプロップエチル試験法
- ・ フェンアミドン試験法
- ・ フェントラザミド試験法
- ・ フェンピロキシメート試験法
- ・ フェンヘキサミド試験法

- ・ フェンチン試験法
- ・ ブチレート試験法
- ・ フラメトピル試験法
- ・ フルアジナム試験法
- ・ フルアジホップ試験法
- ・ フルオルイミド試験法
- ・ フルカルバゾンナトリウム塩試験法
- ・ フルシラゾール試験法
- ・ フルスルファミド試験法
- ・ フルベンジアミド試験法
- ・ フルベンダゾール試験法
- ・ フルミオキサジン試験法
- ・ プロクロラズ試験法
- ・ プロシミドン試験法
- ・ フロニカミド試験法
- ・ プロパモカルブ試験法
- ・ プロヒドロジャスモン試験法
- ・ プロヘキサジオンカルシウム塩試験法
- ・ ヘキシチアゾクス試験法
- ・ ペンシクロン試験法
- ・ ベンジルペニシリン試験法
- ・ ベンゾビシクロン試験法
- ・ ペンタゾン試験法
- ・ **ベンチアバリカルブイソプロピル試験法**
- ・ ペントキサゾン試験法
- ・ ベンフレセート試験法
- ・ 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
- ・ マレイン酸ヒドラジド試験法
- ・ ミクロブタニル試験法
- ・ メタベンズチアズロン試験法
- ・ メタミトロン試験法
- ・ メチオカルブ試験法
- ・ メトコナゾール試験法
- ・ メトプレレン試験法
- ・ メトリブジン試験法
- ・ メパニピリム試験法
- ・ モリネート試験法
- ・ ラクトパミン試験法
- ・ リン化水素試験法
- ・ レバミゾール試験法

(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
- ・ アゾシクロチン及びシヘキサチン試験法
- ・ アミトロール試験法
- ・ アルドリン、エンドリン及びディルドリン試験法
- ・ カプタホール試験法
- ・ カルバドックス試験法
- ・ 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
- ・ クロルプロマジン試験法
- ・ ジェチルスチルベストロール試験法
- ・ 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
- ・ ダミノジッド試験法
- ・ デキサメタゾン試験法
- ・ トリアゾホス及びパラチオン試験法
- ・ α -トレンボロン及び β -トレンボロン試験法
- ・ 二臭化エチレン試験法
- ・ ニトロフラン類試験法
- ・ プロファム試験法
- ・ マラカイトグリーン試験法

品目名	分析対象化合物名	相対保持時間	LC/MS 測定イオン(m/z)								LC/MS/MS 測定イオン(m/z)								測定限界(ng)					
			ポジティブ測定				ネガティブ測定				ポジティブ測定				ネガティブ測定				LC/MS	LC/MS/MS				
			定量	定性			定量	定性			プリカーサー	プロダクト(定量)	プロダクト(定性)			プリカーサー	プロダクト(定量)	プロダクト(定性)						
アザフェニジン	アザフェニジン	1.00										338	264	299	112							—	0.006	
アザメチホス	アザメチホス	0.82	325		347	215	183					325	183		112							0.003	0.002	
アシベンゾラルSメチル	アシベンゾラルSメチル	1.09										211	136		211	69						—	0.026	
アジンホスメチル	アジンホスメチル	1.05	318	180	132							318	160	77	132							0.005	0.003	
アゾキシストロビン	アゾキシストロビン	1.07										404	372		344							—	0.002	
アニロホス	アニロホス	1.22	368		390	199	157					368	199		125							0.003	0.001	
アバメクチン	アバメクチンB1a	1.46	896	891	897	567	305					891	567	305	568							0.024	0.026	
アラマイト	アラマイト	1.30										352	191		255	57						—	0.001	
アルジカルブ	アルジカルブ	0.76										208	116		191	89						—	0.014	
アルドキシカルブ	アルドキシカルブ	0.40										240	223	86	148	76						—	0.018	
イソキサフルトール	イソキサフルトール	1.00	377	360	283	251						360	251		360	144						0.004	0.003	
イプロジオン	イプロジオン	1.17										330	245		288							—	0.033	
イプロバリカルブ	イプロバリカルブ	1.15	321		343	119						321	119		203							0.002	0.001	
イマザリル	イマザリル	1.20										297	159		255							—	0.008	
イミダクロプリド	イミダクロプリド	0.53	256		209	175						256	209	175								0.008	0.005	
インダノファン	インダノファン	1.21	341		363	175						341	175		187							0.168	0.005	
インドキサカルブ	インドキサカルブ	1.28	528		550	203	150					528	150		203							0.002	0.004	
エポキシコナゾール	エポキシコナゾール	1.15										330	121		101							—	0.002	
オキサジクロメホン	オキサジクロメホン	1.38	376		378	190						376	190		161							0.002	0.0002	
オキサミル	オキサミル	0.43										237	72		237	90						—	0.007	
オキシカルボキシ	オキシカルボキシ	0.62	268		207	175						268	175		147							0.004	0.001	
オリザリン	オリザリン	1.17																					0.003	0.001
カルバリル	カルバリル	0.91										219	202	202	145	145	127					—	0.006	
カルプロバミド	カルプロバミド	1.27	334		336	196						336	139		103							0.013	0.003	
カルボフラン	カルボフラン	0.87										222	165		123							—	0.010	
キザロホップエチル	キザロホップ-p-テフリル	1.30	429		431	299						429	299		85							0.002	0.001	
	キザロホップエチル	1.28										373	299		271	255						—	0.001	
クミルロン	クミルロン	1.17	303		325	185						303	185		125							0.008	0.0002	
クロキントセットメキシル	クロキントセットメキシル	1.34	336		358	238						336	238		192	179						0.014	0.001	
クロチアニジン	クロチアニジン	0.54	250		169							250	169		132							0.002	0.002	
クロフェンテジン	クロフェンテジン	1.24										303	138		102							—	0.006	
クロマフェノジド	クロマフェノジド	1.15	395		175							395	175		339	147						0.002	0.001	
クロメプロップ	クロメプロップ	1.33	324		346	120						324	120		203	105						0.004	0.006	
クロリダゾン	クロリダゾン	0.61	222		244	104	65					222	92	65	77							0.004	0.002	
クロロクスロン	クロロクスロン	1.13										291	72		291	164						—	0.003	
シアゾファミド	シアゾファミド	1.18	325		140	108						325	108		325	261						0.005	0.001	
ジウロン	ジウロン	1.01										233	72		233	160						—	0.007	
シクロエート	シクロエート	1.26										216	154	83	154	83						—	0.005	
シクロプロトリン	シクロプロトリン	1.36										499	499	181	229							—	0.084	
シフルフェナミド	シフルフェナミド	1.25	413		435	295	241					413	295	241	203							0.005	0.001	
ジフルベンズロン	ジフルベンズロン	1.17										328	311	158		311	141					—	0.002	
シプロジニル	シプロジニル	1.21										226	93		108	77						—	0.021	
シメコナゾール	シメコナゾール	1.16	294		295	135						294	70		73							0.002	0.002	
ジメチリモール	ジメチリモール	0.96	210		232	140	71					210	71		140							0.001	0.001	
ジメトモルフ	ジメトモルフ(E)	1.08										388	301		165							—	0.001	
	ジメトモルフ(Z)	1.10										388	301		165							—	0.002	
シラフルオフエン	シラフルオフエン	1.63										426	287		168							—	0.012	
スピノサド	スピノシンA	1.44										732	142		98							—	0.0003	
	スピノシンD	1.49										746	142		98							—	0.001	
ダイアレート	ダイアレート	1.28	272		270							270	86		109							0.086	0.036	
ダイムロン	ダイムロン	1.15	269		291	151						269	151		91							0.028	0.001	
チアクロプリド	チアクロプリド	0.64	253		255	126						253	126		90	73						0.004	0.002	
チアベンダゾール	チアベンダゾール	0.75	202		203	175						202	175		131							0.001	0.001	
チアトキササム	チアトキササム	0.44	292	211	314							292	211		181							0.003	0.004	
チオジカルブ及びメソミル	チオジカルブ	0.92	354	355	377	163						355	88		108							0.012	0.001	
テトラクロルピホス	テトラクロルピホス(Z)	1.19	367		389							367	127		206							0.053	0.005	

(別表)LC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅱ(農産物)

品目名	分析対象化合物名	相対保持時間	LC/MS 測定イオン(m/z)				LC/MS/MS 測定イオン(m/z)								測定限界(ng)					
			ポジティブ測定		ネガティブ測定		ポジティブ測定				ネガティブ測定									
			定量	定性	定量	定性	プリカーサー	プロダクト(定量)	プロダクト(定性)			プリカーサー	プロダクト(定量)	プロダクト(定性)			LC/MS	LC/MS/MS		
2,4-D	2,4-D	0.73			-161		-163											0.025	0.150	
MCPA	MCPA	0.73			-141		-199											0.007	0.118	
MCPB	MCPB	0.97			-227		-141											0.278	0.012	
アイオキシニル	アイオキシニル	0.73			-370		-126											0.001	0.003	
アシフルオルフェン	アシフルオルフェン	1.04			-360		-316											0.031	0.023	
アジムスルフロ	アジムスルフロ	0.52			-423		-424	425		182		139						0.116	0.005	
イオドスルフロ	イオドスルフロ	0.72	508	509				508		167		508						0.011	0.004	
イマザキン	イマザキン	0.54	312	267				312		267	199	128	86					0.001	0.001	
イマゾスルフロ	イマゾスルフロ	0.54			-411		-413	415		156		78		-411	-229		-154	-153	0.017	0.079
エタメツルフロ	エタメツルフロ	0.66	411	412				411		196		168							0.001	0.003
エトキシスルフロ	エトキシスルフロ	0.83	399	400				399		261		218							0.002	0.002
クロジナホップ	クロジナホップ	0.90			-310		-238	312		266		238							0.007	0.016
クロフェンセット	クロフェンセット	0.60	279	261				279		261		166							0.004	0.024
クロプロップ	クロプロップ	0.64			-199		-127							-199	-127		-71		0.088	0.023
クロラ	クロラ	0.81	430	398				430		398	370	153							0.008	0.006
クロリ	クロリ	0.80			-413		-415	415		186		83							0.018	0.003
クロル	クロル	0.55	358	360				358		141		167							0.008	0.005
4-クロ	4-クロ	0.55			-185		-127							-185	-127		-185		0.117	0.011
シクラ	シクラ	0.92			-272		-160							-272	-160		-228		0.005	0.002
ジクロ	ジクロ	0.84	406	161				406		161		378							0.017	0.003
シクロ	シクロ	0.99	422	444				422		261	139	218	69	-420	-265		-78		0.008	0.002
ジクロ	ジクロ	1.21	255	257				257	255	140	89	158	75	-253	-182		-40		0.255	0.087
ジクロ	ジクロ	0.86			-233		-161							-233	-161		-125		0.057	0.012
シノ	シノ	0.48	414	436				414		183		157	83	-412	-154		-66		0.011	0.002
ジベ	ジベ	0.48			-345		-143							-345	-143		-239	-221	0.066	0.055
スル	スル	0.85			-387		-385	387		307		146							0.017	0.146
スル	スル	0.59			-469		-470	471		211		261							0.001	0.007
チ	チ	0.84			-219		-100	221		102		128		-219	-100				0.002	0.002
チ	チ	0.50	388	167				388		167		126	56						0.013	0.001
トリア	トリア	0.62	402	404				402		167		141							0.008	0.009
トリ	トリ	0.81			-254		-196							-254	-196		-218		0.132	0.006
トリ	トリ	0.92	493	264				493		264		96							0.005	0.001
トリ	トリ	0.72			-436		-437	438		182		257							0.007	0.003
トリ	トリ	0.56	396	418				396		181	155	364		-394	-153		-55		0.058	0.003
ナ	ナ	0.66			-290		-246	292		144		149		-290	-246		-142		0.020	0.016
1-	1-	0.63			-185		-141							-185	-141		-185		0.486	0.073
ハ	ハ	1.08	362	316				362		316		288	91						0.010	0.002
ハ	ハ	0.69			-433		-435	435		182		83		-433	-252		-154	-78	0.020	0.005
ピ	ピ	0.66	415	437				415		182	181	139	83	-413	-154		-232		0.029	0.002
フェ	フェ	1.18	302	304				302		97	96	55		-300	-264		-249		0.037	0.005
フラ	フラ	0.54	408	430				408		182	181	227	139	-406	-154		-251		0.011	0.001
プリ	プリ	0.93			-467			491		264		250		-467	-226	-225	-175	-126	0.009	0.008
フル	フル	0.91	328	350				328		283	282	255	254	-326	-254		-206		0.027	0.023
フル	フル	0.44	326	129				326		129		326	109						0.008	0.005
フル	フル	0.48			-253		-195							-253	-195		-233		0.421	0.116
プロ	プロ	0.84			-418			420		167		141		-418	-139		-138	-107	0.009	0.006
プロ	プロ	0.55	399	416				421	399	180	115	264	134	-397	-156		-113		0.047	0.007

プロモキシニル	プロモキシニル	0.57			-276	-79								-276	-81	-78.8	-276		0.002	0.011
フロラスラム	フロラスラム	0.55	360	129				360		129		360	82						0.012	0.003
ペノキススラム	ペノキススラム	0.73			-482			484		195		164							0.010	-
ペンシルフロンメチル	ペンシルフロンメチル	0.91	411	433				433	411	179	148	278	181	-409	-154		-254		0.009	0.004
ホメサフェン	ホメサフェン	1.04			-437	-195								-437	-195		-316	-222	0.008	0.005
ホラムスルフロ	ホラムスルフロ	0.51	453	475				453		182		254	83	-451	-296		-267		0.068	0.005
ホルクロルフェニ	ホルクロルフェニ	1.00	248	129				248		129		93							0.004	0.001
メコブロップ	メコブロップ(MCPP)	0.85			-213	-141								-213	-141		-71		0.028	0.005
	メコブロップ(MCPP-P)	0.85			-213	-141								-213	-141		-71		-	0.036
メソスルフロ	メソスルフロ	0.59	504	526				504		182		306	83	-502	-267		-347		0.066	0.003
メトスラム	メトスラム	0.73	418	420				420	418	176	174	189	140	-416	-179		-66		0.017	0.004
メトスルフロ	メトスルフロ	0.43	382	404				382		168	167	198	57	-380	-139		-107		0.015	0.047

◎化合物名の五十音順に示した。

◎相対保持時間はイソキサフルトール(保持時間15-18分)を1とした相対値であり、2~5測定環境(カラムの種類、移動相、流速、温度等の測定条件は同一で装置が異なる)での平均値を示した。

◎測定イオンの太字斜字体は定量イオン、その他は定性イオンを示す。

◎測定限界は標準溶液をLC/MSまたはLC/MS/MSIに注入したときのS/N=10の値であり、1機種で求めた値または2機種で求めた値の中で小さい方の値を示した。

◎測定イオンとしてポジティブイオンとネガティブイオンの両方を示した農薬については、双方のうち小さい方の値を測定限界とした。

◎本法に従って果実又は野菜について試験溶液を調製し、5 μLをLC/MS(/MS)に注入した場合、測定限界0.05ngが試料中0.01ppmに相当する。

(別表1) LC/MSによる農薬等の一斉試験法(畜水産物)

品目名	分析対象化合物名	相対保持時間	LC/MS 測定イオン (m/z)				LC/MS/MS 測定イオン (m/z)			測定限界 (ng), S/N=10	
			ポジティブ測定		ネガティブ測定		ポジティブ測定			LC/MS	LC/MS/MS
			定量	定性	定量	定性	プリカーサー	プロダクト(定量)	プロダクト(定性)		
アメトリン	アメトリン	1.09					228	186	96	—	0.0003
アラマイト	アラマイト	1.36					357	191	167 105	—	0.0005
エトキサゾール	エトキサゾール	1.41					360	141	304 177	—	0.0001
エボキシコナゾール	エボキシコナゾール	1.19					331 330	121	123 101	—	0.0002
オキサベトリニル	オキサベトリニル	1.08					233	147	87 77	—	0.0020
カルフェントラゾンエチル	カルフェントラゾンエチル	1.23					412	346	366	—	0.0004
キザロホップエチル	キザロホップエチル	1.34					374	300 299	272 91	—	0.0005
	キザロホップ-p-テフリル	1.32					429	85	299	—	0.0008
クレトジム	クレトジム(異性体1)	0.93					360	164	268 166	—	0.0060
	クレトジム(異性体2)	1.05					360	164	268 166	—	0.0021
クロキントセットメキシル	クロキントセットメキシル	1.37					337 336	239 238	193 192	—	0.0002
クロジナホッププロバルギル	クロジナホッププロバルギル	1.23					350	266	238 91	—	0.0002
クロフェンテジン	クロフェンテジン	1.29					303	138	102	—	0.0005
クロルブファム	クロルブファム	1.08					224	172	154	—	0.0006
クロルフルアズロン	クロルフルアズロン	1.43					540	383	158	—	0.0007
ジフルベンズロン	ジフルベンズロン	1.21					311	158	141	—	0.0005
シプロジニル	シプロジニル	1.26					226	108 93	118 93	—	0.0021
セトキシジム	セトキシジム(異性体1)	0.89					328	178	220 180	—	0.0432
	セトキシジム(異性体2)	1.11					328	178	220 180	—	0.0004
ダイアレート	ダイアレート	1.32					270	86	143 109	—	0.0088
テブフェノジド	テブフェノジド	1.21					353	297 133	297 133	—	0.0008
テフルベンズロン	テフルベンズロン	1.31			-379		381	158	141	0.004	0.0029
トリフルミゾール	トリフルミゾール	1.28	346				346	278	73	0.006	0.0003
	トリフルミゾール代謝物	1.12	295							0.003	—
トリフルムロン	トリフルムロン	1.23	359				359	156	139	0.057	0.0003
トリフロキシストロビン	トリフロキシストロビン	1.27	409				409	186	145	0.001	0.0002
ノバルロン	ノバルロン	1.28			-491		493	158	141	0.007	0.0012
バーバン	バーバン	1.11	258				258	178	143	0.212	0.0110
ピラクロストロビン	ピラクロストロビン	1.23	388				388	194	163	0.008	0.0004
ピラゾホス	ピラゾホス	1.24	374				374	222	194	0.020	0.0019
ピリメタニル	ピリメタニル	1.08	200				200	107	182	0.007	0.0059
フェンアミドン	フェンアミドン	1.08	312				312	92	236	0.003	0.0003
フェンピロキシメート	フェンピロキシメート (E)	1.37	422				422	366	135	0.005	0.0002
	フェンピロキシメート (Z)	1.32	422				422	366	138	0.007	0.0003
フェンプロビモルフ	フェンプロビモルフ	1.44	304				304	147	130	0.001	0.0007
ブタフェナシル	ブタフェナシル	1.14	492				492	331	180	0.004	0.0003
ブトロキシジム	ブトロキシジム(異性体1)	1.01					400	138	354	—	0.1006
	ブトロキシジム(異性体2)	1.08					400	138	354	—	0.0003
フラムブロップメチル	フラムブロップメチル	1.13	336				336	105	77	0.007	0.0003
フルアズロン	フルアズロン	1.32			-504	-305	506	158	141	0.003	0.0004
フルフェナセット	フルフェナセット	1.15	364				364	194	152	0.022	0.0002
プロバキザホップ	プロバキザホップ	1.31	444				444	100	70	0.027	0.0007
プロメトリン	プロメトリン	1.15	242				242	158	200	0.005	0.0002
ヘキシチアゾクス	ヘキシチアゾクス	1.33	353				353	228	168	0.068	0.0009
ベナラキシル	ベナラキシル	1.22	326				326	148	294	0.002	0.0001
ベンフラカルブ	ベンフラカルブ	1.29	411				411	195	190	0.006	0.0002
ホキシム	ホキシム	1.23	299				299	129	77	0.007	0.0016
ボスカリド	ボスカリド	1.09	343	342			343	307	271	0.028	0.0008
メトキシフェノジド	メトキシフェノジド	1.11	369	313			369	149	91	0.015	0.0007
メフェンピルジエチル	メフェンピルジエチル	1.23	373	375			373	327	160	0.026	0.0002
リニエロン	リニエロン	1.07			-247	-249	249	182	160	0.010	0.0010
ルフエヌロン	ルフエヌロン	1.31			-509	-511	511	141	158	0.004	0.0013

◎化合物名の五十音順に示し、異性体は保持時間順に示した。

◎相対保持時間はイソキサフルトール(保持時間15-18分)を1とした相対値であり、2機関で求めた値の平均値を示した。

◎測定イオンの太字斜字体は定量イオン、その他は定性イオンを示す。

◎測定限界は標準溶液をLC/MSまたはLC/MS/MSに注入したときのS/N=10の値であり、LC/MSは1機関で求めた値、LC/MS/MSは1~2機関で求めた値の小さい方の値を示した。

◎本法に従って試験溶液を調製し、5 μLをLC/MS(/MS)に注入した場合、脂肪以外^{*1}では0.05ngが、脂肪^{*2}では0.0125ngが試料中0.01ppmに相当する
^{*1} 試料5 g相当量を用いて試験溶液(最終液量5 mL)を調製した場合。

^{*2} 試料0.625 g相当量(脂肪含量80%のとき、脂肪0.5 gに相当する試料量)を用いて試験溶液(最終液量2.5 mL)を調製した場合。

(別表2) LC/MSによる農薬等の一斉試験法(畜水産物)

品目名	分析対象化合物名	相対保持時間	LC/MS 測定イオン (m/z)				LC/MS/MS 測定イオン (m/z)				測定限界 (ng)			
			ポジティブ測定		ネガティブ測定		ポジティブ測定				LC/MS	LC/MS/MS		
			定量	定性	定量	定性	プリカーサー	プロダクト(定量)	プロダクト(定性)					
アザメチホス	アザメチホス	0.79					325		183		139	112	—	0.0005
アミトラズ	アミトラズ	1.45					294		163		253	122	—	0.0003
アメトリン	アメトリン	1.09					228		186		96		—	0.0003
アラマイト	アラマイト	1.36					357		191		167	105	—	0.0005
アルジカルブ	アルジカルブ	0.70					213	208	116	89	116	89	—	0.0128
アルドキシカルブ	アルドキシカルブ	0.37					223		86		148	76	—	0.0089
エトキサゾール	エトキサゾール	1.41					360		141		304	177	—	0.0001
エボキシコナゾール	エボキシコナゾール	1.19					331	330	121		123	101	—	0.0002
オキサベトリニル	オキサベトリニル	1.08					233		147		87	77	—	0.0020
オキサミル	オキサミル	0.39					237		90	72	90	72	—	0.0085
オキシデメトンメチル	オキシデメトンメチル	0.40					247		169		109	105	—	0.0009
カルバリル	カルバリル	0.89					202		145	127	146	117	—	0.0023
カルフェントラゾンエチル	カルフェントラゾンエチル	1.23					412		346		366		—	0.0004
カルベタミド	カルベタミド	0.75					237		192	118	120	118	—	0.0054
カルベンダジム	カルベンダジム	0.63					192		160		132		—	0.0011
カルボスルファン	カルボスルファン	1.50					382	381	118		160		—	0.0005
カルボフラン	カルボフラン	0.86	222				222		165		123		0.008	0.0005
	3-ヒドロキシカルボフラン	0.54					238		163		181		—	0.0027
キザロホップエチル	キザロホップエチル	1.34					374		300	299	272	91	—	0.0005
	キザロホップ-p-テフリル	1.32					429		85		299		—	0.0008
クレトジム	クレトジム(異性体1)	0.93					360		164		268	166	—	0.0060
	クレトジム(異性体2)	1.05					360		164		268	166	—	0.0021
クロキントセットメキシル	クロキントセットメキシル	1.37					337	336	239	238	193	192	—	0.0002
クロジナホッププロバルギル	クロジナホッププロバルギル	1.23					350		266		238	91	—	0.0002
クロチアニジン	クロチアニジン	0.49					250		169		132		—	0.0022
クロフェンテジン	クロフェンテジン	1.29					303		138		102		—	0.0005
クロリダゾン	クロリダゾン	0.56					222		104		92		—	0.0017
クロルブファム	クロルブファム	1.08					224		172		154		—	0.0006
クロルフルアズロン	クロルフルアズロン	1.43					540		383		158		—	0.0007
ジウロン	ジウロン	1.00					233		72		233		—	0.0091
ジフルベンズロン	ジフルベンズロン	1.21					311		158		141		—	0.0005
シプロジニル	シプロジニル	1.26					226		108	93	118	93	—	0.0021
ジメトモルフ	ジメトモルフ (E)	1.10					388		301		165		—	0.0005
	ジメトモルフ (Z)	1.13					388		301		165		—	0.0002
シモキサニル	シモキサニル	0.60					199		128		111		—	0.0024
セトキシジム	セトキシジム(異性体1)	0.89					328		178		220	180	—	0.0432
	セトキシジム(異性体2)	1.11					328		178		220	180	—	0.0004
ダイアレート	ダイアレート	1.32					270		86		143	109	—	0.0088
チアクロプリド	チアクロプリド	0.62					253		126		90		—	0.0011
チアベンダゾール	チアベンダゾール	0.74					202		175		131		—	0.0005
チアメトキサム	チアメトキサム	0.42					292		211		246	181	—	0.0017
テブチウロン	テブチウロン	0.86					229		172		116		—	0.0003
テブフェノジド	テブフェノジド	1.21					353		297	133	297	133	—	0.0008
テブラロキシジム	テブラロキシジム(異性体1)	0.57					342		250		166		—	0.0449
	テブラロキシジム(異性体2)	0.79	342				342		250		166		0.080	0.0037
トリフルミゾール	トリフルミゾール	1.28	346				346		278		73		0.006	0.0003
	トリフルミゾール代謝物	1.12	295										0.003	—
トリフルムロン	トリフルムロン	1.23	359				359		156		139		0.057	0.0003
トリフロキシストロビン	トリフロキシストロビン	1.27	409				409		186		145		0.001	0.0002
トリホリン	トリホリン(異性体1)	1.03	390	392			435		390		97		0.061	0.0163
	トリホリン(異性体2)	1.05	390	392			435		390		97		—	0.0390
ノバルロン	ノバルロン	1.28			-491		493		158		141		0.007	0.0012
パーバン	パーバン	1.11	258				258		178		143		0.212	0.0110
バルベンダゾール	バルベンダゾール	1.16	248				248		216		173		0.025	0.0001
ピメトロジン	ピメトロジン	0.48	218				218		105		79		0.007	0.0004
ピラクロストロビン	ピラクロストロビン	1.23	388				388		194		163		0.008	0.0004
ピラゾホス	ピラゾホス	1.24	374				374		222		194		0.020	0.0019
ピリメタニル	ピリメタニル	1.08	200				200		107		182		0.007	0.0059
フェンアミドン	フェンアミドン	1.08	312				312		92		236		0.003	0.0003
フェンピロキシメート	フェンピロキシメート (E)	1.37	422				422		366		135		0.005	0.0002
	フェンピロキシメート (Z)	1.32	422				422		366		138		0.007	0.0003
フェンプロビモルフ	フェンプロビモルフ	1.44	304				304		147		130		0.001	0.0007
フェンメディファム	フェンメディファム	1.04	301	318			318		168		136		0.029	0.0002
ブタフェナシル	ブタフェナシル	1.14	492				492		331		180		0.004	0.0003
ブトロキシジム	ブトロキシジム(異性体1)	1.01					400		138		354		—	0.1006
	ブトロキシジム(異性体2)	1.08					400		138		354		—	0.0003
フラムプロップメチル	フラムプロップメチル	1.13	336				336		105		77		0.007	0.0003
フルリドン	フルリドン	1.05	330				330		310		309		0.002	0.0001
プロバキザホップ	プロバキザホップ	1.31	444				444		100		70		0.027	0.0007
プロマシル	プロマシル	0.85	263	205			261		205		188		0.042	0.0017
プロメトリン	プロメトリン	1.15	242				242		158		200		0.005	0.0002

品目名	分析対象化合物名	相対保持時間	LC/MS 測定イオン (m/z)				LC/MS/MS 測定イオン (m/z)			測定限界 (ng)	
			ポジティブ測定		ネガティブ測定		ポジティブ測定			LC/MS	LC/MS/MS
			定量	定性	定量	定性	プリカーサー	プロダクト(定量)	プロダクト(定性)		
ヘキシチアゾクス	ヘキシチアゾクス	1.33	353				353	228	168	0.068	0.0009
ベナラキシル	ベナラキシル	1.22	326				326	148	294	0.002	0.0001
ボスカリド	ボスカリド	1.09	343	342			343	307	271	0.028	0.0008
メトキシフェノジド	メトキシフェノジド	1.11	369	313			369	149	91	0.015	0.0007
メフェンピルジエチル	メフェンピルジエチル	1.23	373	375			373	327	160	0.026	0.0002
モノリニュロン	モノリニュロン	0.92	215				215	126	148	0.008	0.0024
リニュロン	リニュロン	1.07			-247	-249	249	182	160	0.010	0.0010
ルフェヌロン	ルフェヌロン	1.31			-509	-511	511	141	158	0.004	0.0013

◎化合物名の五十音順に示し、異性体は保持時間順に示した。

◎相対保持時間はイソキサフルトール（保持時間15-18分）を1とした相対値であり、2機関で求めた値の平均値を示した。

◎測定イオンの太字斜字体は定量イオン、その他は定性イオンを示す。

◎測定限界は標準溶液をLC/MSまたはLC/MS/MSに注入したときのS/N=10の値であり、LC/MSは1機関で求めた値、LC/MS/MSは1～2機関で求めた値の小さい方の値を示した。

◎本法に従って試験溶液を調製し、5 μLをLC/MS(/MS)に注入した場合^{*1}、0.05ngが試料中0.01ppmに相当する。

*1 試料5 g 相当量を用いて試験溶液（最終液量5 mL）を調製した場合。

アセタミプリド試験法(農産物)

1. 分析対象化合物

アセタミプリド

2. 装置

アルカリ熱イオン化検出器又は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ及びガスクロマトグラフ・質量分析計を用いる。

3. 試薬、試液

総則の 3 に示すものを用いる。

4. 標準品

アセタミプリド 本品はアセタミプリド 99%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

a 抽出法

① 果実、野菜及び抹茶の場合

果実及び野菜の場合は、検体約 1kg を精密に量り、必要に応じ適量の水を量つて加え、細切均一化した後、検体 20.0g に相当する量を量り採る。

抹茶の場合は、検体 5.00g を量り採り、水 20ml を加え、2 時間放置する。

これにアセトン 100ml を加え、3 分間細砕した後、ケイソウ土を 1cm の厚さに敷いたろ紙を用いてすり合わせ減圧濃縮器中に吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を採り、アセトン 50ml を加え、3 分間細砕した後、上記と同様に操作してろ液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下で約 30ml に濃縮する。

これをあらかじめ 10%塩化ナトリウム溶液 100ml を入れた 300ml の分液漏斗に移す。酢酸エチル 100ml を用いて上記の減圧濃縮器のナス型フラスコを洗い、洗液を上記の分液漏斗に合わせる。振とう機を用いて 5 分間激しく振り混ぜた後、静置し、酢酸エチル層を 300ml の三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル 50ml を加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル層を上記の三角フラスコに合わせる。これに適量の無水硫酸ナトリウムを加え、時々振り混ぜながら 15 分間放置した後、すり合わせ減圧濃縮器中にろ過する。次いで酢酸エチル 20ml を用いて三角フラスコを洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗う操作を 2 回繰り返す。両洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下で酢酸エチルを除去する。この残留物に n-ヘキサン 10ml を加え、40℃以下で n-ヘキサンを除去する。この残留物にアセトン及び n-ヘキサンの混液(3 : 7)2ml を加えて溶かす。

② 抹茶以外の茶の場合

検体 9.00g を 100℃の水 540ml に浸し、室温で 5 分間放置した後、ろ過し、冷後ろ液 360ml を 500ml の三角フラスコに移す。これに飽和酢酸鉛溶液 2ml を加え、室温で 1 時間放置した後、ケイソウ土を 1cm の厚さに敷いたろ紙を用いて吸引ろ過し、ろ液を 1,000ml の分液漏斗に移す。次いで水 50ml を用いて三角フラスコを洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、洗液を上記の分液漏斗に合わせる。これに塩化ナトリウム 25g 及び酢酸エチル 100ml を加え、振とう機を用いて 5 分間激しく振り混ぜた後、静置し、酢酸エチル層を 300ml の三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル 100ml を加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル層を上記の三角フラスコに合わせる。これに適量の無水硫酸ナトリウムを加え、時々振り混ぜながら 15 分間放置した後、すり合わせ減圧濃縮器中にろ過する。次いで酢酸エチル 20ml を用いて三角フラスコを洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗う操作を 2 回繰り返す。両洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下で酢酸エチルを除去する。この残留物に n-ヘキサン 10ml を加え、40℃以下で n-ヘキサンを除去する。この残留物にアセトン及び n-ヘキサンの混液(3 : 7)2ml を加えて溶かす。

b 精製法

内径 15mm、長さ 300mm のクロマトグラフ管に、カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム 5g をアセトン及び n-ヘキサンの混液(3 : 7)に懸濁したもの、次いでその上に無水硫酸ナトリウム約 5g を入れ、カラムの上端に少量のアセトン及び n-ヘキサンの混液(3 : 7)が残る程度までアセトン及び n-ヘキサンの混液(3 : 7)を流出させる。このカラムに a 抽出法で得られた溶液を注入した後、アセトン及び n-ヘキサンの混液(3 : 7)50ml を注入し、流出液は捨てる。次いでアセトン及び n-ヘキサンの混液(1 : 1)150ml を注入し、流出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40℃以下でアセトン及び n-ヘキサンを除去する。この残留物にアセトンを加えて溶かし、正確に 5ml として、これを試験溶液とする。

6. 操作法

a 定性試験

次の操作条件で試験を行う。試験結果は標準品と一致しなければならない。

操作条件

カラム 内径 0.53mm、長さ 30m のケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用 5%フェニルメチルシリコンを 1.5 μm の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 60℃で 2 分間保持し、その後毎分 20℃で昇温し、160℃に到達後 1 分間保持する。次に毎分 10℃で昇温し、200℃に到達後 1 分間保持する。さらに毎分 3℃で昇温し、230℃に到達後 1 分間保持し、その後毎分 5℃で昇温し、260℃に到達後 15 分間保持する。

試験溶液注入口温度 260℃

検出器 260℃で操作する。

ガス流量 キャリヤーガスとしてヘリウムを用いる。アセタミプリドが約 33 分で流出する流速に調整する。空気及び水素の流量を至適条件に調整する。

b 定量試験

a 定性試験と同様の操作条件で得られた試験結果に基づき、ピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

c 確認試験

a 定性試験と同様の操作条件でガスクロマトグラフィー・質量分析を行う。試験結果は標準品と一致しなければならない。また、必要に応じ、ピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

7. 定量限界

0.01 mg/kg

8. 留意事項

なし

9. 参考文献

なし

10. 類型

A

ピリチオバックナトリウム塩試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

ピリチオバックナトリウム塩

2. 装置

カラムスイッチングシステム及び紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ（HPLC-UV（カラムスイッチング））

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）

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

0.03 mol/L リン酸緩衝液（pH3.0） リン酸二水素カリウム 7.21 g、アジ化ナトリウム 0.2 g 及びリン酸 0.40 mL に水を加えて 2,000 mL とし、リン酸又は 50%水酸化ナトリウム溶液を加えて pH3.00 に調整する。

水（pH2.4） 水にリン酸を加えて pH2.40（±0.05）に調整する。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（2,000 mg） 内径 12～13 mm のポリエチレン製のカラム管に、オクタデシルシリル化シリカゲル 2,000 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム（5,000 mg） 内径 19 mm のポリエチレン製のカラム管に、トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル 5,000 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料 5.00 g にアセトニトリル及び 0.01 mol/L 炭酸アンモニウム溶液（2：1）混液 100 mL を加え、ホモジナイズした後、3,000 回転で 15 分間遠心分離する。

上澄液 60 mL を採り、これにジクロロメタン 50 mL を加え、振とうした後、ジクロロメタン層は捨てる。水層に塩化ナトリウム 0.05 g 及びジクロロメタン 50 mL を加え、振とうした後、ジクロロメタン層は捨てる。

2) 精製

① トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム（5,000 mg）にメタノール 20 mL、水 20 mL 及び 0.01 mol/L 炭酸アンモニウム溶液 20 mL を順次注入し、各流出液は

捨てる。このカラムに1) で得られた水層を注入した後、0.01 mol/L 炭酸アンモニウム溶液 5 mL を注入し、各流出液は捨てる。

② オクタデシルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (2,000 mg) にメタノール 5 mL 及び水 10 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。次いで 1 mol/L クエン酸カリウム溶液及びメタノール (3 : 1) 混液 20 mL を注入し、カラムの上に同混液約 10 mL が残るまで流出させ、流出液は捨てる。このカラムを、①のミニカラムの下に連結し、①のミニカラムに 1 mol/L クエン酸カリウム溶液及びメタノール (3 : 1) 混液 20 mL を注入し、流出液を捨て、更に 10 分間通気して脱水する。

①のミニカラムを捨て、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムに水 10 mL、水 (pH2.4) 10 mL 及び 30%メタノール含有水 (pH2.4) 10 mL を順次注入し、各流出液を捨て、更に 15 分間通気して脱水する。次いで、メタノール 10 mL を注入し、溶出液を 50°C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 0.03 mol/L リン酸緩衝液 (28 : 72) 混液 0.5 mL に溶解したものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ピリチオバックナトリウム塩標準品をメタノールに溶解して標準原液を調製し、アセトニトリル及び 0.03 mol/L リン酸緩衝液 (28 : 72) 混液で希釈して、0.03~0.8 mg/L の標準溶液を数点調製し、それぞれ 100 μ L を HPLC に注入し、ピーク高法又はピーク面積法により検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液 100 μ L を HPLC 又は LC/MS (LC/MS/MS) に注入し、5 の検量線でピリチオバックナトリウム塩の含量を求める。

7. 確認試験

LC/MS (LC/MS/MS) により確認する。

8. 測定条件

HPLC (カラムスイッチング方式)

検出器 : UV (波長 254 nm)

カラム① : シアノプロピルシリル化シリカゲル (粒径 5 μ m) 内径 4.0 mm、長さ 150 mm

カラム② : オクタデシルシリル化シリカゲル (粒径 5 μ m)、内径 4.6 mm、長さ 250 mm

カラム温度：40℃

移動相：

A：アセトニトリル、B：0.03 mol/L リン酸緩衝液 (pH3.0)、C：水

カラム①とカラム②を離した状態で、試験溶液を注入後、A28%、B72%、流速 1 mL/分で操作し、ピリチオバックナトリウム塩の保持時間直前（注入から 8～10 分後）にカラム①とカラム②をつなぎ、ピリチオバックナトリウム塩をカラム①からカラム②に移す。

ピリチオバックナトリウム塩がカラム②に移動した後、カラム①とカラム②を切り離し、カラム①を A 75%、C 25%、流速 2 mL/分で 5 分間洗浄する。次いで、A 43%、B 57%、流速 2 mL/分で 10 分間調整した後、同移動相、流速 1 mL/分で 1 分間調整する。

再びカラム①とカラム②をつなぎ、A 43%、B 57%、流速 1 mL/分で操作し、ピリチオバックナトリウム塩を溶出させる。

次いで、両カラムを A 75%、C 25%、流速 1 mL/分で 15 分間洗浄した後、A 43%、B 57%、流速 1 mL/分で調整する。

カラム①とカラム②を離し、カラム①を A 28%、B 72%、流速 2 mL/分で 5 分間調整した後、流速 1 mL/分で 1 分間調整する。

注入量：100 μL

保持時間の目安：37 分

LC/MS/MS

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

カラム温度：30℃

移動相：A 液及び B 液について下の表の濃度勾配で送液する。

A 液：1% 酢酸

B 液：アセトニトリル

時間(分)	A 液(%)	B 液(%)
0	85	15
1	85	15
17	40	60
18	10	90
25	10	90
35	終了	

流量：1.0 mL/分

イオン化モード：APCI

主なイオン(m/z)：ESI(+) プリカーサーイオン327、プロダクトイオン309

注入量：100 μ L

保持時間の目安：15分

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

試料からピリチオバックナトリウム塩をアセトニトリル及び 0.01 mol/L 炭酸アンモニウム溶液 (2 : 1) 混液で抽出し、ジクロロメタンで洗浄した後、トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム及びオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムで精製し、カラムスイッチングシステム付き HPLC-UV 又は LC/MS (LC/MS/MS) で測定し、LC/MS (LC/MS/MS) で確認する方法である。

2) 注意点

- ① 本法は DuPont 社が開発した、綿実を対象とした試験法である。Sumpter, S.R.らの方法ではカラムスイッチングシステム付き HPLC で測定している。LC/MS/MS の条件は、Bramble, F.Q.らの報告を引用した。
- ② 0.03 mol/L リン酸緩衝液 (pH3.0) は毎日使用前に 0.45 μ m のフィルターでろ過する
- ③ 試験溶液の調製時は、アセトニトリル及び 0.03 mol/L リン酸緩衝液 (28 : 72) 混液に溶解する前の状態で冷蔵保存可能である。

11. 参考文献

Bramble, F.Q.ら, Analytical method for the determination of pyriithiobac sodium in cotton gin trash using ASE extraction and LC/MS/MS analysis, DuPont 社報告、
http://www.epa.gov/oppbead1/methods/rammethods/2001_035M.tif

12. 類型

D (Sumpter,S.R.ら, Improved analytical enforcement method for the determination of KIH-2031(DPX-PE350) residues in cottonseed using column-switching liquid chromatography, DuPont 社報告、
http://www.epa.gov/oppbead1/methods/rammethods/1994_001M.tif)

ベンチアバリカルブイソプロピル試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

ベンチアバリカルブイソプロピル

2. 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）

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

ベンチアバリカルブイソプロピル標準品 本品はベンチアバリカルブイソプロピル 98%以上を含み、融点は152℃である。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 穀類、豆類及び種実類の場合

試料 10.0 g に水 20 mL を加え、2 時間放置する。これにアセトン 100 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン 50 mL を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせて、アセトンを加え正確に 200 mL とする。この 20 mL を 40℃以下で約 1 mL まで濃縮する。

② 果実及び野菜の場合

試料 20.0 g にアセトン 100 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン 50 mL を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせて、アセトンを加え正確に 200 mL とする。この 10 mL を 40℃以下で約 1 mL まで濃縮する。

③ 茶の場合

試料 5.00 g に水 20 mL を加え、2 時間放置する。これにアセトン 100 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン 50 mL を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせて、アセトンを加え正確に 200 mL とする。この 40 mL を 40℃以下で約 1 mL まで濃縮する。

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）にアセトニトリル及び水各 10 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに 1) で得られた濃縮液に水 10 mL を加えたものを注入した後、容器をアセトニトリル及び水（3：7）混液 10 mL で洗い、洗液をカラムに注入し、流出液は捨てる。次いでアセトニトリル及び水（1：1）混液 10 mL を注入し、溶出液にアセトニトリル及び水（1：1）混液を加えて正確に 10 mL としたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ベンチアバリカルブイソプロピル標準品の 0.001～0.02 mg/L を含むアセトニトリル及び水（1：1）混液の標準溶液を数点調製し、それぞれ 5 μL を LC/MS に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液 5 μL を LC/MS に注入し、5 の検量線でベンチアバリカルブイソプロピルの含量を求める。

7. 確認試験

LC/MS 又は LC/MS/MS により確認する。

8. 測定条件

1) LC/MS

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径 5 μ m）、内径 2.1 mm、長さ 150 mm

カラム温度：40°C

移動相：アセトニトリル及び水（9：11）混液

移動相流量：0.2 mL/分

イオン化モード：ESI（+）又は ESI（-）

主なイオン（ m/z ）：382（+）又は 380（-）

注入量：5 μ L

保持時間の目安：10 分

2) LC/MS/MS

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径 5 μ m）、内径 2.1 mm、長さ 150 mm

カラム温度：40°C

移動相：アセトニトリル及び水（1：1）混液

移動相流量：0.2 mL/分

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（ m/z ）：プリカーサーイオン 382、プロダクトイオン 180、72

注入量：1 μ L

保持時間の目安：7 分

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

ベンチアバリカルブイソプロピルを試料からアセトンで抽出し、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムで精製した後、LC/MS で定量し、LC/MS 又は LC/MS/MS で確認する方法である。

2) 注意点

① 精製が不十分な場合は、グラファイトカーボンミニカラム（500 mg）による精製をオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムの前に追加するとよい。

操作概要：抽出液を 10 mL（穀類の場合は 20 mL、茶の場合は 40 mL）分取し、これを予めアセトンで洗浄したグラファイトカーボンミニカラムに負荷し、アセトン 10 mL を注入する。全溶出液を濃縮し、水 10 mL を加え、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムに負荷する。

② LC/MS/MS で測定する場合はプロダクトイオンについて m/z ：180 を定量イオン、 m/z ：72 を確認イオンとする。

11. 参考文献

なし

12. 類型

C