

農作物:LC/MS一斉分析法の検出結果(1)相対保持時間,分子量,測定イオン,測定限界
(方法I)

番号 (最終 案)	農薬名	農薬名	相対保持 時間 (分)	分子量	LC/MS モニターイオン (m/z)						LC/MS/MS モニターイオン(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			ネガティブ測定			LC/MS	LC/MS/MS				
					定量	定性		定量	定性		親	子(定量)	子(定性)	親	子(定量)	子(定性)						
27	アザメチホス	Azamethiphos	0.82	324	325	347	215	183				325	183	112					0.003	0.002		
32	アジンホスメチル	Azinphos-methyl	1.05	317	318	160	132				318	160	77	132					0.005	0.003		
41	アニロホス	Anilofos	1.22	367	368	390	199	157				368	199	125					0.003	0.001		
42	アバメクチン (アベルメクチンB1a)	Abamectin (avermectin B1a)	1.46	872	896	891	567	305				891	567	305	568				0.024	0.026		
67	イソキサフルトール	Isoxaflutole	1.00	359	377	360	283	251			-358	-359	360	251	360	144			0.004	0.003		
74	イプロバリカルブ	Iprovalicarb	1.15	320	321	343	119					321	119	203					0.002	0.001		
84	イミダクロプリド	Imidacloprid	0.53	255	256	209	175					256	209	175					0.008	0.005		
88	インドキサカルブ	Indoxacarb	1.28	527	528	550	203	150				528	150	203					0.002	0.004		
110	塩酸ホルメタネート	Formetanate hydrochloride	0.45	221	222	165						222	165	93	65				0.002	0.001		
123	オキシカルボキシ	Oxycarboxin	0.62	267	268	207	175					268	175	147					0.004	0.001		
126	オキシデメトン-メチル	Oxydemeton-methyl	0.42	246	247	169						247	169	127	109				0.006	0.001		
134	オリザリン	Oryzalin	1.17	346							-345	-346	-78				-345	-281	-78	-147	0.003	0.001
148	チオファネート-メチル	Thiophanate-methyl	0.81	342	343	344	151					343	151	93					0.009	0.001		
152	キザロホップ-p-テフルル	Quizalofop-p-tefuryl	1.30	428	429	431	299					429	299	85					0.002	0.001		
170	クロキントセットメキシル	Cloquintocet-mexyl	1.34	335	336	358	238					336	238	192	179				0.014	0.001		
173	クロジナホップ-プロパルギル	Clodinafop-propargyl	1.21	349	350	266						350	266	91					0.002	0.001		
176	クロチアニジン	Clothianidin	0.54	249	250	169					-248	-58	250	169	132				0.002	0.002		
183	クロマフェノジド	Chromafenozide	1.15	394	395	175						395	175	339	147				0.002	0.001		
184	クロメプロップ	Clomeprop	1.33	323	324	346	120				-322	-175	324	120	203	105			0.004	0.006		
186	クロリダゾン	Chloridazon	0.61	221	222	244	104	65				222	92	65	77				0.004	0.002		
220	シアゾファミド	Cyazofamid	1.18	324	325	140	108					325	108	325	261				0.005	0.001		
273	シフルフェナミド	Cyflufenamide	1.25	412	413	435	295	241				413	295	241	203				0.005	0.001		
285	シメコナゾール	Simeconazole	1.16	293	294	295	135					294	70	73					0.002	0.002		
288	ジメチリモール	Dimethirimol	0.96	209	210	232	140	71				210	71	140					0.001	0.001		
347	チアクロプリド	Thiacloprid	0.64	252	253	255	126					253	126	90	73				0.004	0.002		
350	チアベンダゾール	Thiabendazole	0.75	201	202	203	175					202	175	131					0.001	0.001		
352	チアメトキサム	Thiamethoxam	0.44	291	292	211	314					292	211	181					0.003	0.004		
386-1	トラルコキシジム(異性体1)	Tralkoxydim (isomer1)	0.94	329	330	284											-328	-254	-66	0.009	0.001	
386-2	トラルコキシジム(異性体2)	Tralkoxydim (isomer2)	1.08	329	330	331	170					330	138	284			-328	-254	-66	0.001	0.000	
396	トリチコナゾール	Triticonazole	1.15	317	318	320	70					318	70	318	125				0.004	0.003		
397-1	トリデモルフ(異性体1)	Tridemorph (isomer1)	1.56	297	298	130	299					298	130	57	98				0.009	0.012		
397-2	トリデモルフ(異性体2)	Tridemorph (isomer2)	1.57	297	298	299						298	130	98					0.053	0.105		
420	ナプロアニリド	Naproanilide	1.19	291	292	293	171					292	171	120			-290	-143	-93	0.003	0.001	
483	ピラゾリネート	Pyrazolynate	1.26	438	439	441	173					439	91	229	173				0.004	0.001		
488	ピリチオバックNa塩	Pyriothiobac-sodium	0.81	326	327	329	309					327	309	139			-325	-155	-281	0.006	0.003	
490	ピリフタリド	Pyrifthalid	1.05	318	319	320	139					319	139	179	93				0.001	0.001		
508	フェノキシカルブ	Fenoxycarb	1.20	301	302	116						302	116	88					0.005	0.001		
513-1	フェリムゾン(E)	Ferimzone E	1.10	254	255	277	132					255	132	91					0.002	0.001		
513-2	フェリムゾン(Z)	Ferimzone Z	1.11	254	255	277	132	124				255	124	91	132				0.001	0.001		
526	フェンメディファム	Phenmedipham	1.03	300	301	136	168					318	301	168	136				0.003	0.001		
529	ブタフェナシル	Butafenacil	1.15	474	492	475	349	331	180			492	331	180					0.001	0.001		
539	フラチオカルブ	Furathiocarb	1.32	382	383	405	252					383	252	195					0.004	0.001		
627-1	ベンゾビシクロン	Benzobicyclon	1.13	446	447	469	229					447	229	257					0.002	0.004		
628	ベンゾフェナップ	Benzofenap	1.31	430	431	433	119	105				431	105	119					0.003	0.002		
657-1	ミルベメクチンA3	Milbemectin A3	1.43	528	546	511	493					551	547	511	240	493	337		0.031	0.012		
657-2	ミルベメクチンA4	Milbemectin A4	1.47	542	560	525	507					565	561	525	240	507	337		0.092	0.039		
679	メトキシフェノジド	Methoxyfenozide	1.12	368								-367	-368	-149	369	149	91	-367	-149	-105	0.002	0.001
700	ラクトフェン	Lactofen	1.32	461	479	481	344					479	344	223					0.004	0.002		
不検出	プロファミ	Propham	0.96	179	170	138	120					180	138	120	92				0.014	0.004		

(方法Ⅱ)

番号 (最終 案)	農薬名	農薬名	相対保持 時間 (分)	分子量	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			ネガティブ測定			LC/MS	LC/MS/MS		
					定量	定性		定量	定性		親	子(定量)	子(定性)	親	子(定量)	子(定性)				
3	1-ナフタレン酢酸	1-Naphthaleneacetic acid	0.63	186															0.486	0.073
11	4-クロロフェノキシ酢酸	4-CPA	0.55	186															0.117	0.011
16	MCPB	MCPB	0.97	228															0.278	0.012
21	アイオキシニル	Ioxynil	0.73	371															0.001	0.003
28	アシフルオルフェン	Acifluorfen	1.04	361															0.031	0.023
77	イマザキン	Imazaquin	0.54	311	312	267						312	267	199	128	86			0.001	0.001
79	イマザビル	Imazapyr	0.21	261	262	217						262	217		86				0.012	0.002
148	カルベンダジム	Carbendazim	0.66	191	192	160						192	160		132				0.002	0.001
181	クロプロップ	Cloprop	0.64	200															0.088	0.023
185	クロランスラム-メチル	Cloransulam-methyl	0.81	429	430	398						430	398	370	153				0.008	0.006
232	シクラニリド	Cyclanilide	0.92	273															0.005	0.002
237	ジクロスラム	Diclosulam	0.84	405	406	161						406	161		378				0.017	0.003
245	ジクロルプロップ	Dichlorprop	0.86	234															0.057	0.012
281	ジベレリン	Gibberellin	0.48	346															0.066	0.055
357	チジアズロン	Thidiazuron	0.84	220								221	102		128				0.002	0.002
359	チフェンスルフロン-メチル	Thifensulfuron-methyl	0.50	387	388	167						388	167		126	56			0.013	0.001
393	トリクロビル	Triclopyr	0.81	255															0.132	0.006
400	トリフルスルフロン-メチル	Triflusaluron-methyl	0.92	492	493	264						493	264		96				0.005	0.001
456	ハロキシホップ	Haloxypop	1.08	361	362	316						362	316		288	91			0.010	0.002
570	フルメツラム	Flumetsulam	0.44	325	326	129						326	129		326	109			0.008	0.005
573	フルロキシビル	Fluroxypyr	0.48	254															0.421	0.116
599	ブロモキシニル	Bromoxynil	0.57	275															0.002	0.011
605	フロラスラム	Florasulam	0.55	359	360	129						360	129		360	82			0.012	0.003
627-2	ベンゾビスシクロン代謝物	Benzobicyclon metabolite	0.46	354	355	197						355	165		81	69			0.008	0.005
642	ホメサフェン	Fomesafen	1.04	438															0.008	0.005
646	ホルクロルフェニuron	Forchlorfenuron	1.00	247	248	129						248	129		93				0.004	0.001
661-1	メコプロップ(MCPP)	Mecoprop(MCPP)	0.85	214															0.028	0.005
661-2	メコプロップ(MCPP-P)	Mecoprop(MCPP-P)	0.85	214															-	0.036
671	メタミロン	Metamitron	0.56	202	203	175						203	175		104				0.005	0.003

◎番号は、暫定基準最終案のNo, 「不検出」は食品中において「不検出」とする農薬を示す。異性体がある農薬は、保持時間順に番号を付けて示した。

◎全てのデータは、異なる2機関においてLC/MS, LC/MS/MS, またはその両者を用いて求めた値であり、担当した機関は農薬毎に異なる。

◎相対保持時間はイソキサフルトールを1とした相対値であり、3~5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, 装置が異なる)での平均値を示した。イソキサフルトールの保持時間は、15~18分であった。

◎分子量は単一同位体分子量を示した。

◎モニターイオンは2機関で使用したイオンについて重複したものを省いて示した。

◎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、2~3機種で求めた値の中で最も小さい値を示した。但し、方法ⅡのLC/MSは1機種で求めた値である。

また、モニター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者を示した農薬については、両者の区別なく、最小の測定限界を示した。

◎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、測定限界0.05ngが試料中0.01ppmに相当する。

◎本表には、農作物に暫定基準案が示されていない農薬、暫定基準案に含まれていない代謝物及び規制対象が明確でない異性体が含まれている。

(方法Ⅱ)

No. (最終案)	農薬名	添加濃度 ($\mu\text{g/g}$)	平均回収率 (%) n=3															平均回収率の分布					判定	備 考
			玄米		大豆		ばれいしょ		ほうれんそう		キャベツ		りんご		オレンジ		最小	25%	中央	75%	最大			
			I	II	I	II	I	II	I	II	I	II	I	II	I	II								
3	1-ナフタレン酢酸	0.5	76	94	81	72	78	92	79	85	80	79	70	92	72	88	70	77	79	87	94	A		
11	4-クロロフェノキシ酢酸	0.1-0.2	69	69	44	36	88	88	76	104	80	96	86	87	91	112	36	71	86	90	112	A		
16	MCPB	0.2-0.5	76	99	63	64	73	83	69	78	74	90	78	89	72	86	63	72	77	85	99	A		
21	アイオキシニル	0.1	74	83	57	85	71	86	30	79	68	74	69	91	44	87	30	68	74	84	91	A		
28	アシフルオルフェン	0.1	97	126	252	204	86	173	75	104	75	92	81	98	98	142	75	88	98	138	252	A	大豆でイオン化促進傾向	
77	イマザキン	0.1	97	64	86	73	83	69	87	113	53	55	96	93	63	107	53	65	85	95	113	A		
79	イマザビル	0.1-1	50	50	74	41	73	71	67	64	54	50	50	66	65	67	41	50	65	67	74	B-2		
148	カルベンダジム	0.1	57	48	55	45	54	60	54	70	46	53	62	58	48	69	45	49	54	59	70	B-2		
181	クロブロップ	0.1-0.5	77	93	77	85	76	98	73	104	77	81	72	88	63	156	63	76	79	92	156	A		
185	クロランスラム-メチル	0.1	110	98	71	66	100	96	94	104	82	89	90	93	112	96	66	89	95	100	112	A		
232	シクラニリド	0.1	98	91	84	71	90	105	75	85	77	91	89	94	81	104	71	82	90	93	105	A		
237	ジクロスラム	0.1	102	92	82	73	96	88	86	96	76	83	92	88	91	65	65	82	88	92	102	A		
245	ジクロルブロップ	0.1-0.2	100	97	101	119	100	106	88	102	93	118	87	99	86	163	86	94	100	105	163	A	大豆でイオン化促進傾向	
281	ジベレリン	0.2-0.5	73	83	68	127	88	86	76	87	65	223	82	82	69	97	65	74	82	88	223	A		
357	チジアズロン	0.1	77	85	73	83	68	72	53	50	66	81	79	84	66	86	50	66	75	82	86	A		
359	チフェンスルフロン-メチル	0.1	125	97	116	186	125	101	112	174	70	108	122	98	122	224	70	103	119	125	224	A	大豆、ホウレンソウ、オレンジでイオン化促進傾向	
393	トリクロビル	0.5	85	94	79	48	86	98	81	84	81	98	86	105	89	114	48	82	86	97	114	A		
400	トリフルスルフロン-メチル	0.1	138	110	141	104	120	116	98	128	86	101	91	94	114	134	86	99	112	126	141	A	ジャガイモ、オレンジでイオン化促進傾向	
456	ハロキシホップ	0.1	96	86	77	65	90	81	75	89	79	83	82	91	91	70	65	78	82	90	96	A		
570	フルメツラム	0.1	110	89	89	167	103	92	95	108	89	65	98	87	101	104	65	89	97	104	167	A		
573	フルロキシビル	0.5-1	67	80	69	109	83	96	67	100	66	75	78	85	59	89	59	68	79	88	109	A		
599	プロモキシニル	0.1	80	88	11	17	77	89	49	94	65	90	75	89	47	82	11	53	78	89	94	A	大豆でイオン化阻害の傾向	
605	フロラスラム	0.1	99	86	79	115	97	87	80	112	83	71	90	83	96	68	68	81	86	97	115	A		
627-2	ベンゾピシクロン代謝物	0.1	95	78	81	119	100	88	75	90	80	74	78	91	110	76	74	78	84	94	119	A		
642	ホメサフェン	0.1	103	116	338	88	85	108	59	117	69	80	91	80	107	104	59	82	97	108	338	A	オレンジでイオン化促進傾向	
646	ホルクロルフェニユロン	0.1	90	66	99	38	84	62	74	89	75	71	89	89	70	56	38	67	74	89	99	A		
661-1	メコブロップ(MCPP)	0.1	90	101	85	100	93	94	81	89	78	98	94	98	73	160	73	86	93	98	160	A		
661-2	メコブロップ(MCPP-P)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-		
671	メタミトロン	0.1	53	50	79	42	46	35	45	68	47	45	66	65	40	48	35	45	48	62	79	C		

◎番号は、暫定基準最終案のNo.「現」は残留基準が定められているものであって、暫定基準を設定しなかった農薬。

「不検出」は食品中において「不検出」とする農薬を示す。異性体がある農薬は、保持時間順に番号を付けて示した。

◎回収率は、各機関においてそれぞれの試料につき、n=3で添加回収試験を行ったときの平均値を示した。

◎作物名の下に I、II、III は検討した機関であり、農薬によって異なる。

◎添加回収試験において、同一試験溶液をLC/MS、LC/MS/MSの両方で測定した場合は、LC/MS/MSのデータを採用した。

◎異性体混合物である農薬の回収率は全異性体のピーク面積の和で算出し、異性体1の行に示した。

◎-: 検討せず。

◎*: 妨害、ブランク値が高いため測定せず。

◎判定は、下記の基準で示した。

A: 平均回収率の中央値が70%以上、120%以下

B-1: 平均回収率の中央値が120%より大きい

B-2: 平均回収率の中央値が50%以上、70%未満

C: 平均回収率の中央値が50%未満

◎本表には、農作物に暫定基準案が示されていない農薬、暫定基準案に含まれていない代謝物及び規制対象が明確でない異性体が含まれている。