

生食発0116第1号
平成29年1月16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号食品安全部長通知）を別添のとおり改正することとしました。改正の概要は下記のとおりです。つきましては、その運用に遺漏なきようお取り計らいをお願いするとともに、当該改正について、関係者への周知方よろしく申し上げます。

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、「第2章一斉試験法」の「GC/MSによる農薬等の一斉試験法（農産物）」の「1. 分析対象化合物」の別表を差し替えるとともに、以下に掲げる7つの試験法を「第3章 個別試験法」に追加すること。

- ・カスガマイシン試験法（農産物）
- ・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）
- ・トリフロキシストロビン試験法（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）
- ・フルメツラム試験法（畜水産物）

(別添)

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（食安発第0124001号）

(傍線部分は改正部分)

改正後									現行								
目次									目次								
(略) 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） 1. 分析対象化合物 別表									(略) 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） 1. 分析対象化合物 別表								
品目名	分析対象化合物	保持指標	主なイオン(m/z)						定量限界(mg/kg)	品目名	分析対象化合物名	保持指標	測定イオン(m/z)				定量限界(ng)
BHC	<u>β-BHC</u>	1757	<u>219*</u>	<u>183</u>	<u>181*</u>				0.01	BHC	α-BHC	1714	219	183	181		0.01
	<u>δ-BHC</u>	1829	<u>219*</u>	<u>183</u>	<u>181*</u>				0.01		β-BHC	1761	219	183	181		0.011
γ-BHC	γ-BHC	1776	<u>219*</u>	<u>183</u>	<u>181*</u>				0.01**		γ-BHC(リンデン)	1779	219	183	181		0.011
アセトクロール	アセトクロール	1882	<u>223*</u>	<u>162</u>	<u>146*</u>				0.01		δ-BHC	1833	219	183	181		0.015
アルジカルブ及びアルドキシカルブ	アルジカルブ(分解物)	899	<u>115*</u>	<u>100*</u>					0.01**	DDT	op'-DDT	2295	237	235	212	165	0.01
イソプロカルブ	イソプロカルブ	1538	<u>136*</u>	<u>121*</u>					0.01		pp'-DDD	2289	237	235	178	165	0.007
イマザリル	イマザリル	2173	<u>215*</u>	<u>173*</u>					0.01**		pp'-DDE	2196	318	246			0.004
イミベコナゾール	イミベコナゾール脱ベンジル体	2216	<u>270</u>	<u>235*</u>					0.01		pp'-DDT	2373	237	235	212	165	0.011
エスフェンバレレート	エスフェンバレレート(異性体-1)	2953	<u>419*</u>	<u>167*</u>	<u>125</u>				0.01**	EPN	2484	185	169	157		0.032	
	エスフェンバレレート(異性体-2)	2983	<u>419*</u>	<u>167*</u>	<u>125</u>				0.01**	TCMTB	2162	180				0.004	
エスプロカルブ	エスプロカルブ	1968	<u>222*</u>	<u>162*</u>	<u>91*</u>	<u>71</u>			0.01	XMC	1563	122				0.001	
エタルフルラリン	エタルフルラリン	1647	<u>316</u>	<u>276*</u>	<u>292</u>				0.01	アクリナトリン	2613	289	208	181		0.006	
エチクロゼート	エチクロゼート	2073	<u>238*</u>	<u>165*</u>					0.01	アザコナゾール	2216	217	173			0.003	
エンドスルファン	エンドスルファンスルフェート	2364	<u>422*</u>	<u>367*</u>	<u>272*</u>	<u>239*</u>	<u>229</u>		0.01**	アジンホスメチル	2572	160	132			0.132	
オキサジアゾン	オキサジアゾン	2188	<u>344*</u>	<u>302*</u>	<u>258</u>	<u>175*</u>			0.01	アセタミプリド	2452	166	152			0.021	
オキサジキシル	オキサジキシル	2283	<u>163*</u>	<u>132</u>					0.01**	アセトクロール	1882	233	223	146		0.007	
オルトフェニルフェノール	オルトフェニルフェノール	1531	<u>170*</u>	<u>141</u>	<u>115*</u>				0.01	アトラジン	1755	215	200			0.002	
キザロホップエチル	キザロホップエチル	2856	<u>372*</u>	<u>244*</u>					0.01	アニロホス	2512	226	125			0.023	
キントゼン	キントゼン	1766	<u>295*</u>	<u>249</u>	<u>237*</u>	<u>214</u>	<u>142</u>		0.01	アメリリン	1916	227	212			0.002	
クロゾリネート	クロゾリネート	2060	<u>331*</u>	<u>259</u>					0.01**	アラクロール	1898	188	160			0.002	

クロマゾン	クロマゾン	1760	204*	127	125*				0.01**
クロルタールジメチル	クロルタールジメチル	1990	332	301*	299				0.01
クロルデン	cis-クロルデン	2150	375	373*	272	237			0.01**
	trans-クロルデン	2123	375	373	272	267			0.01**
	オキシクロルデン	2073	389	387*	237	185	115*		0.01
クロルブファム	クロルブファム	1752	223*	164	129			0.01	
クロロネブ	クロロネブ	1511	208*	193*				0.01	
2,6-ジイソプロピルナフタレン	2,6-ジイソプロピルナフタレン	1739	212*	197*	155			0.01	
ジクロシメット	ジクロシメット(異性体-1)	2085	277*	173					0.01
	ジクロシメット(異性体-2)	2118	277*	173					
ジクロホップメチル	ジクロホップメチル	2400	340*	253				0.01	
ジスルホトン	ジスルホトン	1815	274*	142	88*			0.01**	
ジフェニルアミン	ジフェニルアミン	1635	169*	168*	167	77		0.01	
シプロジニル	シプロジニル	2051	225	224*	210			0.01	
ジメテナミド	ジメテナミド(RS体)	1879	230*	154				0.01	
ジメモルフ	ジメモルフ(異性体-1)	3107	387*	301*					0.01
	ジメモルフ(異性体-2)	3149	387*	301*					
ジメピペレート	ジメピペレート	2094	145*	119*				0.01	
ダイアレート	ダイアレート(異性体-1)	1698	236	234*	128	86			0.01
	ダイアレート(異性体-2)	1716	236	234*	128	86			
チオベンカルブ	チオベンカルブ	1985	257	100*	125	72		0.01	
チオモン	チオモン	1724	246*	158	125	88*	60*	0.01	
テフルリン	テフルリン	1816	383	197	177*			0.01	
トリアジメホン	トリアジメホン	2002	210	208*	181			0.01**	
トリシクラゾール	トリシクラゾール	2182	189*	162*	161			0.01**	
トリフルミゾール	トリフルミゾール代謝物	1757	201*	167*				0.01**	
ニトロタールイソプロピル	ニトロタールイソプロピル	2007	254*	236*	212	194		0.01	
ピペロニルブトキシド	ピペロニルブトキシド	2413	176*	149*				0.01**	
ピリプチカルブ	ピリプチカルブ	2438	181	165*	108	93		0.01	

アラマイト	アラマイト(異性体1)	2192	319	185				0.058
	アラマイト(異性体2)	2197	319	185				0.063
	アラマイト(異性体3)	2208	319	185				0.012
	アラマイト(異性体4)	2230	319	185				0.008
アルドリン及びディルドリン	アルドリン	1998	293	265	263	261		0.013
イサゾホス	イサゾホス	1815	285	257	172	161		0.005
イソキサジフェンエチル	イソキサジフェンエチル	2328	294	222	204			0.024
イソキサチオン	イソキサチオン	2234	313	285	177	105		0.001
イソフェンホス	イソフェンホス	2064	255	213	121			0.001
	イソフェンホスオキシソ	1998	229	201				0.002
イソプロカルブ	イソプロカルブ	1538	263	136	125	121		0.001
イソプロチオラン	イソプロチオラン	2177	204	290	231	118		0.008
イプロベンホス	イプロベンホス	1845	246	204	91			0.008
イマザメタベンズメチルエステル	イマザメタベンズメチルエステル(異性体1)	2160	256	214	187			0.012
	イマザメタベンズメチルエステル(異性体2)	2164	256	214	187			0.012
イミベンコナゾール	イミベンコナゾール	3187	253	250	125			0.005
	イミベンコナゾール脱ベンジル体	2210	270	235				0.023
ウニコナゾールP	ウニコナゾールP	2193	234	165	131			0.004
エスプロカルブ	エスプロカルブ	1965	222	162				0.001
エタルフルラリン	エタルフルラリン	1648	316	276				0.003
エチオン	エチオン	2281	231	153				0.004
エディフェンホス	エディフェンホス	2356	310	173				0.019
エトキサゾール	エトキサゾール	2489	330	300	204	141		0.0004
エトフェンプロックス	エトフェンプロックス	2870	376	183	163			0.0004
エトフメセート	エトフメセート	1953	286	207	161			0.02
エトプロホス	エトプロホス	1641	200	158	139			0.011
エトリムホス	エトリムホス	1824	292	277	181			0.008
エポキシコナゾール	エポキシコナゾール(異性体1)	2341	192	165				0.107
	エポキシコナゾール(異性体2)	2428	194	192	165	138		0.007

ピロプロキシフェン	ピロプロキシフェン	2582	226*	136*				0.01
ピロキロン	ピロキロン	1801	229*	214	173*	130		0.01
ピンクロゾリン	ピンクロゾリン	1893	285*	212	198	187	178	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	2675	361*	288*				0.01**
フェノブカルブ	フェノブカルブ	1610	150*	121*				0.01
フェンプロビモルフ	フェンプロビモルフ	1995	303	129	128*			0.01**
フラトピル	フラトピル	2529	298*	157				0.01**
フルリドン	フルリドン	2908	328*	310*				0.01
プロバクロール	プロバクロール	1613	176*	169	136	120*		0.01
プロバジン	プロバジン	1762	229*	214*	201*	167		0.01
プロパニル	プロパニル	1874	217*	161*				0.01
プロピザミド	プロピザミド	1787	255*	240	175	173*	145	0.01**
プロトリン	プロトリン	1921	226	184*	241			0.01
プロモブチド	プロモブチド代謝物 (deB-プロモブチド)	1694	233*	120	119*			0.01
プロモホスエチル	プロモホスエチル	2114	359*	303*				0.01
ヘキサコナゾール	ヘキサコナゾール	2170	214*	175				0.01**
ベノキサコール	ベノキサコール	1856	259*	120*				0.01
ヘブタクロル	ヘブタクロル	1921	337*	272*	237	100		0.01
	ヘブタクロルエポキシド(異性体A)	2082	353*	253*	217*	183*	81	0.01
	ヘブタクロルエポキシド(異性体B)	2074	357	353*	263	253	81	0.01
ベンコナゾール	ベンコナゾール	2062	248*	161*	159			0.01**
ベンディメタリン	ベンディメタリン	2048	281*	252*	220	162	161	0.01**
ベンフレセート	ベンフレセート	1876	256*	163*				0.01
ボスカリド	ボスカリド	2834	342*	140*				0.01
メカルパム	メカルパム	2072	329*	296*	159	131*	97*	0.01**
メタラキシル及びメフェノキサム	メフェノキサム	1917	249+	206				0.01**
メキシクロール	メキシクロール	2496	227*	212*				0.01
メトラクロール	S-メトラクロール	1975	238*	162*				0.01
メトリブジン	メトリブジン	1890	198*	144*				0.01

エンドスルファン	α -エンドスルファン	2152	241	195				0.018
	β -エンドスルファン	2281	241	237	195			0.034
	エンドスルファンスルファート	2362	422	387	272			0.004
エンドリン	エンドリン	2262	345	317	281	263		0.042
オキサジアゾン	オキサジアゾン	2189	302	258	175			0.002
オキサジキシル	オキサジキシル	2280	163	132				0.026
オキシフルオルフェン	オキシフルオルフェン	2198	331	300	302	252		0.043
オトエート	オトエート	1596	156	141	110			0.086
オリザリン	オリザリン	2667	317	275				0.055
カズサホス	カズサホス	1692	270	213	159	158		0.015
カフェンストロール	カフェンストロール	2767	188	119	100			0.001
カルフェントラゾンエチル	カルフェントラゾンエチル	2327	340	330	312			0.002
カルボキシ	カルボキシ	2211	235	225	143			0.001
カルボフラン	カルボフラン	1743	164	149				0.016
	カルボフラン(分解物)	1304	164	149				0.005
キナルホス	キナルホス	2086	157	156	146	118		0.019
キノキシフェン	キノキシフェン	2347	237					0.001
キノクラミン	キノクラミン	1968	207	172				0.024
キントゼン	キントゼン	1759	295	237				0.005
クレソキシムメチル	クレソキシムメチル	2201	206	116				0.002
クロゾリネート	クロゾリネート	2059	331	259				0.003
クロマゾン	クロマゾン	1761	204	125				0.001
クローエトキシホス	クローエトキシホス	1624	263	153				0.002
クロータールジメチル	クロータールジメチル	1988	332	301				0.0002
クロールデン	cis-クロールデン	2148	373	272	375			0.0003
	trans-クロールデン	2121	373	272	375			0.0003
クロールピリホス	クロールピリホス	1982	314	286	197			0.022
クロールピリホスメチル	クロールピリホスメチル	1885	286	125				0.001
クロールフェナピル	クロールフェナピル	2222	408	247				0.016

レストリン	レストリン(異性体-1)	2400	171*	143	123*					0.01**
	レストリン(異性体-2)	2415	171*	143	123*					

1) 分析対象化合物を品目名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保持時間順に示した。

2) 保持指標は n -アルカンの保持時間を基準とした値であり、検討機関の平均値で示した。

3) 主なイオンのうち各機関で定量に使用したイオンに『*』を付けて示した。

4) 添加濃度0.01 ppm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、1食品でも10以上の値が得られた場合には、定量限界は0.01 mg/kg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 mg/kgに相当する分析対象化合物のピークのS/Nが、1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『**』を付けて示した。

クロルフェンゾン	クロルフェンゾン	2169	302	175	111			0.001
クロルフェンビンホス	クロルフェンビンホス(E) α	2048	323	269	267			0.014
	クロルフェンビンホス(Z) β	2071	323	269	267			0.009
クロルブファム	クロルブファム	1754	223	164	127			0.011
クロルプロファム	クロルプロファム	1660	213	154	127			0.003
クロルベンジド	クロルベンジド	2119	268	127	125			0.002
クロルベンジレート	クロルベンジレート	2261	251	139				0.001
クロロネブ	クロロネブ	1513	208	206	193			0.003
シアナジン	シアナジン	1987	225	212				0.016
シアノホス	シアノホス	1781	243	109				0.001
ジエトフェンカルブ	ジエトフェンカルブ	1979	267	225				0.006
ジオキサチオン	ジオキサチオン	1770	270	125				0.003
ジクロシメット	ジクロシメット(異性体1)	2081	277	221				0.015
	ジクロシメット(異性体2)	2114	277	221				0.013
ジクロトホス	ジクロトホス	1664	237	193	127			0.005
ジクロフェンチオン	ジクロフェンチオン	1873	279	223				0.001
ジクロホップメチル	ジクロホップメチル	2395	340	253				0.003
ジクロラン	ジクロラン	1734	206	176				0.023
1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4-エチルフェニル)エタン	1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4-エチルフェニル)エタン	2245	224	223	167			0.001
ジコホール	ジコホール	2539	251	139				-
	ジコホール分解物(4,4'-ジクロロベンゾフェノン)	2018	250	139				0.008
ジスルホトン	ジスルホトン	1813	274	88				0.001
	ジスルホトンスルホン体	2132	213	153				0.004
シニドンエチル	シニドンエチル	3204	358	330				0.003
シハロトリン	シハロトリン(異性体1)	2574	449	197	181			0.038
	シハロトリン(異性体2)	2597	449	197	181			0.012
シハロホップブチル	シハロホップブチル	2581	357	256				0.01

ジフェナミド	ジフェナミド	2026	239	167			0.001
ジフェコナゾール	ジフェコナゾール(異性体1)	3017	323	265			0.005
	ジフェコナゾール(異性体2)	3025	323	265			0.004
シフルトリン	シフルトリン(異性体1)	2775	226	206	163		0.114
	シフルトリン(異性体2)	2788	226	206	163		0.067
	シフルトリン(異性体3)	2796	226	206	163		0.133
	シフルトリン(異性体4)	2801	226	206	163		0.074
ジフルフェニカン	ジフルフェニカン	2397	394	266			0.007
シプロコナゾール	シプロコナゾール(異性体1)	2234	222	139			0.006
	シプロコナゾール(異性体2)	2238	222	139			0.002
シベルメトリン	シベルメトリン(異性体1)	2828	181	163			0.055
	シベルメトリン(異性体2)	2842	181	163			0.04
	シベルメトリン(異性体3)	2850	181	163			0.085
	シベルメトリン(異性体4)	2855	181	163			0.042
シマジン	シマジン	1744	201				0.002
ジメタメトリン	ジメタメトリン	2059	255	212			0.001
ジメチルピホス	ジメチルピホス(E)	1959	297	295			0.008
	ジメチルピホス(Z)	1986	297	295	204		0.008
ジメテナミド	ジメテナミド	1875	230	154			0.005
ジメトエート	ジメトエート	1736	125	87			0.033
シメトリン	シメトリン	1906	213	170			0.001
ジメビベレート	ジメビベレート	2093	145	119			0.001
スピロキサミン	スピロキサミン(異性体1)	1896	100				0.001
	スピロキサミン(異性体2)	1949	100				0.001
スピロジクロフェン	スピロジクロフェン	2690	312	259			0.021
ゾキサミド	ゾキサミド	2428	260	258	187		0.012
	ゾキサミド(分解物)	2094	242	187			0.054
ターバシル	ターバシル	1816	163	161	117		0.013
ダイアジノン	ダイアジノン	1791	304	179	152	137	0.014

ダイアレート	ダイアレート(異性体1)	1697	236	234	86		0.002
	ダイアレート(異性体2)	1715	236	234	86		0.006
チオベンカルブ	チオベンカルブ	1983	257	125	100		0.001
チオトン	チオトン	1725	246	158	125	88	0.009
チフルザミド	チフルザミド	2190	449	194			0.001
ディルドリン	ディルドリン	2215	277	263	261		0.023
テクナゼン	テクナゼン	1594	261	203			0.002
テトラクロルピホス	テトラクロルピホス	2121	329				0.001
テトラコナゾール	テトラコナゾール	1998	336	171			0.001
テトラジホン	テトラジホン	2536	356	159			0.004
テニルクロール	テニルクロール	2384	288	127			0.001
テブコナゾール	テブコナゾール	2397	250	125			0.006
テブフェンピラド	テブフェンピラド	2505	333	318			0.002
テフルトリン	テフルトリン	1816	383	197	177		0.003
デメトン-S-メチル	デメトン-S-メチル	1627	142	109			0.017
デルタメトリン	デルタメトリン	3056	253	181			0.02
テルブトリン	テルブトリン	1945	226				0.001
テルブホス	テルブホス	1783	288	231	153		0.007
デルタメトリン	トラロメトリン	3066	253	181			0.23
トリアジメノール	トリアジメノール(異性体1)	2088	168	128	112		0.009
	トリアジメノール(異性体2)	2104	168	128	112		0.003
トリアジメホン	トリアジメホン	1999	208				0.006
トリアゾホス	トリアゾホス	2310	257	161			0.011
トリアレート	トリアレート	1827	268				0.001
トリシクラゾール	トリシクラゾール	2185	189	162	161		0.045
トリデモルフ	トリデモルフ	-	128				0.031
トリブホス	トリブホス	2193	169				0.001
トリフルラリン	トリフルラリン	1663	306	264			0.008
トリフロキシストロピン	トリフロキシストロピン	2336	116				0.002

トルクロホスメチル	トルクロホスメチル	1899	267	265			0.001
トルフェンピラド	トルフェンピラド	3106	383	171			0.032
2-(1-ナフチル)アセタミド	2-(1-ナフチル)アセタミド	1947	185	141			0.005
ナプロバミド	ナプロバミド	2165	271	128	72		0.02
ニトロタールイソプロピル	ニトロタールイソプロピル	2009	254	236	212		0.003
ノルフルラゾン	ノルフルラゾン	2348	303	173	145		0.006
パクロブトラゾール	パクロブトラゾール	2128	236	167	125		0.002
パラチオン	パラチオン	1994	291	261	235		0.007
パラチオンメチル	パラチオンメチル	1896	263	233	125		0.005
ハルフェンブロックス	ハルフェンブロックス	2841	265	263	183		0.021
ピコリナフェン	ピコリナフェン	2483	376	238			0.013
ピテルタノール	ピテルタノール(異性体1)	2695	268	170	168		0.001
	ピテルタノール(異性体2)	2710	268	170	168		0.006
ピフェノックス	ピフェノックス	2515	341	310			0.044
ピフェントリン	ピフェントリン	2468	181	166			0.001
ピペロニルブトキシド	ピペロニルブトキシド	2409	177	176	149		0.001
ピペロホス	ピペロホス	2486	320	140	84		0.026
ピラクロホス	ピラクロホス	2660	360	194			0.011
ピラゾホス	ピラゾホス	2622	232	221			0.076
ピラフルフェンエチル	ピラフルフェンエチル	2355	412	349			0.003
ピリダフェンチオン	ピリダフェンチオン	2455	340	199	97		0.092
ピリダベン	ピリダベン	2731	309	147			0.01
ピリフェノックス	ピリフェノックス(E)	2122	262	187	171		0.003
	ピリフェノックス(Z)	2068	262	187	171		0.004
ピリプチカルブ	ピリプチカルブ	2436	181	165	108		0.001
ピリプロキシフェン	ピリプロキシフェン	2574	226	136			0.001
ピリミノバックメチル	ピリミノバックメチル(E)	2350	302	259	173		0.001
	ピリミノバックメチル(Z)	2255	302	256			0.0003
ピリミホスメチル	ピリミホスメチル	1940	305	290			0.001

ピリメタニル	ピリメタニル	1801	199	198	183		0.002
ピレトリン	ピレトリンI	2314	133	123			0.035
	ピレトリンII	2615	161	160			0.117
ピロキロン	ピロキロン	1797	173	144	130		0.013
ピンクロゾリン	ピンクロゾリン	1890	285	187			0.003
フィプロニル	フィプロニル	2052	369	367	351		0.004
フェナミホス	フェナミホス	2154	303	217	154		0.084
フェナリモル	フェナリモル	2629	219	139			0.002
フェニトロチオン	フェニトロチオン	1946	277	260			0.004
フェノキサニル	フェノキサニル	2240	293	189			0.008
フェノチオカルブ	フェノチオカルブ	2136	160	72			0.017
フェトリン	フェトリン(異性体1)	2531	183	123			0.079
	フェトリン(異性体2)	2545	183	123			0.03
フェンアミドン	フェンアミドン	2499	268	238			0.019
フェンクロルホス	フェンクロルホス	1919	287	285			0.001
フェンスルホチオン	フェンスルホチオン	2265	308	293	156		0.008
フェンチオン	フェンチオン	1987	278	169			0.0004
フェントエート	フェントエート	2078	274	246			0.002
フェンバレレート	フェンバレレート(異性体1)	2959	419	167	125		0.099
	フェンバレレート(異性体2)	2989	419	167	125		0.159
フェンブコナゾール	フェンブコナゾール	2782	198	129			0.016
フェンプロパトリン	フェンプロパトリン	2498	349	265	181		0.013
フェンプロピモルフ	フェンプロピモルフ	1995	129	128	70		0.001
フサライド	フサライド	2021	272	243			0.005
ブタクロール	ブタクロール	2129	176	160			0.001
ブタミホス	ブタミホス	2145	286	200			0.004
ブピリメート	ブピリメート	2202	273	208			0.006
ブプロフェジン	ブプロフェジン	2205	172	105			0.003
フラムプロップメチル	フラムプロップメチル	2195	276	105	77		0.002

フリラゾール	フリラゾール	1743	262	220			0.006
フルアクリピリム	フルアクリピリム	2289	204	190	189	145	0.01
フルキンコナゾール	フルキンコナゾール	2729	340	108			0.008
フルジオキシニル	フルジオキシニル	2169	248	154	127		0.012
フルシトリネート	フルシトリネート(異性体1)	2844	451	199	157		0.005
	フルシトリネート(異性体2)	2871	451	199	157		0.007
フルチアセツメチル	フルチアセツメチル	<u>3240</u>	<u>405</u>	403			<u>0.021</u>
フルトラニル	フルトラニル	2161	323	173			0.001
フルトリアホール	フルトリアホール	2157	219	201	164	123	0.016
フルバリネート	フルバリネート(異性体1)	2964	252	250			0.008
	フルバリネート(異性体2)	2973	252	250			0.009
フルフェンビルエチル	フルフェンビルエチル	2245	408	335			0.001
フルミオキサジン	フルミオキサジン	2950	354	287			0.021
フルミクロラックペンチル	フルミクロラックペンチル	3080	423	308			0.01
フルリドン	フルリドン	2903	329	328	310		0.011
プレチラクロール	プレチラクロール	2174	262	238	162		0.001
プロシミドン	プロシミドン	2088	283	212	96		0.019
プロチオホス	プロチオホス	2170	309	267			0.001
プロバクロール	プロバクロール	1612	176	120			0.007
プロバジン	プロバジン	1759	229	214	172		0.043
プロパニル	プロパニル	1876	217	163	161		0.013
プロパホス	プロパホス	2114	304	220			0.001
プロパルギット	プロパルギット(異性体1)	2398	135	107			0.044
	プロパルギット(異性体2)	2403	173	135	107		0.044
プロピコナゾール	プロピコナゾール(異性体1)	2346	302	259	256	173	0.006
	プロピコナゾール(異性体2)	2360	259	173			0.005
プロピザミド	プロピザミド	1786	175	173	145		0.017
プロヒドロジャスモン	プロヒドロジャスモン(異性体1)	1814	184	153			0.023
	プロヒドロジャスモン(異性体2)	1844	184	153			0.196

プロフェノホス	プロフェノホス	2184	339	337	139	97	0.063
プロポキシル	プロポキシル	1610	152	110			0.004
プロマシル	プロマシル	1954	231	205			0.002
プロメリン	プロメリン	1919	241	226	184		0.017
プロモブチド	プロモブチド	1887	232	119			0.003
プロモプロピレート	プロモプロピレート	2481	341	183			0.004
プロモホス	プロモホス	2026	331	125			0.002
プロモホスエチル	プロモホスエチル	2109	359	303			0.002
ヘキサコナゾール	ヘキサコナゾール	2172	214	175			0.002
ヘキサジノン	ヘキサジノン	2380	252	171	128		0.004
ベナラキシル	ベナラキシル	2334	206	148			0.002
ベノキサコル	ベノキサコル	1853	259	120			0.003
ヘプタクロール	ヘプタクロール	1922	337	272	100		0.001
	ヘプタクロールエポキシド	2080	353	81			0.048
ペルメリン	ペルメリン(異性体1)	2711	183	163			0.012
	ペルメリン(異性体2)	2728	183	163			0.011
ペンコナゾール	ペンコナゾール	2060	248	159			0.001
ペンディメタリン	ペンディメタリン	2046	281	252			0.002
ベンフルラリン	ベンフルラリン	1668	292	264			0.002
ベンフレセート	ベンフレセート	1871	256	163			0.003
ホサロン	ホサロン	2555	367	182			0.003
ホスチアゼート	ホスチアゼート(異性体1)	2027	283	195			0.043
	ホスチアゼート(異性体2)	2032	283	195			0.047
ホスファミドン	ホスファミドン	1870	264	127			0.043
ホスメット	ホスメット	2480	161	160	133		0.017
ホルモチオン	ホルモチオン	1855	126	125			0.008
ホレート	ホレート	1703	260	231	121	75	0.008
マラチオン	マラチオン	1963	173	158			0.002
マイクロブタニル	マイクロブタニル	2198	179	152	150		0.015

メカルバム	メカルバム	2070	159	131			0.011
メタラキシル(異性体:メフェノキサム)	メタラキシル(異性体:メフェノキサム)	1915	249	234	220	206	0.006
メチダチオン	メチダチオン	2115	302	145	85		0.009
メキシクロル	メキシクロル	2495	274	228	227	212	0.004
メブレン	メブレン	2097	175	153	111		0.022
メミノストロピン	メミノストロピン(E)	2169	238	196	191		0.005
	メミノストロピン(Z)	2212	238	196	191	166	0.01
メラクロール	メラクロール	1975	238	162			0.001
メビンホス	メビンホス	1424	192	164	127		0.008
メフェナセット	メフェナセット	2588	298	192	120		0.002
メフェンピルジエチル	メフェンピルジエチル	2427	299	271	253		0.011
メプロニル	メプロニル	2308	269	119			0.001
モノクロトホス	モノクロトホス	1679	192	164	127		0.048
リンデン(γ -BHC)	リンデン(γ -BHC)	1779	219	183	181		0.011
レスメリン	レスメリン(異性体1)	2398	171	143	123		0.012
	レスメリン(異性体2)	2414	171	143	123		0.003
レナシル	レナシル	2359	153	136	110		0.002

◎ 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。

◎ 保持指標は n -アルカンの保持時間を基準とした値であり、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 2 μ LをGC/MSに注入したときのS/N=10の値であり、2~3機関で求めた値の中で最も小さい値を示した。

◎ 本法に従って果実又は野菜について試験溶液を調製し、2 μ LをGC/MSに注入した場合、0.08ngが試料中0.01ppmに相当する。

2. ~12. (略)

2. ~12. (略)

(略)

第3章 個別試験法

(略)

・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試験法 (畜水産物)

(略)

・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)

(略)

・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)

(略)

・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)

(略)

・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)

(略)

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)

(略)

カスガマイシン試験法 (農産物)

1. 分析対象化合物

カスガマイシン

2. 適用食品

農産物

(略)

第3章 個別試験法

(略)

・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)

・(新設)

・カフェンストロール試験法 (畜水産物)

(略)

・スピラマイシン試験法 (畜水産物)

・(新設)

・(新設)

・スピロメシフェン試験法 (農産物)

(略)

・トリフルミゾール試験法 (農産物)

・(新設)

・トリブロムサラン及びビチオノール試験法 (畜水産物)

(略)

・ピルリマイシン試験法 (畜水産物)

・(新設)

・(新設)

・ファモキサドン試験法 (農産物)

(略)

・フルミオキサジン試験法 (農産物)

・(新設)

・プロクロラズ試験法 (農産物)

(略)

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)

(略)

(新設)

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。

アンモニア水 25%アンモニア水 (特級)

スルホン酸塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム (500 mg) 内径 8 ~ 9 mm のポリエチレン製のカラム管に、強酸性陽イオン交換樹脂 500 mg を充填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。

カスガマイシン塩酸塩一水和物標準品 本品はカスガマイシン塩酸塩一水和物 98 %以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

穀類、豆類及び種実類の場合は、試料 10.0 g に水 20 mL を加え、30 分間放置する。果実及び野菜の場合は試料 20.0 g を量り採る。茶及びホップの場合は、試料 5.00 g に水 20 mL を加え、30 分間放置する。

これにエタノール及び 2 vol%酢酸 (1 : 1) 混液 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 2 vol%酢酸及びエタノール (1 : 1) 混液 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、エタノール及び 2 vol%酢酸 (1 : 1) 混液を加えて正確に 200 mL とする。

2) 精製

① 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 (1,000 mg) にメタノール及び水各 10 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに1) で得られた溶液から正確に 5 mL を分取して注入した後、水 15 mL を注入し、全溶出液を採り、水を加えて正確に 50 mL とする。

② スルホン酸塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体カラムクロマトグラフィー

スルホン酸塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム (500 mg) にメタノール及び水各 10 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに①で得られた溶液から、穀類、豆類、種実類、茶及びホップの場合は正確に 40 mL、果実及び野菜の場合は正確に 20 mL を分取して注入し、流出液は捨てる。更に水及びメタノール各 10 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。次いで、アンモニア水及びメタノール (1 : 19) 混液 15 mL を注入し、溶出液を 40 °C 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

カスガマイシン塩酸塩一水和物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、本法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 0.002 mg/L である。

7. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、6 の検量線でカスガマイ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

(例)

カラム：スルホベタイン基化学結合型シリカゲルカラム 内径 2.1 mm、長さ 150 mm、粒子径 5 μ m

カラム温度：40 $^{\circ}$ C

移動相：アセトニトリル及び 0.1 vol%ギ酸混液 (4 : 1) から (1 : 1) までの濃度勾配を 5 分間で行い、(1 : 1) で 10 分間保持する。

イオン化モード：ESI (+)

主なイオン (m/z)：プリカーサーイオン 380
プロダクトイオン 200、112

注入量：5 μ L

保持時間の目安：11 分

10. 定量限界

0.01 mg/kg (茶及びホップにあつては 0.04 mg/kg)

11. 留意事項

1) 試験法の概要

カスガマイシンを試料からエタノール及び 2 vol%酢酸 (1 : 1) 混液で抽出し、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム及びスルホン酸塩修飾ジビニルベンゼン-*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 カスガマイシンの標準品については、カスガマイシン塩酸塩一水和物以外にカスガマイシン塩酸塩が市販されている。

② カスガマイシンの 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。
定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 380、プロダクトイオン 112
定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 380、プロダクトイオン 200

③ カスガマイシンはガラスに吸着しやすいので、標準溶液を調製後、速やかにポリプロピレン製のガラス製以外の容器に移す。また、試験溶液用バイアルもポリプロピレン製のものを使用するとよい。

④ 多検体の試料を連続して測定する場合には、スルホベタイン基化学結合型シリカゲルカラムの再現性を維持するために、カスガマイシン溶出後にアセトニトリル及び 0.1 vol%ギ酸 (2:3) 混液での洗浄を約 20 分間行うとよい。

⑤ 試験法開発時に検討した食品：玄米、大豆、らっかせい、ばれいしょ、キャベツ、ほうれんそう、オレンジ、りんご、茶及びコリアンダーの種子

12. 参考文献

なし

13. 類型

C

カルタップ、ベンスルタップ及びチオシクロラム試験法 (農産物)

(略)

(略)

スピラマイシン試験法 (畜水産物)

(略)

スピロテトラマト試験法 (農産物)

カルタップ、ベンスルタップ及びチオシクロラム試験法 (農産物)

(略)

(略)

スピラマイシン試験法 (畜水産物)

(略)

(新設)

1. 分析対象化合物

スピロテトラマト

シス-3-(2,5-ジメチルフェニル)-4-ヒドロキシ-8-メトキシ-1-アザスピロ[4.5]デカ-3-エン-2-オン (以下、「代謝物 M1」という。)

2. 適用食品

農産物

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。

スピロテトラマト標準品 本品はスピロテトラマト 98 %以上を含む。

代謝物 M1 標準品 本品は代謝物 M1 98 %以上を含む。

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 2 vol %ギ酸 20 mL を加え、30 分間放置する。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 2 mL を分取し、0.02 vol %ギ酸 20 mL を加える。

② 果実及び野菜の場合

試料を正確に量り、重量比で 3/10 量の 5 vol %ギ酸を加え磨砕均一化した後、試料 20.0 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 2 mL を分取し、0.02 vol %ギ酸 20 mL を加える。

③ 茶の場合

試料 5.00 g に 2 vol %ギ酸 20 mL を加え、30 分間放置する。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、40 °C 以下で約 1 mL まで濃縮し、アセトン 1 mL を加えて混合した後、0.02 vol %ギ酸 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、0.02 vol %ギ酸・メタノール溶液及び 0.02 vol %ギ酸各 5 mL を順次注入し、各流出液

は捨てる。グラファイトカーボンミニカラム (250 mg) に、0.02 vol %ギ酸・メタノール溶液 5 mL を注入し、流出液は捨てる。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムに1) で得られた溶液を注入した後、更に 0.02 vol %ギ酸及びメタノール (7 : 3) 混液 10 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、このカラムの下部にグラファイトカーボンミニカラムを接続し、0.02 vol %ギ酸・メタノール溶液 15 mL を注入し、溶出液を 40 °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 0.02 vol %ギ酸 (1 : 1) 混液に溶かし、正確に 2 mL (果実及び野菜の場合は 4 mL) としたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

スピロテトラマト標準品及び代謝物 M1 標準品をそれぞれアセトンに溶解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 0.02 vol %ギ酸 (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、本法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各化合物とも 0.0005 mg/L (代謝物 M1 はスピロテトラマト換算) である。

7. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、6 の検量線でスピロテトラマト及び代謝物 M1 の含量を求める。

代謝物 M1 を含むスピロテトラマトの含量を求める場合には、次式により求める。

スピロテトラマト (代謝物 M1 を含む。) の含量 (ppm) = $A + B \times 1.239$

A : スピロテトラマトの含量 (ppm)

B : 代謝物 M1 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 2.0 mm、長さ 150 mm、粒子径 5 μm

カラム温度 : 40 °C

移動相 : アセトニトリル及び 0.02 vol %ギ酸 (7 : 13) 混液で 1 分間保持した後、(19 : 1) までの濃度勾配を 10 分間で行い、(19 : 1) で 3 分間保持する。

イオン化モード : ESI (+)

主なイオン (m/z) :

スピロテトラマト プリカーサーイオン 374
プロダクトイオン 302、216

代謝物 M1 プリカーサーイオン 302
プロダクトイオン 270、216

注入量：5 μ L

保持時間の目安：スピロテトラマト 11分

代謝物 M1 8分

10. 定量限界

各化合物 0.01 mg/kg (代謝物 M1 はスピロテトラマト換算)

11. 留意事項

1) 試験法の概要

スピロテトラマト及び代謝物 M1 を試料からギ酸酸性下でアセトン抽出し、
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、
スピロテトラマト及び代謝物 M1 のそれぞれについて定量を行い、代謝物
M1 を含むスピロテトラマト含量を求める場合には、代謝物 M1 の含量に換
算係数を乗じてスピロテトラマトの含量に変換し、これらの和を分析値とす
る。

2) 留意事項

① スピロテトラマトは大豆等試料によっては分解されるため、酸性条件
下で抽出を行う必要がある。

② 代謝物 M1 は濃縮操作により損失することがあるため、注意が必要で
ある。

③ スピロテトラマト及び代謝物 M1 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。

スピロテトラマト

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 374

プロダクトイオン 216

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 374

プロダクトイオン 302

代謝物 M1

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 302

プロダクトイオン 216

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 302

プロダクトイオン 270

④ 試験法開発時に検討した食品：玄米、大豆、らっかせい、ほうれんそう、キャベツ、ばれいしょ、なす、オレンジ、りんご及び茶

12. 参考文献

なし

13. 類型

C

スピロテトラマト試験法（畜水産物）

（新設）

1. 分析対象化合物

スピロテトラマト

シス-3-(2,5-ジメチルフェニル)-4-ヒドロキシ-8-メトキシ-1-アザスピロ[4.5]デカ-3-エン-2-オン（以下、「代謝物 M1」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。

ギ酸・エタノール試液 ギ酸 50 mL にエタノール及び水（1：1）混液を加えて 1,000 mL とする

スピロテトラマト標準品 本品はスピロテトラマト 98 %以上を含む。

代謝物 M1 標準品 本品は代謝物 M1 98 %以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 筋肉、肝臓、鶏卵及び魚介類の場合

試料を正確に量り、重量比で 3/10 量のギ酸・エタノール試液を加えて磨砕均一化した後、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、アセトンで正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 2 mL を分取し、0.02 vol %ギ酸 20 mL を加える。

② 脂肪の場合

試料を正確に量り、重量比で 3/10 量のギ酸・エタノール試液を加えて磨砕均一化した後、試料 5.00 g に相当する量を量り採る。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、アセトンで正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 4 mL を分取し、40 °C 以下で約 1 mL まで濃縮し、アセトン 1 mL を加えて混合した後、0.02 vol % ギ酸 20 mL を加える。

③ 牛乳の場合

試料 10.0 g に 2 vol % ギ酸 20 mL を加えて混合する。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 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、アセトンで正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 2 mL を分取し、0.02 vol % ギ酸 20 mL を加える。

④ はちみつの場合

試料 10.0 g に 2 vol % ギ酸 20 mL を加えて溶解する。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 2 vol % ギ酸 10 mL 及びアセトン 50 mL 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、アセトンで正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 2 mL を分取し、0.02 vol % ギ酸 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、0.02 vol % ギ酸・メタノール溶液及び 0.02 vol % ギ酸各 5 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。グラファイトカーボンミニカラム (250 mg) に、0.02 vol % ギ酸・メタノール溶液 5 mL を注入し、流出液は捨てる。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムに 1) で得られた溶液を注入した後、更に 0.02 vol % ギ酸及びメタノール (7 : 3) 混液 10 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、このカラムの下部にグラファイトカーボンミニカラムを接続し、0.02 vol % ギ酸・メタノール溶液 15 mL を注入し、溶出液を 40 °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 0.02 vol % ギ酸 (1 : 1) 混液に溶かし、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

スピロテトラマト標準品及び代謝物 M1 標準品をそれぞれアセトンに溶解して標準原液とする。各標準原液を適宜混合してアセトニトリル及び 0.02 vol %

ギ酸（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、本法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各化合物とも 0.0005 mg/L（代謝物 M1 はスピロテトラマト換算）である。

7. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、6 の検量線でスピロテトラマト及び代謝物 M1 の含量を求める。

代謝物 M1 を含むスピロテトラマトの含量を求める場合には、次式により求める。

スピロテトラマト（代謝物 M1 を含む。）の含量（ppm） = A + B×1.239

A：スピロテトラマトの含量（ppm）

B：代謝物 M1 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 2.0 mm、長さ 150 mm、粒子径 5 μm

カラム温度：40 °C

移動相：アセトニトリル及び 0.02 vol % ギ酸（7：13）混液で 1 分間保持した後、（19：1）までの濃度勾配を 10 分間で行い、（19：1）で 3 分間保持する。

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（m/z）：

スピロテトラマト プリカーサーイオン 374

プロダクトイオン 302、216

代謝物 M1 プリカーサーイオン 302

プロダクトイオン 270、216

注入量：5 μL

保持時間の目安：スピロテトラマト 11 分

代謝物 M1 8 分

10. 定量限界

各化合物 0.01 mg/kg（代謝物 M1 はスピロテトラマト換算）

11. 留意事項

1) 試験法の概要

スピロテトラマト及び代謝物 M1 を試料からギ酸酸性下でアセトン抽出し、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、スピロテトラマト及び代謝物 M1 のそれぞれについて定量を行い、代謝物 M1 を含むスピロテトラマト含量を求める場合には、代謝物 M1 の含量に換算係数を乗じてスピロテトラマトの含量に変換し、これらの和を分析値とする。

2) 注意点

① スピロテトラマトは大豆等試料によっては分解されるため、酸性条件下で抽出を行う必要がある。

② 代謝物 M1 は濃縮操作により損失することがあるため、注意が必要である。

③ スピロテトラマト及び代謝物 M1 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。

スピロテトラマト

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 374

プロダクトイオン 216

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 374

プロダクトイオン 302

代謝物 M1

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 302

プロダクトイオン 216

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 302

プロダクトイオン 270

④ 試験法開発時に検討した食品：牛の筋肉・脂肪・肝臓、豚の筋肉、牛乳、鶏卵、はちみつ、さけ、うなぎ及びしじみ

12. 参考文献

なし

13. 類型

C

スピロメシフェン試験法（農産物）

(略)

(略)

スピロメシフェン試験法（農産物）

(略)

(略)

トリフルミゾール試験法（農産物）

(略)

トリフロキシストロビン試験法（畜水産物）

1. 分析対象化合物

トリフロキシストロビン

(E,E)-メトキシイミノ-[2-[1-(3-トリフロロメチル-フェニル)-エチリデンアミノオキシメチル]-フェニル]-酢酸（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。

トリフロキシストロビン標準品 本品はトリフロキシストロビン 98 % 以上を含む。

代謝物 B 標準品 本品は代謝物 B 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 10.0 g（脂肪は 5.00 g）に 4 mol/L 塩酸 5 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、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 2 mL（脂肪は 4 mL）を分取し、水 10 mL を加える。

② はちみつの場合

試料 10.0 g に水 20 mL を加えて溶解する。これに 4 mol/L 塩酸 5 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。ろ紙上の残留物に水 10 mL 及びアセトン 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、アセトンを加えて正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 2 mL を分取し、水 10 mL を加える

。

トリフルミゾール試験法（農産物）

(略)

(新設)

2) 精製

スチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラム (500 mg) の下部にグラファイトカーボンミニカラム (500 mg) を連結し、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。この連結カラムに 1) で得られた溶液を注入した後、ギ酸、水及びメタノール (1 : 30 : 70) 混液 20 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、1 vol % ギ酸・アセトニトリル溶液 20 mL を注入し、溶出液を 40 °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、ギ酸及び水 (50 : 1 : 50) 混液に溶かし、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

トリフロキシストロビン標準品をアセトンに溶解して標準原液を調製する。また、代謝物 B 標準品を 1 vol % ギ酸・アセトン溶液に溶解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、ギ酸及び水 (50 : 1 : 50) 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、本法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各化合物とも 0.0005 mg/L (代謝物 B はトリフロキシストロビン換算) である。

7. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、6 の検量線でトリフロキシストロビン及び代謝物 B の含量を求める。代謝物 B を含むトリフロキシストロビンの含量を求める場合には、次式により求める。

トリフロキシストロビン (代謝物 B を含む。) の含量 (ppm) = $A+B \times 1.036$

A : トリフロキシストロビンの含量 (ppm)

B : 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 : トリアコンチルシリル化シリカゲル 内径 2.0 mm、長さ 150 mm、
粒子径 5 μ m

カラム温度 : 40 °C

移動相 : 0.1 vol% ギ酸及びアセトニトリル混液 (3 : 2) から (1 : 19) までの濃度勾配を 14 分間で行い、(1 : 19) で 7 分間保持する。

イオン化モード : ESI (+)

主なイオン (m/z) :

トリフロキシストロビン プリカーサーイオン 409

プロダクトイオン 186、145

代謝物 B プリカーサーイオン 395

プロダクトイオン 186、145

注入量：4 μ L

保持時間の目安：トリフロキシストロビン 13分

代謝物 B 11分

10. 定量限界

各化合物 0.01 mg/kg (代謝物 B はトリフロキシストロビン換算)

11. 留意事項

1) 試験法の概要

トリフロキシストロビン及び代謝物 B を試料から塩酸酸性下でアセトン抽出し、スチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラム及びグラファイトカーボンミニカラムの連結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、トリフロキシストロビン及び代謝物 B のそれぞれについて定量を行い、代謝物 B を含むトリフロキシストロビンの含量を求めるときには、代謝物 B の含量に換算係数を乗じてトリフロキシストロビンの含量に変換し、これらの和を分析値とする。

2) 注意点

① 代謝物 B は酸性化合物であるため、酸性条件下でアセトンにより抽出する。

② トリフロキシストロビン及び代謝物 B の LC-MS/MS 測定で使用したイオンを以下に示す。

トリフロキシストロビン

定量イオン (m/z) プリカーサーイオン 409、プロダクトイオン 186

定性イオン (m/z) プリカーサーイオン 409、プロダクトイオン 145

代謝物 B

定量イオン (m/z) プリカーサーイオン 395、プロダクトイオン 186

定性イオン (m/z) プリカーサーイオン 395、プロダクトイオン 145

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

12. 参考文献

なし

13. 類型

C

トリブロムサララン及びピチオノール試験法（畜水産物）

(略)

(略)

ピルリマイシン試験法（畜水産物）

(略)

ピンドン試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

ピンドン

2. 適用食品

農産物

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。

ピンドン標準品 本品はピンドン 98 %以上を含む。

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、アセトンで正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 40mL を分取し、40℃ 以下で約 6 mL に濃縮する。これに 10 %塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、*n*-ヘキサン 100 mL 及び 50 mL で 2 回振とう抽出する。抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、40℃ 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に *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 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。この残留物にギ酸、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン（1：20：180）混液 2 mL を加えて溶かす。

トリブロムサララン及びピチオノール試験法（畜水産物）

(略)

(略)

ピルリマイシン試験法（畜水産物）

(略)

(新設)

② 果実、野菜及び茶の場合

果実及び野菜の場合は、試料 20.0 g を量り採る。茶の場合は、試料 1.00 g を量り採り、水 20 mL を加え、30 分間放置する。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、アセトンで正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 20 mL (茶の場合は正確に 80 mL) を分取し、40℃ 以下で約 3 mL (茶の場合は約 12 mL) に濃縮する。これに 10 % 塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、*n*-ヘキサン 100 mL 及び 50 mL で 2 回振とう抽出する。抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、40℃ 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にギ酸、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン (1 : 20 : 180) 混液 2 mL を加えて溶かす。

2) 精製

① 穀類、豆類、種実類及び茶の場合

a グラファイトカーボンカラムクロマトグラフィー及びシリカゲルカラムクロマトグラフィー

グラファイトカーボンミニカラム (500 mg) の下部にシリカゲルミニカラム (1,000 mg) を接続し、ギ酸、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン (1 : 20 : 180) 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、更にギ酸、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン (1 : 20 : 180) 混液 18 mL を注入し、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ン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液 2 mL を加えて溶かす。

b エチレンジアミン-*N*-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

エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラム (500 mg) にアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液 10 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに a で得られた溶液を注入した後、更にアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液 8 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトン、ギ酸及び *n*-ヘキサン (25 : 1 : 25) 混液 20 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 1 mL としたものを試験溶液とする。

② 果実及び野菜の場合

グラファイトカーボンミニカラム (500 mg) の下部にシリカゲルミニカラム (1,000 mg) を接続し、ギ酸、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン (1 : 20 : 180) 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、更にギ酸、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン (1 : 20 : 180) 混液 18 mL を注入し、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

ピンドン標準品のメタノール溶液を数点調製し、それぞれを 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、本法に従って試験溶液を調製した場合、試料中 0.001 mg/kg に相当する試験溶液中濃度は 0.002 mg/L である。

7. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、6 の検量線でピンドンの含量を求める。

8. 確認試験

LC-MS/MS により確認する。

9. 測定条件

(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 3 µm

カラム温度：40℃

移動相：10 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液及び 10 mmol/L 酢酸アンモニウム・メタノール溶液混液 (4 : 1) から (1 : 19) までの濃度勾配を 15 分間で行い、(1 : 19) で 10 分間保持する。

イオン化モード：ESI (-)

主なイオン (*m/z*)：プリカーサーイオン 229、プロダクトイオン 172、116

注入量：5 µL

保持時間の目安：14 分

10. 定量限界

0.001 mg/kg

11. 留意事項

1) 試験法の概要

ピンドンを試料からアセトンで抽出し、*n*-ヘキサンに転溶した後、穀類、豆類及び種実類の場合はアセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂する。グラフアイトカーボンミニカラムとシリカゲルミニカラムを連結したカラムで精製した後、果実及び野菜の場合はそのまま、穀類、豆類、種実類及び茶の場合はエチレンジアミン-*N*-プロピ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 ピンドンの 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。
定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 229、プロダクトイオン 116
定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 229、プロダクトイオン 172
- ② グラファイトカーボンミニカラムとシリカゲルミニカラムの連結カラムにおいて、色素の少ない食品では、グラファイトカーボンミニカラムによる精製を省略し、シリカゲルミニカラムのみを使用してもよい。
- ③ ピンドンは、測定に用いるオクタデシルシリル化シリカゲルカラムによってはテーリングする場合があるため、金属不純物や残存シラノール基の少ない測定用カラムを用いるとよい。
- ④ 試験法開発時に検討した食品：玄米、大豆、ばれいしょ、ほうれんそう、キャベツ、トマト、きゅうり、りんご、オレンジ及び茶

12. 参考文献

なし

13. 類型

C

ピンドン試験法 (畜水産物)

(新設)

1. 分析対象化合物

ピンドン

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。
ピンドン標準品 本品はピンドン 98 % 以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

筋肉、肝臓、腎臓、魚介類、乳及び卵の場合は、試料 10.0 g を量り採る。脂肪の場合は、試料 5.00 g を量り採る。はちみつの場合は、試料 10.0 g を量り採り、水 20 mL を加えて溶解する。

これに酢酸 1 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、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせて 40℃ 以下で約 10 mL (はちみつの場合は約 30 mL) に濃縮する。これに 10 % 塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、*n*-ヘキサン 100 mL 及び 50 mL で 2 回振とう抽出する。抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、*n*-ヘキサンで正確に 200 mL とする。

この溶液から正確に 40 mL (脂肪の場合は正確に 80 mL) を分取し、40℃ 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に *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 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。この残留物にギ酸、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン (1 : 20 : 180) 混液 2 mL を加えて溶かす。

2) 精製

① シリカゲルカラムクロマトグラフィー

シリカゲルミニカラム (1,000 mg) にギ酸、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン (1 : 20 : 180) 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、更にギ酸、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン (1 : 20 : 180) 混液 18 mL を注入し、全溶出液を採り、40℃ 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にメタノール 2 mL を加えて溶かす。

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 (500 mg) にメタノール 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、更にメタノール 18 mL を注入して、全溶出液を採り、40℃ 以下で濃縮して、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

ピンドン標準品のメタノール溶液を数点調製し、それぞれを 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、本法に従って試験溶液を調製した場合、試料中 0.001 mg/kg に相当する試験溶液中濃度は 0.002 mg/L である。

7. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、6 の検量線でピンドンの含量を求める。

8. 確認試験

LC-MS/MS により確認する。

9. 測定条件

(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 3 μm

カラム温度：40°C

移動相：10 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液及び 10 mmol/L 酢酸アンモニウム・メタノール溶液混液 (4 : 1) から (1 : 19) までの濃度勾配を 15 分間で行い、(1 : 19) で 10 分間保持する。

イオン化モード：ESI (-)

主なイオン (m/z)：プリカーサーイオン 229、プロダクトイオン 172、116

注入量：5 μL

保持時間の目安：14 分

10. 定量限界

0.001 mg/kg

11. 留意事項

1) 試験法の概要

ピンドンを試料から酢酸酸性アセトンで抽出し、*n*-ヘキサンに転溶する。アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂し、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た後、LC-MS/MS で定量及び確認する方法である。

2) 注意点

① ピンドンの 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。

定性イオン (m/z)：プリカーサーイオン 229、プロダクトイオン 172

定量イオン (m/z)：プリカーサーイオン 229、プロダクトイオン 116

② 脂肪の少ない食品では、アセトニトリル/ヘキサン分配による脱脂操作を省略してもよい。

③ ピンドンは、測定に用いるオクタデシルシリル化シリカゲルカラムによってはテーリングする場合があるため、金属不純物や残存シラノール基の少ない測定用カラムを用いるとよい。

④ 試験法開発時に検討した食品：牛の筋肉・脂肪・肝臓、鶏の筋肉、牛乳、鶏卵、はちみつ、さけ、うなぎ及びしじみ

12. 参考文献

なし

13. 類型

C

(略) ファモキサドン試験法 (農産物)

(略)

(略)

(略) フルミオキサジン試験法 (農産物)

(略)

フルメツラム試験法 (畜水産物)

ファモキサドン試験法 (農産物)

(略)

(略)

フルミオキサジン試験法 (農産物)

(略)

(新設)

1. 分析対象化合物

フルメツラム

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。

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。

フルメツラム標準品 本品はフルメツラム 98 %以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 筋肉、肝臓、腎臓、乳、卵、魚介類及びはちみつの場合

試料 10.0 g にアセトン及び 0.1 mol/L 塩酸 (9 : 1) 混液 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及び 0.1 mol/L 塩酸 (9 : 1) 混液 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、アセトンで正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 2 mL を分取し、40 °C 以下で濃縮し、アセトンを除去する。この残留物に 0.1 mol/L 塩酸 3 mL を加えて溶かす。

② 脂肪の場合

試料 5.00 g にアセトン及び 0.1 mol/L 塩酸 (9 : 1) 混液 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及び 0.1 mol/L 塩酸 (9 : 1) 混液 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、アセトンで正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 4 mL を分取し、40 °C 以下で濃縮し、アセトンを除去する。この残留物に 0.1 mol/L 塩酸 3 mL を加えて溶かす。

2) 精製

① 多孔性ケイソウ土カラムクロマトグラフィー

1) で得られた溶液を多孔性ケイソウ土カラム (5 mL 保持用) に注入し、5 分間放置する。*n*-ヘキサン 20 mL で 1) で得られた溶液が入っていた容器を洗い、洗液を多孔性ケイソウ土カラムに注入し、更に *n*-ヘキサン 20 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、酢酸エチル 10 mL で 1) で得られた溶液が入っていた容器を洗い、洗液を多孔性ケイソウ土カラムに注入し、更に酢酸エチル 30 mL を注入する。全溶出液を 40 °C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン 5 mL を加えて溶かす。

② 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カラムクロマトグラフィー

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) にメタノール及びアセトン各 5 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに 2) ① で得られた溶液を注入した後、更にアセトン 5 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、ギ酸及びメタノール (1 : 49) 混液 20 mL を注入し、溶出液を 40 °C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物を 0.1 vol % ギ酸及びメタノール (1 : 1) 混液に溶かし、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

フルメツラム標準品の 0.1 vol % ギ酸及びメタノール (1 : 1) 混液の溶液を数点調製し、それぞれを 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、本法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 の検量線でフルメツラムの含量を求め
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 $^{\circ}\text{C}$

移動相：0.1vol %ギ酸及びメタノール混液 (4 : 1) から (2 : 3) までの濃度
勾配を 13 分間で行い、(2 : 3) で 2 分間保持する。

イオン化モード：ESI (+)

主なイオン (m/z)：プリカーサーイオン 326、プロダクトイオン 129、109

注入量：4 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

フルメツラムを試料からアセトン及び 0.1 mol/L 塩酸 (9 : 1) 混液で抽出
し、多孔性ケイソウ土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た後、LC-MS/MS で
定量及び確認する方法である。

2) 注意点

① 残留物中の脂質等の溶解には 0.1 mol/L 塩酸のみでは不十分なため、
多孔性ケイソウ土カラムクロマトグラフィー操作において、洗浄溶媒の
n-ヘキサン及び溶出溶媒の酢酸エチルで負荷溶液の入っていた容器を洗
い込む。

② フルメツラムの 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。

定量イオン (m/z)：プリカーサーイオン 326、プロダクトイオン 129

定性イオン (m/z)：プリカーサーイオン 326、プロダクトイオン 109

また、その他のイオンの例を以下に示す。

イオン化モード：ESI (-)

主なイオン (m/z) : プリカーサーイオン 324

プロダクトイオン 133、66

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

12. 参考文献

なし

13. 類型

C

(略)

プロクロラズ試験法 (農産物)

(略)

プロクロラズ試験法 (農産物)