

生食発0116第2号
平成29年1月16日

各 検疫所長 殿

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た。改正の概要は下記のとおりである。ついては、その運用に遺漏なきよう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願います。

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)					測定限界 (ng)
BHC	削る							BHC	α -BHC	1714	219	183	181			0.01	
	β -BHC	1757	219*	183	181*				β -BHC	1761	219	183	181			0.011	
	削る								γ -BHC (リンデン)	1779	219	183	181			0.011	
	δ -BHC	1829	219*	183	181*				δ -BHC	1833	219	183	181			0.015	
削る							DDT	op'-DDT	2295	237	235	212	165		0.01		
削る								pp'-DDD	2289	237	235	178	165		0.007		
削る								pp'-DDE	2196	318	246				0.004		
削る								pp'-DDT	2373	237	235	212	165		0.011		
削る								EPN	EPN	2484	185	169	157			0.032	
削る								TCMTB	TCMTB	2162	180					0.004	
削る								XMC	XMC	1563	122					0.001	
削る								アクリナトリン	アクリナトリン	2613	289	208	181			0.006	
削る								アザコナゾール	アザコナゾール	2216	217	173				0.003	
削る								アジンホスメチル	アジンホスメチル	2572	160	132				0.132	
削る								アセタミプリド	アセタミプリド	2452	166	152				0.021	
γ -BHC	γ -BHC	1776	219*	183	181*			新設									
アセトクロール	アセトクロール	1882	削る	223*	162	146*		アセトクロール	アセトクロール	1882	233	223	新設	146		0.007	
削る								アトラジン	アトラジン	1755	215	200				0.002	
削る								アニロホス	アニロホス	2512	226	125				0.023	
削る								アメトリン	アメトリン	1916	227	212				0.002	
削る								アラクロール	アラクロール	1898	188	160				0.002	
削る								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		261		0.012	
								アラマイト (異性体4)	2230	319	185		161		0.008	
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	115*	100*											0.01**	
削る								新設								
削る								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
削る								イサゾホス	イサゾホス	1815	285	257	172	161		0.005
削る								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	
削る								イソキサチオン	イソキサチオン	2234	313	285	177	105		0.001
削る								イソフェンホス	イソフェンホス	2064	255	213	121		0.001	
削る								イソフェンホスオキソン	イソフェンホスオキソン	1998	229	201			0.002	
イソプロカルブ	イソプロカルブ	1538	削る	136*	削る	121*									0.01	
削る								イソプロカルフ	イソプロカルフ	1538	263	136	125	121		0.001
削る								イソプロチオラン	イソプロチオラン	2177	204	290	231	118		0.008
削る								イプロベンホス	イプロベンホス	1845	246	204	91		0.008	
削る								イマザメタバベンズメチルエステル	イマザメタバベンズメチルエステル (異性体1)	2160	256	214	187		0.012	
削る								イマザメタバベンズメチルエステル	イマザメタバベンズメチルエステル (異性体2)	2164	256	214	187		0.012	
イマザリル	イマザリル	2173	215*	173*											0.01**	
イミベンコナゾール	削る															
	イミベンコナゾール脱ベンジル体	2216	270	235*											0.01	
削る								新設								
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	
削る								新設								
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	419*	167*	125										0.01**	
	エスフェンバレレート (異性体-2)	2983	419*	167*	125											
エスプロカルフ	エスプロカルフ	1968	222*	162*	91*	71									0.01	
エタルフルラリン	エタルフルラリン	1647	316	276*	292										0.01	
削る								新設								
エチクロゼート	エチクロゼート	2073	238*	165*											0.01	
削る								新設								
削る								エディフェンホス	エディフェンホス	2356	310	173				0.019
削る								エトキサゾール	エトキサゾール	2489	330	300	204	141		0.0004
削る								エトフェンプロ	エトフェンプロ	2870	376	183	163			0.0004

削る									ックス										
削る									エトフメセート	エトフメセート	1953	286	207	161					0.02
削る									エトプロホス	エトプロホス	1641	200	158	139					0.011
削る									エトリムホス	エトリムホス	1824	292	277	181					0.008
削る									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
削る										エポキシコナゾール (異性体2)	2428	194	192	165	138				0.007
エンドスルファン	削る								エンドスルファン	α-エンドスルファン	2152	241	195						0.018
	削る									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	2364	422*	387*	272*	239*	229	0.01**		エンドスルファンスルファート	2362	422	387	272	新設	新設			0.004
削る									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	2188	344*	302*	258	175*		0.01	オキサジアゾン	オキサジアゾン	2189	新設	302	258	175			0.002	
オキサジキシル	オキサジキシル	2283	163*	132				0.01**	オキサジキシル	オキサジキシル	2280	163	132					0.026	
削る									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
削る									オメトエート	オメトエート	1596	156	141	110					0.086
削る									オリザリン	オリザリン	2667	317	275						0.055
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	170*	141	115*			0.01	新設										
削る									カズサホス	カズサホス	1692	270	213	159	158				0.015
削る									カフェンストロール	カフェンストロール	2767	188	119	100					0.001
削る									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
削る									カルボキシ	カルボキシ	2211	235	225	143					0.001
削る									カルボフラン	カルボフラン	1743	164	149					0.016	
削る										カルボフラン (分解物)	1304	164	149					0.005	
キザロホップエチル	キザロホップエチル	2856	372*	244*				0.01	新設										
削る									キナルホス	キナルホス	2086	157	156	146	118				0.019
削る									キノキシフェン	キノキシフェン	2347	237							0.001
削る									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	1766	295*	249	237*	214	142	0.01	キントゼン	キントゼン	1759	295	新設	237	新設	新設		0.005	
削る									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	2060	331*	259				0.01**	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	1760	204*	127	125*			0.01**	クロマゾン	クロマゾン	1761	204	新設	125				0.001	
削る									クロルエトキシ	クロルエトキシホス	1624	263	153						0.002

クロータルジメチル	クロータルジメチル	1990	332	301*	299			0.01	ホス									
クローデン	cis-クローデン	2150	375	373*	272	237		0.01**	クロータルジメチル	クロータルジメチル	1988	332	301	新設				0.0002
	trans-クローデン	2123	375	373	272	267		0.01**	クローデン	cis-クローデン	2148	375	373	272	新設			0.0003
	オキシクローデン	2073	389	387*	237	185	115*	0.01		trans-クローデン	2121	375	373	272	新設			0.0003
削る									クロービリホス	クロービリホス	1982	314	286	197				0.022
削る									クロービリホス	クロービリホスメチル	1885	286	125					0.001
削る									クローフェナピル	クローフェナピル	2222	408	247					0.016
削る									クローフェンゾン	クローフェンゾン	2169	302	175	111				0.001
削る									クローフェンビンホス	クローフェンビンホス (E) α	2048	323	269	267				0.014
										クローフェンビンホス (Z) β	2071	323	269	267				0.009
クローブファミ	クローブファミ	1752	223*	164	129			0.01	クローブファミ	クローブファミ	1754	223	164	127				0.011
削る									クロープロファミ	クロープロファミ	1660	213	154	127				0.003
削る									クローベンシド	クローベンシド	2119	268	127	125				0.002
削る									クローベンジレート	クローベンジレート	2261	251	139					0.001
クローネブ	クローネブ	1511	208*	新設	193*			0.01	クローネブ	クローネブ	1513	208	206	193				0.003
削る									シアナジン	シアナジン	1987	225	212					0.016
削る									シアノホス	シアノホス	1781	243	109					0.001
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	新設									
削る									ジエトフェンカルブ	ジエトフェンカルブ	1979	267	225					0.006
削る									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)	2085	277*	173				0.01	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)	2118	277*	173						ジクロシメット (異性体-2)	2114	277	221					0.013
削る									ジクロトホス	ジクロトホス	1664	237	193	127				0.005
削る									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	2400	340*	253				0.01	ジクロホップメチル	ジクロホップメチル	2395	340	253					0.003

削る										ジクロラン	ジクロラン	1734	206	176				0.023
削る										1,1-ジクロロー2,2-ビス(4-エチルフェニル)エタン	1,1-ジクロロー2,2-ビス(4-エチルフェニル)エタン	2245	224	223	167			0.001
削る										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)	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	1815	274*	142	88*				0.01**	ジスルホトン	ジスルホトン	1813	274	新設	88			0.001
	削る									ジスルホトンスルホン体	ジスルホトンスルホン体	2132	213	153				0.004
削る										シニドンエチル	シニドンエチル	3204	358	330				0.003
削る										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
削る										シハロホップブチル	シハロホップブチル	2581	357	256				0.01
削る										ジフェナミド	ジフェナミド	2026	239	167				0.001
ジフェニルアミン	ジフェニルアミン	1635	169*	168*	167	77			0.01	新設								
削る										ジフェノコナゾール	ジフェノコナゾール(異性体1)	3017	323	265				0.005
											ジフェノコナゾール(異性体2)	3025	323	265				0.004
削る										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
削る										ジフルフェニカン	ジフルフェニカン	2397	394	266				0.007
削る										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
シプロジニル	シプロジニル	2051	225	224*	210				0.01	新設								

削る										シベルメトリン	シベルメトリン (異性体1)	2828	181	163				0.055
削る											シベルメトリン (異性体2)	2842	181	163				0.04
削る											シベルメトリン (異性体3)	2850	181	163				0.085
削る											シベルメトリン (異性体4)	2855	181	163				0.042
削る										シマジン	シマジン	1744	201					0.002
削る										ジメタメトリン	ジメタメトリン	2059	255	212				0.001
削る										ジメチルビンホス	ジメチルビンホス (E)	1959	297	295				0.008
ジメテナミド										ジメテナミド (RS体)	1879	230*	154					0.01
削る										ジメトモルフ	ジメトモルフ (異性体-1)	3107	387*	301*				0.01
削る											ジメトモルフ (異性体-2)	3149	387*	301*				
削る										ジメピペレート	ジメピペレート	2094	145*	119*				0.01
削る										新設								
削る										シメトリン	シメトリン	1906	213	170				0.001
削る										ジメピペレート	ジメピペレート	2093	145	119				0.001
削る										スピロキサミン	スピロキサミン (異性体1)	1896	100					0.001
削る											スピロキサミン (異性体2)	1949	100					0.001
削る										スピロジクロフェン	スピロジクロフェン	2690	312	259				0.021
削る										ゾキサミド	ゾキサミド	2428	260	258	187			0.012
削る											ゾキサミド (分解物)	2094	242	187				0.054
削る										ターバシル	ターバシル	1816	163	161	117			0.013
削る										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	ダイアレート (異性体1)	1697	236	234	新設	86		0.002
ダイアレート											ダイアレート (異性体2)	1715	236	234	新設	86		0.006
チオベンカルブ										チオベンカルブ	チオベンカルブ	1983	257	125	100	新設		0.001
チオメトン										チオメトン	チオメトン	1725	246	158	125	88	新設	0.009
削る										チフルザミド	チフルザミド	2190	449	194				0.001
削る										ディルドリン	ディルドリン	2215	277	263	261			0.023

削る										テクナゼン	テクナゼン	1594	261	203				0.002
削る										テトラクロロピ ンホス	テトラクロロピ ンホス	2121	329					0.001
削る										テトラコナゾー ル	テトラコナゾー ル	1998	336	171				0.001
削る										テトラジホン	テトラジホン	2536	356	159				0.004
削る										テニルクロール	テニルクロール	2384	288	127				0.001
削る										テブコナゾール	テブコナゾール	2397	250	125				0.006
削る										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*				0.01	テフルトリン	テフルトリン	1816	383	197	177			0.003
削る										デメトン-S-メチ ル	デメトン-S-メチ ル	1627	142	109				0.017
削る										デルタメトリン	デルタメトリン	3056	253	181				0.02
削る										テルブトリン	テルブトリン	1945	226					0.001
削る										テルブホス	テルブホス	1783	288	231	153			0.007
削る										デルタメトリン	トラロメトリン	3066	253	181				0.23
削る										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	2002	210	208*	181				0.01**	トリアジメホン	トリアジメホン	1999	新設	208	新設			0.006
削る										トリアゾホス	トリアゾホス	2310	257	161				0.011
削る										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	2182	189*	162*	161				0.01**	トリシクラゾー ル	トリシクラゾール	2185	189	162	161			0.045
削る										トリデモルフ	トリデモルフ	—	128					0.031
削る										トリブホス	トリブホス	2193	169					0.001
トリフルミゾー ル	トリフルミゾール代謝物	1757	201*	167*					0.01**	新設								
削る										トリフルラリン	トリフルラリン	1663	306	264				0.008
削る										トリフロキシス トロビン	トリフロキシストロビン	2336	116					0.002
削る										トルクロホスメ チル	トルクロホスメチル	1899	267	265				0.001
削る										トルフェンピラ ド	トルフェンピラ ド	3106	383	171				0.032
削る										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

削る									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	2007	254*	236*	212	194		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	2009	254	236	212	新設		0.003
削る									ノルフルラゾン	ノルフルラゾン	2348	303	173	145			0.006
削る									パクロボトラゾール	パクロボトラゾール	2128	236	167	125			0.002
削る									パラチオン	パラチオン	1994	291	261	235			0.007
削る									パラチオンメチル	パラチオンメチル	1896	263	233	125			0.005
削る									ハルフェンプロックス	ハルフェンプロックス	2841	265	263	183			0.021
削る									ピコリナフェン	ピコリナフェン	2483	376	238				0.013
削る									ビテルタノール	ビテルタノール (異性体 1)	2695	268	170	168			0.001
										ビテルタノール (異性体 2)	2710	268	170	168			0.006
削る									ビフェノックス	ビフェノックス	2515	341	310				0.044
削る									ビフェントリン	ビフェントリン	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	2413	削る	176*	149*			0.01**	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
削る									ピペロホス	ピペロホス	2486	320	140	84			0.026
削る									ピラクロホス	ピラクロホス	2660	360	194				0.011
削る									ピラゾホス	ピラゾホス	2622	232	221				0.076
削る									ビラフルフェンエチル	ビラフルフェンエチル	2355	412	349				0.003
削る									ピリダフェンチオン	ピリダフェンチオン	2455	340	199	97			0.092
削る									ピリダベン	ピリダベン	2731	309	147				0.01
削る									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	2438	181	165*	108	93		0.01	ピリプチカルブ	ピリプチカルブ	2436	181	165	108	新設		0.001
ピリプロキシフェン	ピリプロキシフェン	2582	226*	136*				0.01	ピリプロキシフェン	ピリプロキシフェン	2574	226	136				0.001
削る									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				0.003
削る									ピリミホスメチル	ピリミホスメチル	1940	305	290				0.001

削る									ピリメタニル	ピリメタニル	1801	199	198	183			0.002
削る									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	1801	229*	214	173*	削る	130	0.01	ピロキロン	ピロキロン	1797	新設	新設	173	144	130	0.013
ピンクロゾリン	ピンクロゾリン	1893	285*	212	198	187	178	0.01	ピンクロゾリン	ピンクロゾリン	1890	285	新設	新設	187	新設	0.003
削る									フィプロニル	フィプロニル	2052	369	367	351			0.004
削る									フェナミホス	フェナミホス	2154	303	217	154			0.084
削る									フェナリモル	フェナリモル	2629	219	139				0.002
削る									フェニトロチオン	フェニトロチオン	1946	277	260				0.004
削る									フェノキサニル	フェノキサニル	2240	293	189				0.008
フェノキサプロ ップエチル									新設								
フェノキサプロ ップエチル									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**
削る									フェノチオカル ブ	フェノチオカル ブ	2136	160	72				0.017
フェノブカルブ									新設								
フェノブカルブ									フェノブカルブ	フェノブカルブ	1610	150*	121*				0.01
削る									フェノトリン	フェノトリン (異性体1)	2531	183	123				0.079
										フェノトリン (異性体2)	2545	183	123			0.03	
削る									フェンアミドン	フェンアミドン	2499	268	238				0.019
削る									フェンクロルホ ス	フェンクロルホ ス	1919	287	285				0.001
削る									フェンスルホチ オン	フェンスルホチ オン	2265	308	293	156			0.008
削る									フェンチオン	フェンチオン	1987	278	169				0.0004
削る									フェントエート	フェントエート	2078	274	246				0.002
削る									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	
削る									フェンブロナゾ ール	フェンブロナゾ ール	2782	198	129				0.016
削る									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	303	129	128*	削る		0.01**	フェンプロピモ ルフ	フェンプロピモ ルフ	1995	新設	129	128	70	0.001	
削る									フサライド	フサライド	2021	272	243				0.005
削る									ブタクロール	ブタクロール	2129	176	160				0.001
削る									ブタミホス	ブタミホス	2145	286	200				0.004

削る										ブピリメート	ブピリメート	2202	273	208					0.006
削る										ブプロフェジン	ブプロフェジン	2205	172	105					0.003
削る										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
削る										フリラゾール	フリラゾール	1743	262	220					0.006
削る										フルアクリピリ ム	フルアクリピリム	2289	204	190	189	145			0.01
削る										フルキンコナゾ ール	フルキンコナゾール	2729	340	108					0.008
削る										フルジオキソニ ル	フルジオキソニル	2169	248	154	127				0.012
削る										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
削る										フルチアセット メチル	フルチアセットメチル	3240	405	403					0.021
削る										フルトラニル	フルトラニル	2161	323	173					0.001
削る										フルトリアホー ル	フルトリアホール	2157	219	201	164	123			0.016
削る										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
削る										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
削る										フルミオキサジ ン	フルミオキサジン	2950	354	287					0.021
削る										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	2908	新設	328*	310*					フルリドン	フルリドン	2903	329	328	310				0.011
削る										プレチラクロー ル	プレチラクロール	2174	262	238	162				0.001
削る										プロシミドン	プロシミドン	2088	283	212	96				0.019
削る										プロチオホス	プロチオホス	2170	309	267					0.001
プロパクロール	プロパクロール	1613	176*	169	136	120*				プロパクロール	プロパクロール	1612	176	新設	新設	120			0.007
プロバジン	プロバジン	1762	229*	214*	201*	削る	167	0.01		プロバジン	プロバジン	1759	229	214	新設	172	新設	0.043	
プロパニル	プロパニル	1874	217*	削る	161*			0.01		プロパニル	プロパニル	1876	217	163	161				0.013
削る										プロパホス	プロパホス	2114	304	220					0.001
削る										プロパルギット	プロパルギット（異性体	2398	135	107					0.044

ペンコナゾール	ペンコナゾール	2062	248*	161*	159			0.01**	ペンコナゾール	ペンコナゾール	2060	248	新設	159			0.001
ペンディメタリン	ペンディメタリン	2048	281*	252*	220	162	161	0.01**	ペンディメタリン	ペンディメタリン	2046	281	252	新設	新設	新設	0.002
削る									ペンフルラリン	ペンフルラリン	1668	292	264				0.002
ペンフレセート	ペンフレセート	1876	256*	163*				0.01	ペンフレセート	ペンフレセート	1871	256	163				0.003
削る									ホサロン	ホサロン	2555	367	182				0.003
ボスカリド	ボスカリド	2834	342*	140*				0.01	新設								
削る									ホスチアゼート	ホスチアゼート (異性体1)	2027	283	195				0.043
削る										ホスチアゼート (異性体2)	2032	283	195				0.047
削る									ホスファミドン	ホスファミドン	1870	264	127				0.043
削る									ホスメット	ホスメット	2480	161	160	133			0.017
削る									ホルモチオン	ホルモチオン	1855	126	125				0.008
削る									ホレート	ホレート	1703	260	231	121	75		0.008
削る									マラチオン	マラチオン	1963	173	158				0.002
削る									ミクロブタニル	ミクロブタニル	2198	179	152	150			0.015
メカルバム	メカルバム	2072	329*	296*	159	131*	97*	0.01**	メカルバム	メカルバム	2070	新設	新設	159	131	新設	0.011
メタラキシル及びメフェノキサム	削る								メタラキシル (異性体: 異性体: メフェノキサム)	メタラキシル (異性体: 異性体: メフェノキサム)	1915	249	234	220	206		0.006
	メフェノキサム	1917	249*	206				0.01**	新設								
削る									メチダチオン	メチダチオン	2115	302	145	85			0.009
メトキシクロール	メトキシクロール	2496	削る	削る	227*	212*		0.01	メトキシクロール	メトキシクロール	2495	274	228	227	212		0.004
削る									メトプレン	メトプレン	2097	175	153	111			0.022
削る									メトミノストロビン	メトミノストロビン (E)	2169	238	196	191			0.005
削る										メトミノストロビン (Z)	2212	238	196	191	166		0.01
メトラクロール	削る								メトラクロール	メトラクロール	1975	238	162				0.001
	S-メトラクロール	1975	238*	162*				0.01	新設								
メトリブジン	メトリブジン	1890	198*	144*				0.01	新設								
削る									メビンホス	メビンホス	1424	192	164	127			0.008
削る									メフェナセット	メフェナセット	2588	298	192	120			0.002
削る									メフェンビルジエチル	メフェンビルジエチル	2427	299	271	253			0.011
削る									メプロニル	メプロニル	2308	269	119				0.001
削る									モノクロトホス	モノクロトホス	1679	192	164	127			0.048
削る									リンデン (γ-BH C)	リンデン (γ-BHC)	1779	219	183	181			0.011

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

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、『**』をつけて示した。

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)

レスメトリン	レスメトリン (異性体1)	2398	171	143	123			0.012
	レスメトリン (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 μL 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 μL 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)

(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)

- ・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

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

（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）

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同型シリカゲルカラム 内径 2.1 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 0.1 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 μL

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等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等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×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。

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 100mL 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 100mL 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 μ m

カラム温度：40 $^{\circ}$ 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) 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

定性イオン (m/z) : プロダクトイオン 216
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)

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）

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)

(新設)

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

。

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) の下部にグラフア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×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 μm

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 μL

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場合には、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

トリブロムサラン及びビチオノール試験法 (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)

トリブロムサラン及びビチオノール試験法 (畜水産物)

(略)

(略)

ピルリマイシン試験法 (畜水産物)

(略)

(新設)

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 40 mL を分取し、40°C 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°C 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°C 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 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°C 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°C 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。グラファ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°C 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°C 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) 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)

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 °C

移動相：0.1 vol % 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)