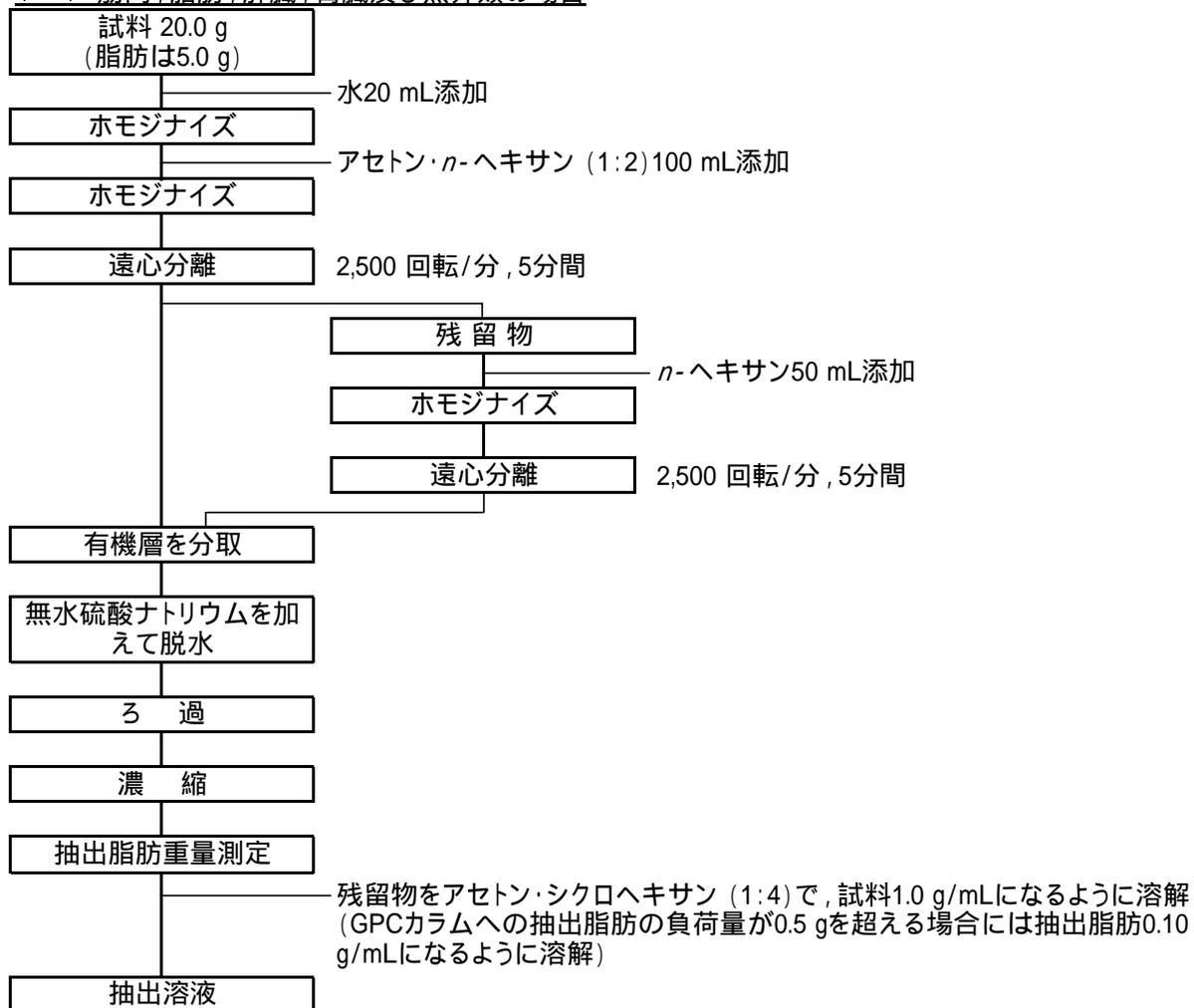


(別添)

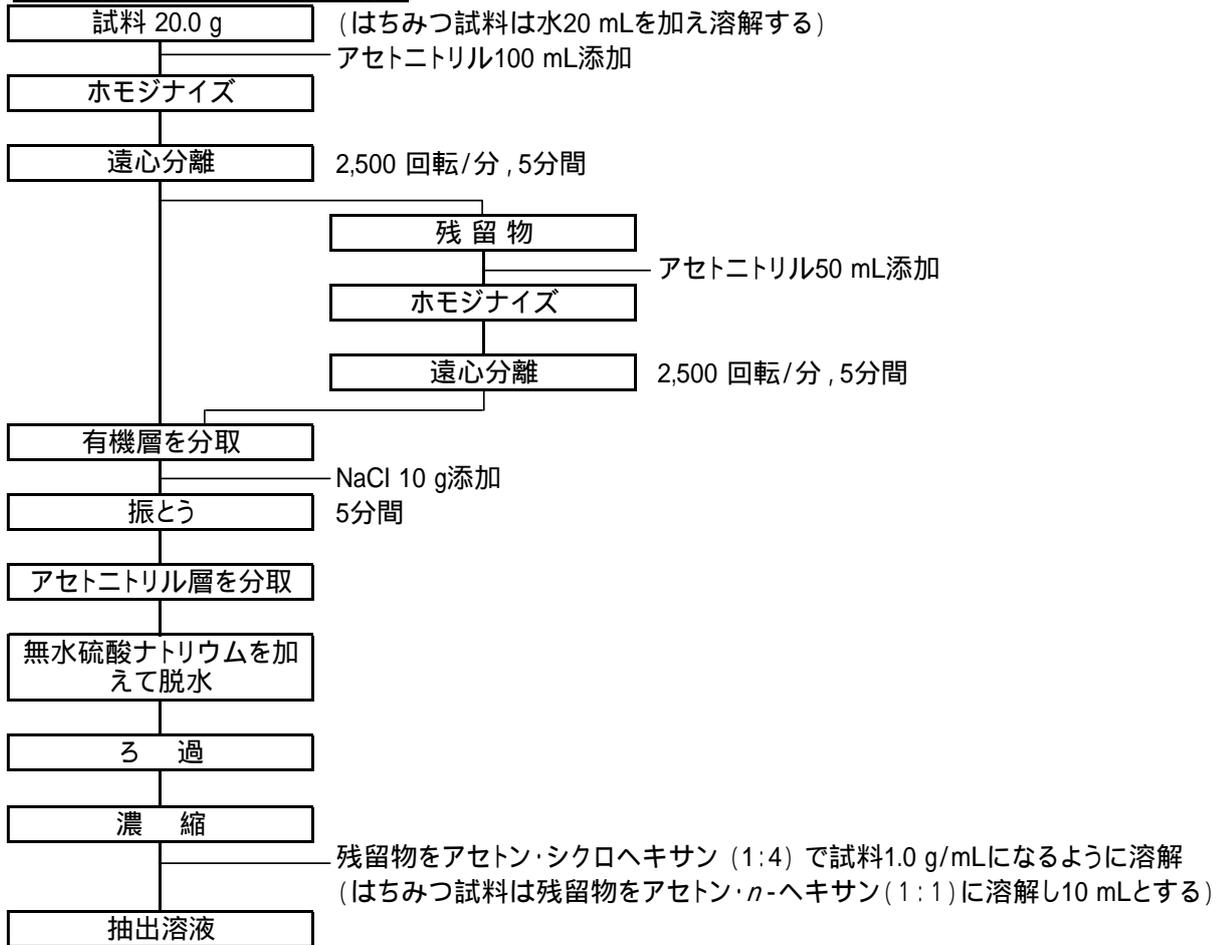
畜水産物中の残留農薬LC/MS(/MS)一斉分析法

1. 抽出

1-1 筋肉, 脂肪, 肝臓, 腎臓及び魚介類の場合

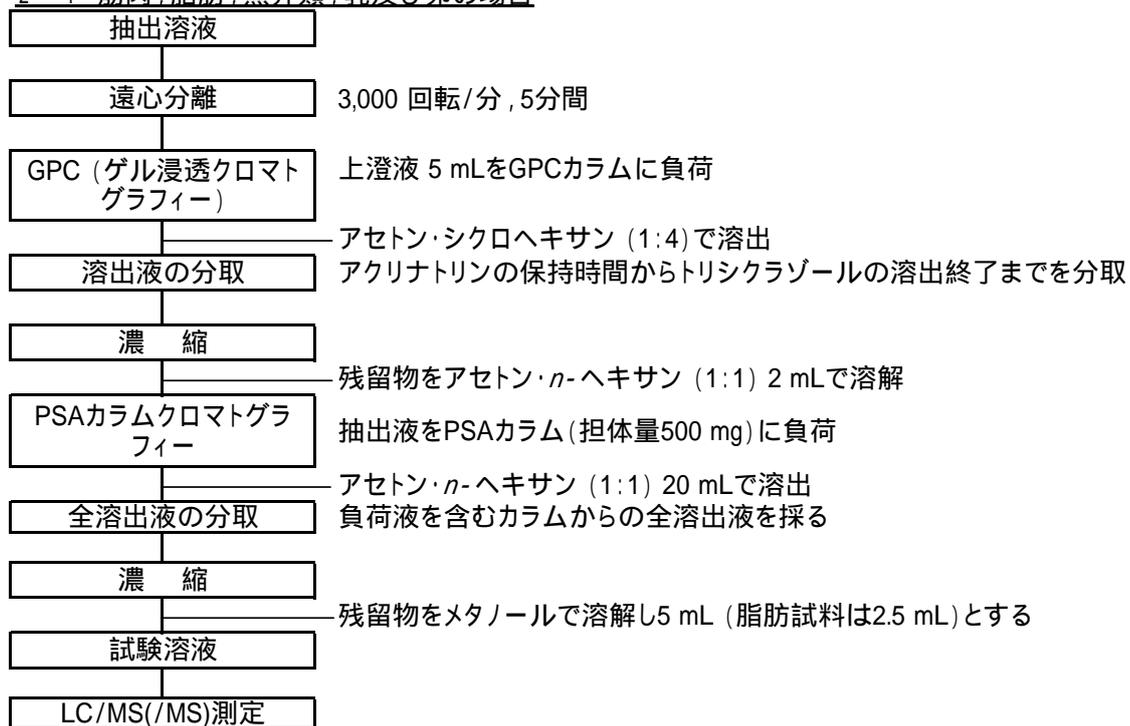


1 - 2 乳、卵及びはちみつの場合

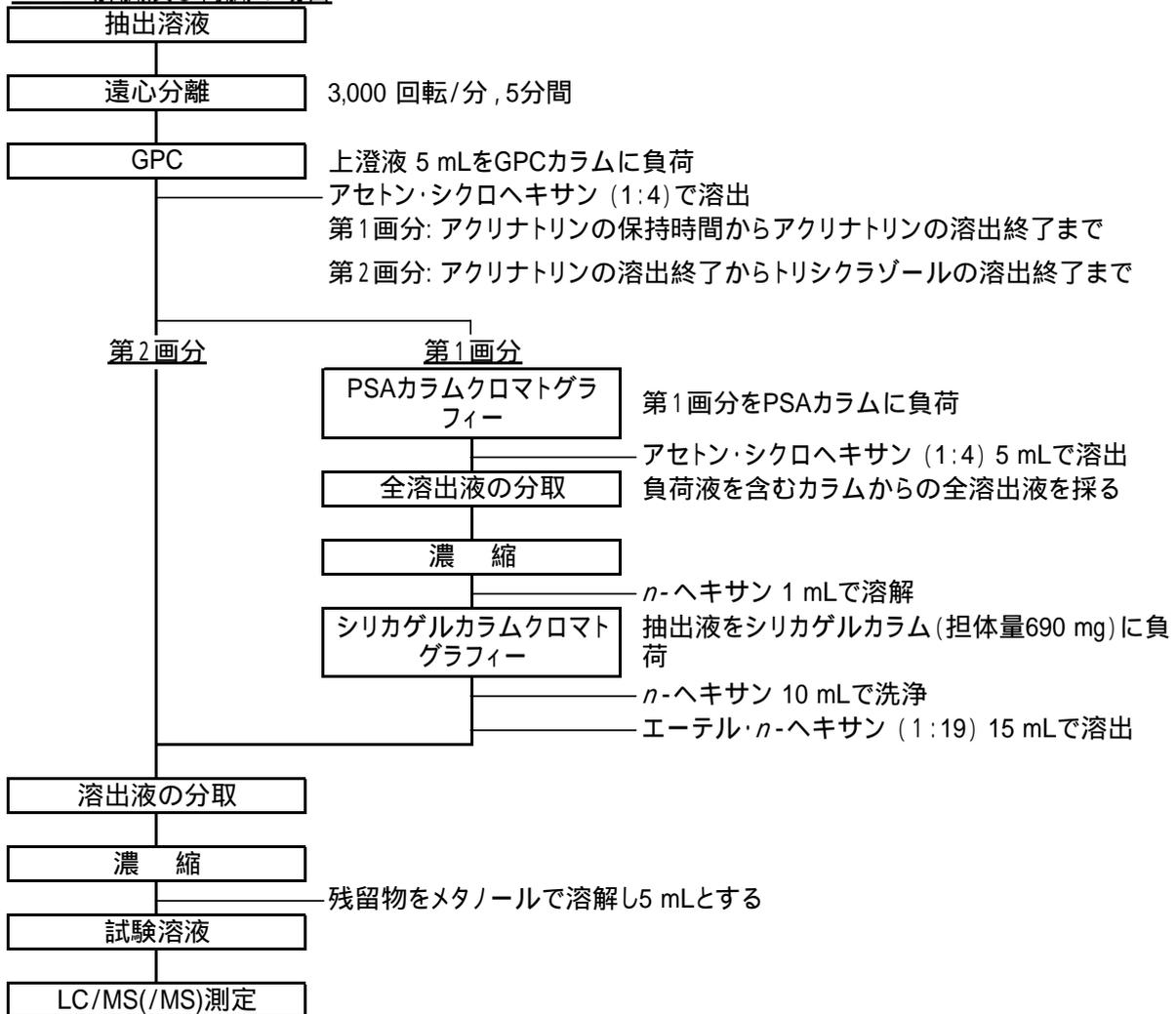


2. 精製及び定量

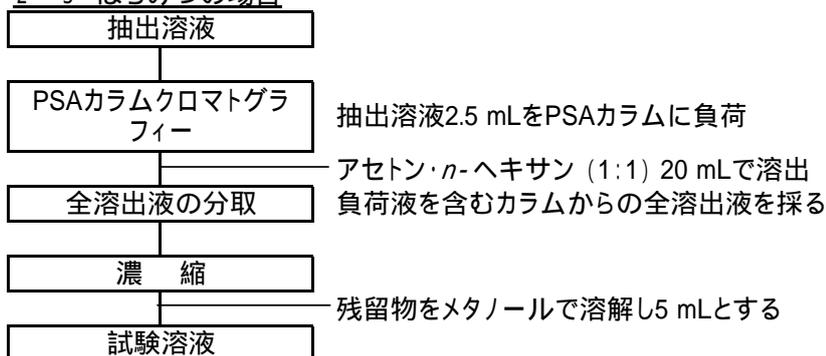
2-1 筋肉、脂肪、魚介類、乳及び卵の場合



2 - 2 肝臓及び腎臓の場合



2 - 3 はちみつの場合



3. GPC条件の例

カラム: CLNpak EV-G (20 mm i.d. × 100 mm) + CLNpak EV-2000 (20 mm i.d. × 300 mm)

移動相: アセトン・シクロヘキサン (1:4)

流速: 5 mL/min

カラム温度: 40

注入量: 5 mL

分取範囲:

筋肉, 脂肪, 魚介類, 乳及び卵の場合: 58 ~ 165 mL

肝臓, 腎臓の場合: 第1画分, 58 ~ 65 mL; 第2画分, 65 ~ 165 mL

4. LC/MS(/MS)のHPLC条件の例

カラム: C18 (内径 2.0 ~ 2.1 mm, 長さ 150 mm, 粒径 3.0 ~ 3.5 μm)

カラム温度: 40

移動相流量: 0.20 mL/min

注入量: 5 μL

移動相グラジエント

(3液の場合)

溶媒 A: 水

溶媒 B: メタノール

溶媒 C: 100 mmol/L 酢酸アンモニウム

(2液の場合)

A: 5 mmol/L 酢酸アンモニウム含有水

B: 5 mmol/L 酢酸アンモニウム含有メタノール

時間	A (%)	B (%)	C (%)	A (%)	B (%)
0 min	80	15	5	85	15
1 min	55	40	5	60	40
3.5 min	55	40	5	60	40
6 min	45	50	5	50	50
8 min	40	55	5	45	55
17.5 min	0	95	5	5	95
30 min	0	95	5	5	95
30 min	80	15	5	85	15

分析時間: 47 min

畜水産物：LC/MS一斉分析法の検討結果（1）相対保持時間，測定イオン，測定限界

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		
					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（定量）			
14	EPTC	EPTC	1.23	189					190		128		86				0.0234
27	アザメチホス	azamethiphos	0.79	324					325		183		139	112			0.0005
46	アミトラズ	amitraz	1.45	293					294		163		253	122			0.0003
48	アメトリン	ametryn	1.09	227					228		186		96				0.0003
52	アラマイト	aramite	1.36	334					357		191		167	105			0.0005
54	アルジカルブ	aldicarb	0.70	190					213	208	116	89	116	89			0.0128
55	アルドキシカルブ	aldoxycarb	0.37	222					223		86		148	76			0.0089
67	イソキサフルトール	isoxaflutole	1.00	359	360				360		251		220			0.043	0.0005
96	エトキサゾール	etoxazole	1.41	359					360		141		304	177			0.0001
97	エトキシキン	ethoxyquin	1.19	217					218		174	148	160				0.0118
106	エボキシコナゾール	epoxiconazole	1.19	329					331	330	121		123	101			0.0002
121	オキサミル	oxamyl	0.39	219					237		90	72	90	72			0.0085
122	オキサベトリニル	oxabetrinil	1.08	232					233		147		87	77			0.0020
126	オキシデメトンメチル	oxydemeton-methyl	0.40	246					247		169		109	105			0.0009
144	カルバリル	carbaryl	0.89	201					202		145	127	146	117			0.0023
145	カルフェントラゾンエチル	carfentrazone-ethyl	1.23	411					412		346		366				0.0004
147	カルベタミド	carbetamide	0.75	236					237		192	118	120	118			0.0054
148-1	カルベンダジム	carbendazim	0.63	191					192		160		132				0.0011
148-2	チオファネートメチル	thiophanate-methyl	0.81	342					343		151		311	93			0.0005
150	カルボスルファン	carbosulfan	1.50	380					381.5	381	118		160				0.0005
151-1	カルボフラン	carbofuran	0.86	221	222				222		165		123			0.008	0.0005
151-2	3-ヒドロキシカルボフラン	carbofuran-3-hydroxy	0.54	237					238		163		181				0.0027
152-1	キザロホップエチル	quizalofop-ethyl	1.34	372					374		300	299	272	91			0.0005
152-2	キザロホップ-p-テフリル	quizalofop-p-tefuryl	1.32	428					429		85		299				0.0008
167-1	クレトジム(異性体1)	clethodim (isomer1)	0.93	359					360		164		268	166			0.0060
167-2	クレトジム(異性体2)	clethodim (isomer2)	1.05	359					360		164		268	166			0.0021
170	クロキントセットメキシル	cloquintocet-mexyl	1.37	335					337	336	239	238	193	192			0.0002
173	クロジナホッププロパルギル	clodinafop-propargyl	1.23	349					350		266		238	91			0.0002
176	クロチアニジン	clothianidin	0.49	249					250		169		132				0.0022
180	クロフェンテジン	clofentezine	1.29	302					303		138		102				0.0005
186	クロリダゾン	chloridazon	0.56	221					222		104		92				0.0017
198	クロルブファム	chlorbufam	1.08	223					224		172		154				0.0006
199	クロルフルアズロン	chlorfluzaron	1.43	539					540		383		158				0.0007
204	クロルメコート	chlormequat	0.15	122					123	122	59		63	59			0.0866
227	ジウロン	diuron	1.00	232					233		72		233				0.0091
246	ナレド	naled	1.03	378					381		127		109				0.0024
276	ジフルベンズロン	diflubenzuron	1.21	310					311		158		141				0.0005
279	シプロジニル	cyprodinil	1.26	225					226		108	93	118	93			0.0021
291-1	ジメトモルフ (E)	dimethomorph E	1.10	387					388		301		165				0.0005

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(定量)		
291-2	ジメトモルフ (Z)	dimethomorph Z	1.13	387					388	301	165					0.0002
293	シモキサニル	cymoxanil	0.60	198					199	128	111					0.0024
329-1	セトキシジム(異性体1)	sethoxydim (isomer1)	0.89	327					328	178	220	180				0.0432
329-2	セトキシジム(異性体2)	sethoxydim (isomer2)	1.11	327					328	178	220	180				0.0004
344	ダイアレート	di-allate	1.32	269					270	86	143	109				0.0088
347	チアクロプリド	thiacloprid	0.62	252					253	126	90					0.0011
350	チアベンダゾール	thiabendazole	0.74	201					202	175	131					0.0005
352	チアメトキサム	thiamethoxam	0.42	291					292	211	246	181				0.0017
357	チジアズロン	thidiazuron	0.82	220					221	102	128	94				0.0029
371	テブチウロン	tebuthiuron	0.86	228					229	172	116					0.0003
372	テブフェノジド	tebufenozide	1.21	352					353	297	133	297	133			0.0008
374-1	テプラロキシジム(異性体1)	tepraloxydim (isomer1)	0.57	341					342	250	166					0.0449
374-2	テプラロキシジム(異性体2)	tepraloxydim (isomer2)	0.79	341	342				342	250	166					0.080 0.0037
376	テフルベンズロン	teflubenzuron	1.31	380			-379		380.8	158	141					0.004 0.0029
397-1	トリデモルフ(異性体1)	tridemorph (isomer1)	1.51	297	298				298.2	130	98.1					0.036 0.0175
397-2	トリデモルフ(異性体2)	tridemorph (isomer2)	1.55	297	298				298.2	130	98.1					0.0190
401-1	トリフルミゾール	triflumizole	1.28	345	346				345.9	277.9	73.2					0.006 0.0003
401-2	トリフルミゾール代謝物	triflumizole metabolite	1.12	294	295											0.003
402	トリフルムロン	triflumuron	1.23	358	359				358.8	155.9	139					0.057 0.0003
404	トリフロキシストロビン	trifloxystrobin	1.27	408	409				408.9	186	145					0.001 0.0002
409-1	トリホリン(異性体1)	triforine (isomer1)	1.03	432	390	392			435.4	390.1	97.1					0.061 0.0163
409-2	トリホリン(異性体2)	triforine (isomer2)	1.05	432	390	392			435.4	390.1	97.1					0.0390
437	ノバルロン	novaluron	1.28	492			-491		492.7	157.9	141					0.007 0.0012
443	バーバン	barban	1.11	257	258				257.9	177.9	143					0.212 0.0110
455	パルベンダゾール	parbendazole	1.16	247	248				248	215.9	173					0.025 0.0001
456	ハロキシホップ	haloxyfop	1.07	361			-360		361.9	315.9	91.1					0.027 0.0025
471	ピノキサデン	pinoxaden	1.19	400	401											0.002
478	ピメトロジン	pymetrozine	0.48	217	218				218	104.9	79.2					0.007 0.0004
479	ピラクロストロビン	pyraclostrobin	1.23	387	388				387.9	193.9	163					0.008 0.0004
482	ピラゾホス	pyrazophos	1.24	373	374				373.9	222	194					0.020 0.0019
489-1	ピリデート	pyridate	1.41	378	379				378.9	206.9	351					0.007 0.0010
489-2	ピリデート代謝物	pyridate metabolite	0.52	206	207	156										0.047
495	ピリメタニル	pyrimethanil	1.08	199	200				199.9	107	182					0.007 0.0059
500	ピンドン	pindone	0.77	230			-229					-229	-115.9	-172.1		0.011 0.0111
513-1	フェリムゾン (E)	ferimzone E	1.09	254	255				255.1	132	91.1					0.002 0.0002
513-2	フェリムゾン (Z)	ferimzone Z	1.10	254	255				255.1	132	91.1					0.002
514	フェンアミドン	fenamidone	1.08	311	312				312	91.98	236					0.003 0.0003
520-1	フェンピロキシメート (E)	fenpyroximate E	1.37	421	422				421.9	365.9	135					0.005 0.0002
520-2	フェンピロキシメート (Z)	fenpyroximate Z	1.32	421	422				421.9	366	138					0.007 0.0003
524	フェンプロピモルフ	fenpropimorph	1.44	303	304				304.1	147.1	130					0.001 0.0007
526	フェンメディファム	phenmedipham	1.04	300	301	318			318	167.9	136					0.029 0.0002

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(定量)		
529	ブタフェナシル	butafenacil	1.14	474	492				491.8	330.9	180				0.004	0.0003
533-1	ブトロキシジム(異性体1)	butroxydim (isomer1)	1.01	399					400	137.9	354				0.1006	
533-2	ブトロキシジム(異性体2)	butroxydim (isomer2)	1.08	399					400	137.9	354				0.0003	
539	フラチオカルブ	furathiocarb	1.30	382	383				382.9	194.9	252				0.019	0.0002
541	フラムプロップメチル	flamprop-methyl	1.13	335	336				335.9	104.9	77.1				0.007	0.0003
548	フルアズロン	fluazuron	1.32	505			-504	-305	505.7	157.9	141				0.003	0.0004
562	フルフェナセット	flufenacet	1.15	363	364				363.9	194	152				0.022	0.0002
571	フルメトリン	flumethrin	1.50	509					509.8	266.9	239				0.0154	
572	フルリドン	fluridone	1.05	329	330				330	310	309				0.002	0.0001
579	ブロディファコウム	brodifacoum	1.27	522	525	523			524.7	336.9	178				0.080	0.0005
580	プロパキザホップ	propaquizafop	1.31	443	444				443.8	100	70.2				0.027	0.0007
581	プロバクロール	propachlor	0.99	211	212	106			212	169.9	94.1				0.005	0.0005
595	プロマシル	bromacil	0.85	260	263	205			260.9	204.9	188				0.042	0.0017
598	プロメトリン	prometryn	1.15	241	242				242	157.9	200				0.005	0.0002
611	ヘキシチアゾクス	hexythiazox	1.33	352	353				352.9	227.9	168				0.068	0.0009
614	ベナラキシル	benalaxyl	1.22	325	326				326	148	294				0.002	0.0001
632	ベンフラカルブ	benfuracarb	1.29	410	411				410.9	194.9	190				0.006	0.0002
634	ホキシム	phoxim	1.23	298	299				298.9	129	77.1				0.007	0.0016
636	ボスカリド	boscalid	1.09	342	343	342			342.9	307	271				0.028	0.0008
679	メトキシフェノジド	methoxyfenozide	1.11	368	369	313			369.1	149	91.1				0.015	0.0007
690	メフェンピルジエチル	mefenpyr-diethyl	1.23	372	373	375			372.9	326.9	160				0.026	0.0002
697	モノリニュロン	monolinuron	0.92	214	215				214.9	125.8	148				0.008	0.0024
703	リニュロン	linuron	1.07	248			-247	-249	248.9	181.9	160				0.010	0.0010
710	ルフェヌロン	lufenuron	1.31	510			-508.8	-511	510.6	140.9	158				0.004	0.0013
715	ワルファリン	warfarin	0.78	308	309				309	162.6	251				0.026	0.0008

番号は、暫定基準最終案のNo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またはLC/MS/MS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、1~2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1~2機関で使用したイオンについて示した。重複したイオンは省いて示した。

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、1~2機種で求めた値の中で最も小さい値を示した。

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、5µL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、蓄水産物に暫定基準が示されていない農薬が含まれている。

蓄水産物：LC/MS一斉分析法の検討結果（２） 回収率・[アセトン/ヘキサン抽出：筋肉，脂肪，肝臓，魚介類]

番号（最終案）	農薬名	農薬名	添加濃度（μg/g）	平均回収率（%）n=3										回収率の分布					判定	備考	
				牛の筋肉		牛の脂肪		牛の肝臓		サケ		エビ		最小	25%	中央	75%	最大			
14	EPTC	EPTC	0.1-0.2	55	38	78	79	78	35	85	39	80	41	35	40	67	79	85	B-2		
27	アザメチホス	azamethiphos	0.1	6	10	34	28	3	0	26	17	16	15	0	7	16	23	34	C		
46	アミトラズ	amitraz	0.1	73	69	78	86	0	40	29	66	0	46	0	32	56	72	86	B-2	機関：サケ，エビでイオン化阻害の傾向あり	
48	アメトリン	ametryn	0.1	87	78	89	108	90	72	89	82	89	76	72	79	88	89	108	A		
52	アラマイト	aramite	0.1	97	89	50	85	93	85	77	89	89	83	50	84	87	89	97	A	機関：脂肪はイオン化阻害の傾向あり	
54	アルジカルブ	aldicarb	0.1	27	28	24	50	35	19	34	25	44	19	19	24	28	35	50	C		
55	アルドキシカルブ	aldoxycarb	0.1	0	2	0	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2	C		
67	イソキサフルトール	isoxaflutole	0.1	17	7	68	41	1	2	54	22	51	13	1	8	19	49	68	C	精製カラムからの回収率が低い	
96	エトキサゾール	etoxazole	0.1	91	88	79	97	75	82	52	88	71	86	52	76	84	88	97	A		
97	エトキシキン	ethoxyquin	0.1	0	47	0	63	21	0	19	51	92	58	0	5	34	56	92	C		
106	エボキシコナゾール	epoxiconazole	0.1	83	76	88	103	84	72	90	79	87	75	72	77	84	88	103	A		
121	オキサミル	oxamyl	0.1-0.2	0	0	0	1	0	0	0	0	3	0	0	0	0	0	3	C		
122	オキサベトリニル	oxabetrinil	0.1	88	75	87	100	90	70	93	73	92	75	70	75	87	91	100	A		
126	オキシデメトンメチル	oxydemeton-methyl	0.1	0	0	2	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	2	C		
144	カルバリル	carbaryl	0.1	61	53	69	85	61	52	65	57	66	49	49	54	61	66	85	B-2		
145	カルフェントラゾンエチル	carfentrazone-ethyl	0.1	75	83	91	104	4	7	81	87	66	73	4	67	78	86	104	A		
147	カルベタミド	carbetamide	0.1	14	9	26	20	16	11	16	12	12	7	7	11	13	16	26	C		
148-1	カルベンダジム	carbendazim	0.1	4	4	17	10	19	9	12	5	2	3	2	4	7	12	19	C		
148-2	チオファネートメチル	thiophanate-methyl	0.1	2	1	1	0	7	4	3	4	4	4	0	2	3	4	7	C	機関：脂肪はイオン化阻害の傾向あり	
150	カルボスルファン	carbosulfan	0.1	78	74	74	57	50	66	46	71	64	70	46	59	68	73	78	B-2	脂肪，サケはイオン化阻害の傾向あり	
151-1	カルボフラン	carbofuran	0.1	63	54	66	70	96	69	64	62	71	63	54	63	65	70	96	B-2		
151-2	3-ヒドロキシカルボフラン	carbofuran-3-hydroxy	0.1	0	2	16	7	5	1	0	5	3	3	0	1	3	5	16	C		
152-1	キザロホップエチル	quizalofop-ethyl	0.1	88	88	86	58	21	24	90	90	89	86	21	65	87	89	90	A	機関：脂肪はイオン化阻害の傾向あり	
152-2	キザロホップ-p-テフリル	quizalofop-p-tefuryl	0.1	-	88	-	95	-	0	-	89	-	86	0	86	88	89	95	A		
167-1	クレトジム(異性体1)	clethodim (isomer1)	0.1	84	74	73	64	80	70	74	78	42	58	42	65	73	77	84	A		
167-2	クレトジム(異性体2)	clethodim (isomer2)																			
170	クロキントセットメキシル	cloquintocet-mexyl	0.1	87	85	86	118	19	29	82	86	83	85	19	82	85	86	118	A		
173	クロジナホッププロパルギル	clodinafop-propargyl	0.1	67	82	90	108	3	1	87	89	64	81	1	65	82	88	108	A		
176	クロチアニジン	clothianidin	0.1	3	0	25	2	0	3	3	0	3	0	0	0	2	3	25	C		
180	クロフェンテジン	clofentezine	0.1	63	75	71	86	83	65	85	74	86	66	63	67	74	84	86	A		
186	クロリダゾン	chloridazon	0.1	7	4	10	8	1	2	3	0	0	0	0	2	6	10	C			
198	クロルブファミ	chlorbufam	0.1	90	76	98	114	85	82	86	88	85	84	76	84	86	90	114	A	機関：M S M S 条件異なる	
199	クロルフルアズロン	chlorflurazuron	0.1	85	83	84	39	12	47	84	81	76	82	12	54	81	83	85	A	機関：脂肪はイオン化阻害の傾向あり	
204	クロルメコート	chlormequat	0.1	0	-	0	-	0	-	0	-	0	-	0	0	0	0	0	C		
227	ジウロン	diuron	0.1-0.2	61	56	70	84	69	56	66	61	66	53	53	57	63	68	84	B-2		
246	ナレド	naled	0.1	0	0	10	4	0	0	5	0	4	0	0	0	0	4	10	C		
276	ジフルベンズロン	diflubenzuron	0.1	86	82	91	103	88	75	90	83	83	81	75	82	84	89	103	A		
279	シプロジニル	cyprodinil	0.1	92	85	89	112	92	82	92	82	91	84	82	85	90	92	112	A		
291-1	ジメトモルフ (E)	dimethomorph E	0.1	40	34	59	55	45	35	45	41	47	32	32	36	43	46	59	C		

番号(最終案)	農薬名	農薬名	添加濃度(μg/g)	平均回収率(%) n=3										回収率の分布					判定	備考
				牛の筋肉		牛の脂肪		牛の肝臓		サケ		エビ		最小	25%	中央	75%	最大		
291-2	ジメトモルフ(Z)	dimethomorph Z																		
293	シモキサニル	cymoxanil	0.1	16	21	32	38	26	19	28	25	26	17	16	19	25	27	38	C	
329-1	セトキシジム(異性体1)	sethoxydim (isomer1)	0.1	90	82	79	84	58	76	86	83	61	72	58	73	80	83	90	A	
329-2	セトキシジム(異性体2)	sethoxydim (isomer2)																		
344	ダイアレート	di-allate	0.1-0.2	89	72	89	108	92	68	93	71	95	68	68	71	89	92	108	A	
347	チアクロプリド	thiacloprid	0.1	6	0	20	0	0	0	5	0	0	0	0	0	0	4	20	C	
350	チアベンダゾール	thiabendazole	0.1	11	8	21	22	16	8	14	13	4	9	4	8	12	15	22	C	
352	チアメトキサム	thiamethoxam	0.1	0	0	20	0	0	1	2	0	2	0	0	0	0	1	20	C	
357	チジアズロン	thidiazuron	0.1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	C	
371	テブチウロン	tebuthiuron	0.1	21	16	32	33	23	16	24	19	17	13	13	16	20	23	33	C	
372	テブフェノジド	tebufenozide	0.1	96	82	86	108	40	71	83	84	74	79	40	76	82	85	108	A	
374-1	テブラロキシジム(異性体1)	tepraloxym (isomer1)	0.1	51	50	0	12	61	44	73	50	6	5	0	8	47	51	73	C	
374-2	テブラロキシジム(異性体2)	tepraloxym (isomer2)																		
376	テフルベンズロン	teflubenzuron	0.1	86	81	87	69	96	80	81	83	82	76	69	80	82	85	96	A	
397-1	トリデモルフ(異性体1)	tridemorph (isomer1)	0.1	48	65	28	94	17	0	32	67	24	57	0	25	40	63	94	C	
397-2	トリデモルフ(異性体2)	tridemorph (isomer2)																		
401-1	トリフルミゾール	triflumizole	0.1	78	81	85	85	80	75	75	83	83	81	75	79	81	83	85	A	
401-2	トリフルミゾール代謝物	triflumizole metabolite	0.1	75	-	80	-	83	-	85	-	87	-	75	80	83	85	87	A	
402	トリフルムロン	triflumuron	0.1	91	88	96	97	90	79	72	87	88	85	72	86	88	91	97	A	
404	トリフロキシストロビン	trifloxystrobin	0.1	71	84	85	102	86	82	78	89	88	85	71	82	85	88	102	A	
409-1	トリホリン(異性体1)	triforine (isomer1)	0.1	36	-	44	-	21	-	27	-	17	-	17	21	27	36	44	C	
409-2	トリホリン(異性体2)	triforine (isomer2)																		
437	ノバルロン	novaluron	0.1	96	80	109	69	3	17	102	80	113	79	3	71	80	101	113	A	
443	バーバン	barban	0.1	70	86	80	99	81	83	73	86	59	86	59	75	82	86	99	A	
455	バルベンダゾール	parbendazole	0.1	44	53	61	85	56	59	52	56	39	50	39	51	54	58	85	B-2	
456	ハロキシホップ	haloxyfop	0.1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	C	
471	ピノキサデン	pinoxaden	0.1	0	-	59	-	0	-	0	-	0	-	0	0	0	0	59	C	
478	ピメトロジン	pymetrozine	0.1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	C	
479	ピラクロストロビン	pyraclostrobin	0.1	77	85	89	111	90	82	82	89	87	85	77	83	86	89	111	A	
482	ピラゾホス	pyrazophos	0.1	76	86	88	110	84	82	84	87	91	87	76	84	86	88	110	A	
489-1	ピリデート	pyridate	0.1	13	7	37	8	14	2	*	1	0	0	0	1	7	13	37	C	
489-2	ピリデート代謝物	pyridate metabolite	0.1	0	-	0	-	0	-	0	-	0	-	0	0	0	0	0	C	
495	ピリメタニル	pyrimethanil	0.1	78	80	86	103	85	67	83	82	87	76	67	78	82	86	103	A	
500	ピンドン	pindone	0.1	0	-	0	-	29	-	0	-	0	-	0	0	0	0	29	C	
513-1	フェリムゾン(E)	ferimzone E	0.05-0.1	58	61	71	87	66	57	56	65	56	54	54	56	59	66	87	B-2	
513-2	フェリムゾン(Z)	ferimzone Z	0.05-0.1																	
514	フェンアミドン	fenamidone	0.1	71	81	80	102	72	73	80	86	79	77	71	74	80	81	102	A	
520-1	フェンピロキシメート(E)	fenpyroximate E	0.05-0.1	105	86	88	68	84	84	73	85	88	83	68	84	85	87	105	A	
520-2	フェンピロキシメート(Z)	fenpyroximate Z	0.05-0.1																	
524	フェンプロピモルフ	fenpropimorph	0.1	77	84	*	114	0	4	60	84	55	79	0	55	77	84	114	A	
526	フェンメディファム	phenmedipham	0.1	55	55	42	83	63	51	54	63	50	53	42	51	54	61	83	B-2	

番号(最終案)	農薬名	農薬名	添加濃度(μg/g)	平均回収率(%) n=3										回収率の分布					判定	備考
				牛の筋肉		牛の脂肪		牛の肝臓		サケ		エビ		最小	25%	中央	75%	最大		
529	ブタフェナシル	butafenacil	0.1	75	84	79	106	30	53	81	85	82	81	30	76	81	84	106	A	
533-1	ブトロキシジム(異性体1)	butroxydim (isomer1)	0.1	-	80	-	84	-	75	-	83	-	61	61	75	80	83	84	A	
533-2	ブトロキシジム(異性体2)	butroxydim (isomer2)																		
539	フラチオカルブ	furathiocarb	0.1	35	62	89	109	7	2	32	60	0	2	0	3	34	62	109	C	
541	フラムプロップメチル	flamprop-methyl	0.1	76	82	83	106	87	78	81	84	87	81	76	81	83	86	106	A	
548	フルアズロン	fluazuron	0.1	110	84	80	54	61	67	97	82	84	76	54	69	81	84	110	A	機関 : 脂肪はイオン化阻害の傾向あり
562	フルフェナセット	flufenacet	0.1	76	87	83	109	85	77	86	86	87	83	76	83	86	87	109	A	
571	フルメトリン	flumethrin	0.1	-	82	-	54	-	87	-	64	-	68	54	64	68	82	87	B-2	機関 : 脂肪はイオン化阻害の傾向あり
572	フルリドン	fluridone	0.1	47	44	66	83	52	43	47	55	43	41	41	43	47	54	83	C	
579	ブロディファコウム	brodifacoum	0.1	0	0	0	0	32	19	0	0	0	0	0	0	0	0	32	C	
580	プロパキサゾップ	propaquizafop	0.1	86	87	69	88	5	15	73	88	83	82	5	70	82	86	88	A	機関 : 々は高さで定量
581	プロパクロール	propachlor	0.1	7	22	89	89	0	7	71	54	36	51	0	11	44	67	89	C	
595	ブロマシル	bromacil	0.1	43	44	66	13	52	43	45	51	38	40	13	41	44	49	66	C	機関 : 脂肪はイオン化阻害の傾向あり
598	プロメトリン	prometryn	0.1	74	84	89	112	81	78	84	85	87	81	74	81	84	86	112	A	
611	ヘキシチアゾクス	hexythiazox	0.1	*	86	87	52	87	83	63	86	96	82	52	82	86	87	96	A	
614	ベナラキシル	benalaxyl	0.1	83	84	85	107	86	78	83	86	87	82	78	83	84	86	107	A	
632	ベンフラカルブ	benfuracarb	0.1	52	83	86	79	0	32	71	88	61	79	0	54	75	82	88	A	機関 : 筋肉はイオン化阻害の傾向あり, 機関 : 脂肪はイオン化阻害の傾向あり
634	ホキシム	phoxim	0.1	81	85	97	110	91	72	90	81	90	77	72	81	88	91	110	A	
636	ボスカリド	boscalid	0.1	80	77	86	99	81	72	78	81	76	74	72	76	79	81	99	A	
679	メトキシフェノジド	methoxyfenozide	0.1	71	74	77	102	78	72	75	80	73	71	71	72	75	78	102	A	
690	メフェンピルジエチル	mefenpyr-diethyl	0.1	79	85	89	108	0	10	91	87	80	84	0	79	85	89	108	A	
697	モノリニュロン	monolinuron	0.1	74	65	89	94	77	55	69	70	62	63	55	64	69	76	94	B-2	
703	リニュロン	linuron	0.1	73	82	85	102	82	74	77	81	82	79	73	77	81	82	102	A	
710	ルフエヌロン	lufenuron	0.1	89	87	88	63	11	29	105	80	89	78	11	67	83	89	105	A	機関 : サケでイオン化促進の傾向あり
715	ワルファリン	warfarin	0.1	0	0	0	0	10	6	0	0	0	0	0	0	0	0	10	C	

番号は、暫定基準最終案のNo, 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。

食品名の下、は検討した機関を示す。

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。

・: 未検討。

*: 妨害のため未測定。

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、蓄水産物に暫定基準が示されていない農薬が含まれている。

蓄水産物：LC/MS一斉分析法の検討結果（２） 回収率- [アセトニトリル抽出：乳，卵]

番号（最終案）	農薬名	農薬名	添加濃度（μg/g）	平均回収率（%） n= 3				回収率の分布					判定	備考
				牛乳		鶏卵		最小	25%	中央	75%	最大		
14	EPTC	EPTC	0.1-0.2	60	39	66	30	30	37	50	61	66	B-2	
27	アザメチホス	azamethiphos	0.1	59	78	78	77	59	72	78	78	78	A	機関：卵でイオン化阻害の傾向あり
46	アミトラズ	amitraz	0.1	66	67	119	81	66	66	74	91	119	A	
48	アメトリン	ametryn	0.1	91	83	92	86	83	85	88	91	92	A	
52	アラマイト	aramite	0.1	91	86	91	89	86	88	90	91	91	A	
54	アルジカルブ	aldicarb	0.1	90	66	85	70	66	69	78	87	90	A	
55	アルドキシカルブ	aldoxycarb	0.1	88	85	84	88	84	85	86	88	88	A	
67	イソキサフルトール	isoxaflutole	0.1	68	39	33	21	21	30	36	46	68	C	精製カラムからの回収率が低い
96	エトキサゾール	etoxazole	0.1	86	87	94	90	86	86	88	91	94	A	
97	エトキシキン	ethoxyquin	0.1	18	16	58	68	16	17	38	60	68	C	
106	エポキシコナゾール	epoxiconazole	0.1	89	87	91	89	87	89	89	90	91	A	
121	オキサミル	oxamyl	0.1-0.2	54	85	84	89	54	77	84	86	89	A	
122	オキサベトリニル	oxabetrinil	0.1	81	74	89	75	74	75	78	83	89	A	
126	オキシデメトンメチル	oxydemeton-methyl	0.1	82	79	81	84	79	80	81	82	84	A	
144	カルバリル	carbaryl	0.1	88	85	96	83	83	85	87	90	96	A	
145	カルフェントラゾンエチル	carfentrazone-ethyl	0.1	89	87	93	89	87	89	89	90	93	A	
147	カルベタミド	carbetamide	0.1	90	82	92	86	82	85	88	91	92	A	
148-1	カルベンダジム	carbendazim	0.1	100	89	104	98	89	96	99	101	104	A	
148-2	チオファネートメチル	thiophanate-methyl	0.1	6	2	6	25	2	5	6	11	25	C	
150	カルボスルファン	carbosulfan	0.1	72	41	79	76	41	65	74	77	79	A	
151-1	カルボフラン	carbofuran	0.1	94	96	140	131	94	95	114	134	140	A	
151-2	3-ヒドロキシカルボフラン	carbofuran-3-hydroxy	0.1	86	85	92	89	85	86	88	90	92	A	
152-1	キザロホップエチル	quizalofop-ethyl	0.1	84	88	91	90	84	87	89	90	91	A	
152-2	キザロホップ-p-テフリル	quizalofop-p-tefuryl	0.1	-	88	-	94	88	90	91	92	94	A	
167-1	クレトジム(異性体1)	clethodim (isomer1)	0.1	67	86	74	81	67	72	78	83	86	A	
167-2	クレトジム(異性体2)	clethodim (isomer2)												
170	クロキントセットメキシル	cloquintocet-mexyl	0.1	88	86	90	90	86	87	89	90	90	A	
173	クロジナホッププロパルギル	clodinafop-propargyl	0.1	87	86	92	89	86	87	88	89	92	A	
176	クロチアニジン	clothianidin	0.1	80	85	88	89	80	84	87	89	89	A	
180	クロフェンテジン	clofentazine	0.1	67	75	76	76	67	73	75	76	76	A	
186	クロリダゾン	chloridazon	0.1	86	90	91	83	83	85	88	90	91	A	
198	クロルブファム	chlorbufam	0.1	89	79	93	80	79	80	84	90	93	A	機関：M S M S 条件異なる

番号(最終案)	農薬名	農薬名	添加濃度 ($\mu\text{g/g}$)	平均回収率 (%) n= 3				回収率の分布					判定	備考
				牛乳		鶏卵		最小	25%	中央	75%	最大		
199	クオルフルアズロン	chlorfluzaron	0.1	84	86	80	84	80	83	84	84	86	A	
204	クオルメコート	chlormequat	0.1	0	-	0	-	0	0	0	0	0	C	
227	ジウロン	diuron	0.1-0.2	90	85	91	94	85	89	91	92	94	A	
246	ナレド	naled	0.1	5	1	0	0	0	0	0	2	5	C	
276	ジフルベンズロン	diflubenzuron	0.1	90	84	94	91	84	89	91	92	94	A	
279	シプロジニル	cyprodinil	0.1	87	85	90	86	85	85	86	88	90	A	
291-1	ジメトモルフ (E)	dimethomorph E	0.1	90	87	92	89	87	88	89	90	92	A	
291-2	ジメトモルフ (Z)	dimethomorph Z												
293	シモキサニル	cymoxanil	0.1	69	80	77	76	69	74	77	78	80	A	
329-1	セトキシジム(異性体1)	sethoxydim (isomer1)	0.1	75	85	75	85	75	75	80	85	85	A	
329-2	セトキシジム(異性体2)	sethoxydim (isomer2)												
344	ダイアレート	di-allate	0.1-0.2	87	60	91	66	60	65	76	88	91	A	
347	チアクロプリド	thiacloprid	0.1	88	85	91	88	85	87	88	89	91	A	
350	チアベンダゾール	thiabendazole	0.1	87	81	88	87	81	86	87	87	88	A	
352	チアメトキサム	thiamethoxam	0.1	81	86	88	91	81	85	87	88	91	A	
357	チジアズロン	thidiazuron	0.1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	C	
371	テブチウロン	tebuthiuron	0.1	89	86	91	87	86	87	88	90	91	A	
372	テブフェノジド	tebufenozide	0.1	91	88	88	90	88	88	89	91	91	A	
374-1	テブラロキシジム(異性体1)	tepraloxydim (isomer1)	0.1	84	83	72	66	66	71	78	83	84	A	
374-2	テブラロキシジム(異性体2)	tepraloxydim (isomer2)												
376	テフルベンズロン	teflubenzuron	0.1	92	80	61	87	61	75	83	88	92	A	
397-1	トリデモルフ(異性体1)	tridemorph (isomer1)	0.1	32	55	26	42	26	31	37	45	55	C	
397-2	トリデモルフ(異性体2)	tridemorph (isomer2)												
401-1	トリフルミゾール	triflumizole	0.1	83	86	69	87	69	80	85	86	87	A	
401-2	トリフルミゾール代謝物	triflumizole metabolite	0.1	83	-	84	-	83	83	84	84	84	A	
402	トリフルムロン	triflumuron	0.1	82	89	83	88	82	83	85	88	89	A	
404	トリフロキシストロビン	trifloxystrobin	0.1	83	87	76	90	76	81	85	88	90	A	
409-1	トリホリン(異性体1)	triforine (isomer1)	0.1	86	-	79	-	79	81	83	84	86	A	
409-2	トリホリン(異性体2)	triforine (isomer2)												
437	ノバルロン	novaluron	0.1	110	85	94	95	85	92	95	99	110	A	
443	バーバン	barban	0.1	77	86	80	79	77	79	80	81	86	A	
455	パルベンダゾール	parbendazole	0.1	81	86	78	88	78	80	83	86	88	A	

番号(最終案)	農薬名	農薬名	添加濃度 ($\mu\text{g/g}$)	平均回収率 (%) n=3				回収率の分布					判定	備考
				牛乳		鶏卵		最小	25%	中央	75%	最大		
456	ハロキシホップ	haloxyfop	0.1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	C	
471	ピノキサデン	pinoxaden	0.1	12	-	0	-	0	3	6	9	12	C	
478	ピメトロジン	pymetrozine	0.1	68	60	82	83	60	66	75	82	83	A	
479	ピラクロストロビン	pyraclostrobin	0.1	85	87	80	91	80	84	86	88	91	A	
482	ピラゾホス	pyrazophos	0.1	83	85	91	88	83	85	87	89	91	A	
489-1	ピリデート	pyridate	0.1	24	7	1	0	0	1	4	11	24	C	
489-2	ピリデート代謝物	pyridate metabolite	0.1	0	-	0	-	0	0	0	0	0	C	
495	ピリメタニル	pyrimethanil	0.1	85	78	86	78	78	78	82	85	86	A	
500	ピンドン	pindone	0.1	0	-	0	-	0	0	0	0	0	C	
513-1	フェリムゾン (E)	ferimzone E	0.05-0.1	80	82	86	88	80	82	84	87	88	A	機関 : 分離不十分のためE体とZ体の含量で求めた
513-2	フェリムゾン (Z)	ferimzone Z	0.05-0.1											
514	フェンアミドン	fenamidone	0.1	84	87	85	89	84	85	86	88	89	A	
520-1	フェンピロキシメート (E)	fenpyroximate E	0.05-0.1	85	84	76	90	76	82	85	86	90	A	
520-2	フェンピロキシメート (Z)	fenpyroximate Z	0.05-0.1											
524	フェンプロピモルフ	fenpropimorph	0.1	69	81	67	75	67	69	72	77	81	A	
526	フェンメディファム	phenmedipham	0.1	79	84	62	71	62	68	75	80	84	A	
529	ブタフェナシル	butafenacil	0.1	88	88	79	89	79	86	88	89	89	A	
533-1	ブトロキシジム(異性体1)	butroxydim (isomer1)	0.1	-	92	-	84	84	86	88	90	92	A	
533-2	ブトロキシジム(異性体2)	butroxydim (isomer2)												
539	フラチオカルブ	furathiocarb	0.1	84	87	0	0	0	0	42	85	87	C	
541	フラムプロップメチル	flamprop-methyl	0.1	85	86	85	86	85	85	86	86	86	A	
548	フルアズロン	fluazuron	0.1	84	85	66	90	66	80	84	86	90	A	
562	フルフェナセット	flufenacet	0.1	87	86	81	85	81	84	85	86	87	A	
571	フルメトリン	flumethrin	0.1	-	80	-	56	56	62	68	74	80	B-2	
572	フルリドン	fluridone	0.1	85	82	84	89	82	83	85	86	89	A	
579	ブロディファコウム	brodifacoum	0.1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	C	
580	プロバキザホップ	propaquizafop	0.1	89	89	87	90	87	89	89	89	90	A	
581	プロバクロール	propachlor	0.1	81	63	56	55	55	56	59	67	81	B-2	
595	プロマシル	bromacil	0.1	85	90	84	92	84	85	88	90	92	A	
598	プロメトリン	prometryn	0.1	84	84	85	86	84	84	85	85	86	A	
611	ヘキシチアゾクス	hexythiazox	0.1	78	82	87	88	78	81	84	87	88	A	
614	ベナラキシル	benalaxyl	0.1	78	84	84	86	78	82	84	84	86	A	
632	ベンフラカルブ	benfuracarb	0.1	41	49	51	74	41	47	50	57	74	B-2	

番号(最終案)	農薬名	農薬名	添加濃度 ($\mu\text{g/g}$)	平均回収率 (%) n= 3				回収率の分布					判定	備考
				牛乳		鶏卵		最小	25%	中央	75%	最大		
634	ホキシム	phoxim	0.1	83	75	82	81	75	80	82	82	83	A	
636	ボスカリド	boscalid	0.1	89	89	87	89	87	88	89	89	89	A	
679	メトキシフェノジド	methoxyfenozide	0.1	86	88	81	91	81	85	87	89	91	A	
690	メフェンピルジエチル	mefenpyr-diethyl	0.1	84	87	86	90	84	86	87	88	90	A	
697	モノリニュロン	monolinuron	0.1	84	74	88	77	74	76	81	85	88	A	機関 : 高さで定量
703	リニュロン	linuron	0.1	81	85	87	84	81	84	85	85	87	A	
710	ルフェヌロン	lufenuron	0.1	108	82	66	85	66	78	83	91	108	A	機関 : 牛乳でイオン化促進の傾向あり
715	ワルファリン	warfarin	0.1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	C	

番号は、暫定基準最終案のNo, 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。

作物名の下のもしくは、は検討した機関であり、農薬によって異なる。

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。

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、乳、卵、はちみつに暫定基準が示されていない農薬が含まれている。

GC/MS分析が適用できなかった農薬

一斉試験法のGC/MS測定条件では、GC/MS分析が適さなかった農薬は次のとおりである。

番号 (最終案)	農薬名	理由
376	テフルベンズロン	一斉法の測定条件下では複数のピークが出現し、安定した分析が困難。
419	ナフタロホス	非常に感度が低い。
437	ノバルロン	一斉法の測定条件下では複数のピークが出現し、安定した分析が困難。
455	バルベンダゾール	一斉法の測定条件下では複数のピークが出現し、安定した分析が困難。
520	フェプロキシメー ト	非常に感度が低い。
526	フェンメディファム	一斉法の測定条件下では複数のピークが出現し、安定した分析が困難。
611	ヘキシチアゾックス	一斉法の測定条件下では複数のピークが出現し、安定した分析が困難。

GC/MS測定条件

カラム: DB-5ms (内径 0.25 mm, 長さ 30 m, 膜厚 0.25 μ m)

カラム温度: 50 (1 min) 25 /min 125 (0 min) 10 /min 300 (6.5 minまたは18.5 min)

注入口温度: 250

キャリアーガス: ヘリウム

キャリアーガス流量: 1 mL/min

注入量: 2 μ L(スプリットレス)

LC/MS(/MS)分析が適用できなかった農薬

一斉試験法の検討に用いたLC/MS(/MS)測定条件では、LC/MS(/MS)分析が適さなかった農薬は次のとおりである。

番号 (最終案)	農薬名	理由
34	アセキノシル	対象化合物由来のマスイオンを確認できなかった
103	エトリジアゾール	対象化合物由来のマスイオンを確認できなかった
196	クロルフェンソク	対象化合物由来のマスイオンを確認できなかった
205	ジコホール	非常に感度が低い
633	ベンフルラリン	非常に感度が低い

LC/MS(/MS)のHPLC測定条件

カラム: C18 (内径 2.0 ~ 2.1 mm, 長さ 150 mm, 粒径 3.0 ~ 3.5 μm)

カラム温度: 40

移動相流量: 0.20 mL/min

注入量: 5 μL

移動相グラジエント

(3液の場合)

溶媒 A: 水

溶媒 B: メタノール

溶媒 C: 100 mmol/L 酢酸アンモニウム

(2液の場合)

A: 5 mmol/L 酢酸アンモニウム含有水

B: 5 mmol/L 酢酸アンモニウム含有メタノール

時間	A (%)	B (%)	C (%)	A (%)	B (%)
0 min	80	15	5	85	15
1 min	55	40	5	60	40
3.5 min	55	40	5	60	40
6 min	45	50	5	50	50
8 min	40	55	5	45	55
17.5 min	0	95	5	5	95
30 min	0	95	5	5	95
30 min	80	15	5	85	15

分析時間: 47 min