



食安発第1129002号  
平成17年11月29日

各 

都道府県知事
保健所設置市長
特別区長

 殿

厚生労働省医薬食品局食品安全部長

食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質  
の試験法について（一部改正）

食品、添加物等の規格基準の一部を改正する件（平成17年厚生労働省告示第499号）が本日公布され、その内容については、同日付け食安発第1129001号当職通知をもって通知したところである。

これに関連して、今般、「食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法について」（平成17年1月24日付け食安発第0124001号当職通知）の別添の一部を下記のとおり改正することとしたので、関係者への周知方よろしく願います。

なお、本通知による改正内容は、平成18年5月29日より適用されるものであることを申し添える。

#### 記

1. 前文及び目次を別紙1のとおり改める。なお、改正部分を下線で示す。
2. 「第1章 総則」を別紙2のとおり改める。なお、改正部分は下線で示す。
3. 「第2章 試験法」を「第3章 個別試験法」に改め、「ゼラノール、 $\alpha$ -トレンボロン及び $\beta$ -トレンボロン試験法」を「ゼラノール試験法」として別紙3のとおり改める。
4. 第2章に別紙4に示す一斉試験法を加える。

# 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

厚生労働省医薬食品局食品安全部

平成 1 7 年 1 1 月

# 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

食品、添加物等の規格基準（昭和34年厚生省告示第370号）の第1食品の部A食品一般の成分規格の6の(1)の表の第1欄、7の(1)の表の第1欄及び9の(1)の表の第1欄に掲げる農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質（その物質が化学的に変化して生成した物質を含む。）の試験法（同表第3欄に「不検出」と定めているものに係るものを除く。）について、次のとおり定める。

## 第1章 総則

## 第2章 一斉試験法

## 第3章 個別試験法

※ 「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号厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知）別添

# 目次

## 第1章 総則

## 第2章 一斉試験法

- ・ GC/MSによる農薬等の一斉試験法（農産物）
- ・ LC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅰ（農産物）
- ・ LC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅱ（農産物）
- ・ GC/MSによる農薬等の一斉試験法（畜水産物）
- ・ HPLCによる動物用医薬品等の一斉試験法Ⅰ（畜水産物）
- ・ HPLCによる動物用医薬品等の一斉試験法Ⅱ（畜水産物）

## 第3章 個別試験法

- ・ BHC、DDT、アルドリン、ジコホール、ディルドリン、テフルトリン、トリフルラリン、ハルフェンプロックス及びフェンプロパトリン試験法
- ・ 2,4-D試験法
- ・ DCIP試験法
- ・ EPN、エディフェンホス、エトプロホス、エトリムホス、カズサホス、キナルホス、クロルピリホス、クロルフェンビンホス、ジメチルビンホス、ジメトエート、ダイアジノン、チオメトン、テルブホス、トリアゾホス、トルクロホスメチル、パラチオン、パラチオンメチル、ピラクロホス、ピリミホスメチル、フェニトロチオン、フェンスルホチオン、フェンチオン、フェントエート、ブタミホス、プロチオホス、ホキシム、ホサロン、ホスチアゼート及びマラチオン試験法
- ・ EPTC試験法
- ・ MCPA及びジカンバ試験法
- ・ アクリナトリン、シハロトリン、シフルトリン、シペルメトリン、デルタメトリン、トラロメトリン、ピフェントリン、ピレトリン、フェンバレレート、フルシトリネート、フルバリネート及びペルメトリン試験法
- ・ アシベンゾラルSメチル試験法
- ・ アジムスルフロン、ハロスルフロンメチル及びフラザスルフロン試験法
- ・ アセキノシル試験法
- ・ アセタミプリド試験法
- ・ アセフェート及びメタミドホス試験法
- ・ アゾキシストロビン試験法
- ・ アミトラズ試験法
- ・ アラクロール、イソプロカルブ、クレソキシムメチル、ジエトフェンカルブ、テニルクロール、テブフェンピラド、パクロブトラゾール、ビテルタノール、ピリプロキシフェン、ピリミノバックメチル、フェナリモル、ブタクロール、フルトラニル、プレチラクロール、メトラクロール、メフェナセット、メプロニル及びレナシル試験法
- ・ アルジカルブ、エチオフェンカルブ、オキサミル、カルバリル、ピリミカーブ、フェノブカルブ及びベンダイオカルブ試験法
- ・ イソフェンホス試験法

- ・ イソメタミジウム試験法
- ・ イナベンフィド試験法
- ・ イプロジオン試験法
- ・ イベルメクチン、エプリノメクチン及びモキシデクチン試験法
- ・ イマザモックスアンモニウム塩試験法
- ・ イマザリル試験法
- ・ イマゾスルフロン及びベンスルフロンメチル試験法
- ・ イミノクタジン試験法
- ・ イミベンコナゾール試験法
- ・ インダノファン試験法
- ・ ウニコナゾールP試験法
- ・ エスプロカルブ、クロルプロファミン、チオベンカルブ、ピリブチカルブ及びペンデ  
イメタリン試験法
- ・ エチクロゼート試験法
- ・ エチプロール試験法
- ・ エトキサゾール試験法
- ・ エトキシキン試験法
- ・ エトフェンプロックス試験法
- ・ エトベンザニド試験法
- ・ エマメクチン安息香酸塩試験法
- ・ オキサジクロメホン及びフェノキサニル試験法
- ・ オキシテトラサイクリン、クロルテトラサイクリン及びテトラサイクリン試験法
- ・ オクスフェンダゾール、フェバンテル及びフェンベンダゾール試験法
- ・ カフェンストロール、ジフェノコナゾール、シプロコナゾール、シメトリン、チフ  
ルザミド、テトラコナゾール、テブコナゾール、トリアジメノール、フルジオキシ  
ニル、プロピコナゾール、ヘキサコナゾール及びペンコナゾール試験法
- ・ カルプロパミド試験法
- ・ カンタキサンチン試験法
- ・ キザロホップエチル試験法
- ・ キノメチオネート試験法
- ・ キャプタン、クロルベンジレート、クロロタロニル及びホルペット試験法
- ・ キンクロラック試験法
- ・ クミルロン試験法
- ・ グリホサート試験法
- ・ グルホシネート試験法
- ・ クレトジム試験法
- ・ クロサンテル試験法
- ・ クロチアニジン試験法
- ・ クロフェンテジン試験法
- ・ クロリムロンエチル及びトリベヌロンメチル試験法
- ・ クロルスルフロン及びメトスルフロンメチル試験法
- ・ クロルフェナピル及びビフェノックス試験法
- ・ クロルフルアズロン、ジフルベンズロン、テブフェノジド、テフルベンズロン、フ  
ルフェノクスロン、ヘキサフルムロン及びルフェヌロン試験法

- ・ クロルメコート試験法
- ・ ゲンタマイシン試験法
- ・ サラフロキサシン及びダノフロキサシン試験法
- ・ 酸化フェンブタズ試験法
- ・ シアゾファミド試験法
- ・ シアナジン試験法
- ・ ジアフェンチウロン試験法
- ・ ジクラズリル及びナイカルバジン試験法
- ・ シクロキシジム試験法
- ・ ジクロシメット試験法
- ・ シクロスルファミロン試験法
- ・ ジクロフルアニド試験法
- ・ ジクロメジン試験法
- ・ ジクロルボス及びトリクロルホン試験法
- ・ シハロホップブチル及びジメテナミド試験法
- ・ ジヒドロストレプトマイシン、ストレプトマイシン、スペクチノマイシン及びネオマイシン試験法
- ・ ジフェンゾコート試験法
- ・ ジフルフェニカン試験法
- ・ シプロジニル試験法
- ・ ジメチピン試験法
- ・ ジメトモルフ試験法
- ・ シモキサニル試験法
- ・ 臭素試験法
- ・ シラフルオフエン試験法
- ・ シロマジン試験法（農産物）
- ・ シロマジン試験法（畜産物）
- ・ シンメチリン試験法
- ・ スピノサド試験法
- ・ スピラマイシン試験法
- ・ スルファジミジン試験法
- ・ セトキシジム試験法
- ・ セフチオフル試験法
- ・ ゼラノール試験法
- ・ ダイムロン試験法
- ・ ターバシル試験法
- ・ チアベンダゾール及び5-プロピルスルホニル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン試験法
- ・ チルミコシン試験法
- ・ テクロフタラム試験法
- ・ デスメディファム試験法
- ・ テブラロキシジム試験法
- ・ テレフタル酸銅試験法
- ・ トリクラベンダゾール試験法

- ・ トリクラミド試験法
- ・ トリシクラゾール試験法
- ・ トリネキサパックエチル試験法
- ・ トリフルミゾール試験法
- ・ トルフェンピラド試験法
- ・ 鉛試験法
- ・ ニテンピラム試験法
- ・ ノバルロン試験法
- ・ バミドチオン試験法
- ・ ビオレスメトリン試験法
- ・ ピクロラム試験法
- ・ ビスピリバックナトリウム塩試験法
- ・ ヒ素試験法
- ・ ビフェナゼート試験法
- ・ ピメトロジン試験法
- ・ ピラゾキシフェン試験法
- ・ ピラフルフェンエチル試験法
- ・ ピリダベン試験法
- ・ ピリダリル試験法
- ・ ピリデート試験法
- ・ ピリフェノックス試験法
- ・ ピリミジフェン試験法
- ・ ピリメタニル試験法
- ・ ピルリマイシン試験法
- ・ ファモキサドン試験法
- ・ フィプロニル試験法
- ・ フェノキサプロップエチル試験法
- ・ フェンアミドン試験法
- ・ フェントラザミド試験法
- ・ フェンピロキシメート試験法
- ・ フェンヘキサミド試験法
- ・ ブチレート試験法
- ・ フラメトピル試験法
- ・ フルアジナム試験法
- ・ フルアジホップ試験法
- ・ フルオルイミド試験法
- ・ フルシラゾール試験法
- ・ フルスルファミド試験法
- ・ フルベンダゾール試験法
- ・ フルミオキサジン試験法
- ・ プロクロラズ試験法
- ・ プロシミドン試験法
- ・ プロパモカルブ試験法
- ・ プロヒドロジャスモン試験法

- ・ プロヘキサジオンカルシウム塩試験法
- ・ ヘキシチアゾクス試験法
- ・ ペンシクロン試験法
- ・ ベンジルペニシリン試験法
- ・ ペンタゾン試験法
- ・ ペントキサゾン試験法
- ・ ベンフレセート試験法
- ・ ボスカリド試験法（農産物）
- ・ ボスカリド試験法（畜産物）
- ・ ホセチル試験法
- ・ マレイン酸ヒドラジド試験法
- ・ ミクロブタニル試験法
- ・ メタベンズチアズロン試験法
- ・ メチオカルブ試験法
- ・ メトプレン試験法
- ・ メトリブジン試験法
- ・ メパニピリム試験法
- ・ モリネート試験法
- ・ レバミゾール試験法

(参考) 食品、添加物等の規格基準（昭和34年厚生省告示第370号）に規定する試験法

- ・ 2, 4, 5-T試験法
- ・ アゾシクロチン及びシヘキサチン試験法
- ・ アミトロール試験法
- ・ アルドリン、エンドリン及びディルドリン試験法
- ・ カプタホール試験法
- ・ カルバドックス試験法
- ・ クマホス試験法
- ・ クレンブテロール試験法
- ・ クロラムフェニコール試験法
- ・ クロルプロマジン試験法
- ・ ジエチルスチルベストロール試験法
- ・ ジメトリダゾール、メトロニダゾール及びロニダゾール試験法
- ・ ダミノジッド試験法
- ・ デキサメタゾン試験法
- ・ トリアゾホス及びパラチオン試験法
- ・  $\alpha$ -ートレンボロン及び $\beta$ -ートレンボロン試験法
- ・ 二臭化エチレン試験法
- ・ ニトロフラン類試験法
- ・ プロファム試験法



# 第 1 章 総則

## 1. 用語

- (1) 「分析対象化合物」とは、第2章に規定する試験法によって分析する化合物であって、食品、添加物等の規格基準（昭和34年厚生省告示第370号。以下「告示」という。）の第1食品の部 A 食品一般の成分規格の6の(1)の表の第1欄若しくは7の(1)の表の第1欄若しくは9の(1)の表の第1欄に掲げる農薬、飼料添加物又は動物用医薬品（以下「農薬等」という。）の成分である物質（その物質が化学的に変化して生成した物質を含む。）及びその類似物質（例えば、塩や光学異性体など）をいう。
- (2) 「分析値」とは、告示に定める食品に残留する農薬等の成分である物質の量の限度（以下「基準値」という。）と比較する値をいう。
- (3) 「種実類」とは、オイルシード、ナッツ類、カカオ豆及びコーヒー豆をいう。
- (4) 「定量限界」とは、試料に含まれる分析対象化合物の定量が可能な最低の量又は濃度をいい、クロマトグラフィーの場合には、概ね  $S$ （ピーク高さ）/  $N$ （ベースラインノイズ）= 10 となる分析対象化合物の量を農薬等の成分である物質の濃度として示してある。
- (5) 「類型」とは、当該試験法の由来をいい、以下のとおり分類している。
  - A：公定法（乳及び乳製品の成分規格等に関する省令（昭和26年厚生省令第52号）、告示及び通知に定めてきたもののうち、Cを除く。）
  - B：諸外国の政府機関等が定めている試験法（Aを除く。）
  - C：有識者からなる検討会によって作成された試験法
  - D：文献から引用した試験法（A～Cを除く。）

## 2. 試薬・試液

第2章及び第3章に規定する試験法によって試験を実施する場合の試薬・試液は、同章において個別に示すもののほか、告示の第2添加物の部 C 試薬・試液等の1. に掲げるもの又は別紙に掲げるものとする。

なお、「(特級)」と記載したものは、日本工業規格試薬の特級の規格に適合するものであることを示す。

## 3. 試料採取

第2章及び第3章に規定する試験法によって試験を実施する場合の試料採取は、別に規定する場合を除き、以下の方法に従って行う。

- (1) 穀類、豆類及び種実類の場合は、検体を  $420\ \mu\text{m}$  の標準網ふるいを通るように粉砕する。
- (2) 果実、野菜及びハーブの場合は、検体約  $1\ \text{kg}$  を精密に量り、必要に応じて適量の水を量って加え、細切均一化する。
- (3) 茶及びホップの場合は、検体を  $420\ \mu\text{m}$  の標準網ふるいを通るように粉砕し、

抹茶以外の茶の場合は、均一化する。

(4) スパイスの場合は、その形状に応じて、種実類又は果実の場合に準ずる。

(5) 筋肉の場合は、可能な限り脂肪層を除き、細切均一化する。

(6) 脂肪の場合は、可能な限り筋肉層を除き、細切均一化する。

(7) 肝臓、腎臓及びその他の食用部分の場合は、細切均一化する。

(8) 乳及びはちみつの場合は、よく混合して均一化する。

(9) 魚類の場合は、可食部を細切均一化する。

(10) 貝類の場合は、殻を除去し、細切均一化する。

(11) 甲殻類の場合は、小型のものは全部位を、大型のものは外側の殻を除去し、細切均一化する。

(12) 卵の場合は、殻を除去し、卵白と卵黄を合わせてよく混合し均一化する（卵白中又は卵黄中に残留基準が設けられている場合を除く）。

#### 4. 分析上の留意事項

(1) 第2章及び第3章に規定する試験法以外の方法によって試験を実施しようとする場合には、同章に規定する試験法と比較して、真度、精度及び定量限界において、同等又はそれ以上の性能を有するとともに、特異性を有すると認められる方法によって実施するものとする。

(2) 分析値を求める際には、基準値より1けた多く求め、その多く求めた1けたについて四捨五入するものとする。

(別紙)

**アクリルアミド共重合体結合グリセリルプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (360mg)**  
内径 8～9 mm のポリエチレン製のカラム管に、アクリルアミド共重合体結合グリセリルプロピルシリル化シリカゲル 360 mg を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。

**アセトニトリル** アセトニトリル 300 mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、アセトニトリルを除去する。この残留物を *n*-ヘキサン 5 mL に溶かし、その 5  $\mu$ L を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の *n*-ヘキサン以外のピークの高さは、 $2 \times 10^{-11}$  g の  $\gamma$ -BHC が示すピークの高さ以下でなければならない。

**アセトン** アセトン 300 mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、アセトンを除去する。この残留物を *n*-ヘキサン 5 mL に溶かし、その 5  $\mu$ L を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の *n*-ヘキサン以外のピークの高さは、 $2 \times 10^{-11}$  g の  $\gamma$ -BHC が示すピークの高さ以下でなければならない。

**アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (360mg)** 内径 8～9 mm のポリエチレン製のカラム管に、アミノプロピルシリル化シリカゲル 360 mg を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。

**アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (500mg)** 内径 8～9 mm のポリエチレン製のカラム管に、アミノプロピルシリル化シリカゲル 500 mg を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。

**アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000mg)** 内径 12～13 mm のポリエチレン製のカラム管に、アミノプロピルシリル化シリカゲル 1,000 mg を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。

**亜硫酸ナトリウム** 亜硫酸ナトリウム (特級)

**亜硫酸カリウム** 亜硫酸カリウム (特級)

**アルゴン** 純度 99.998v/v%以上のものを用いる。

**イソプロピルエーテル** イソプロピルエーテル (特級)

**エタノール** エタノール 300 mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、エタノールを除去する。この残留物を *n*-ヘキサン 5 mL に溶かし、その 5  $\mu$ L を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の *n*-ヘキサン以外のピークの高さは、 $2 \times 10^{-11}$  g の  $\gamma$ -BHC が示すピークの高さ以下でなければならない。

**エチルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000mg)** 内径 12～13 mm のポリエチレン製のカラム管に、エチルシリル化シリカゲル 1,000 mg を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。

**3 mol/L エチルマグネシウムブロミド・エーテル溶液** 3 mol/L エチルマグネシウムブロミド・エーテル溶液

**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 (500mg)** 内径 8～9 mm のポリエチレン製のカラム管に、エチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲル 500 mg を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。

**エーテル** エチルエーテル 300 mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、エチルエーテルを除去する。この残留物を *n*-ヘキサン 5 mL に溶かし、その 5  $\mu$ L を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の *n*-ヘキサン以外のピークの高さは、 $2 \times 10^{-11}$  g の  $\gamma$ -BHC が示すピークの高さ以下でなければならない。

**塩化第一鉄** 塩化第一鉄 (特級)

**塩化ナトリウム** 塩化ナトリウム (特級)。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含む場合には、*n*-ヘキサン等の溶媒で洗浄したものを用いる。

**塩基性アルミナミニカラム(1,710mg)** 内径8～9 mmのポリエチレン製のカラム管に、塩基性アルミナ1,710 mgを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。

**塩酸グアニジン** 塩酸グアニジン (特級)

**塩酸ピリジン** 塩酸ピリジン (特級)。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含む場合には、*n*-ヘキサン等の溶媒で洗浄したものを用いる。

**オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム(360mg)** 内径8～9 mmのポリエチレン製のカラム管に、オクタデシルシリル化シリカゲル360 mgを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。

**オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム(500mg)** 内径8～9 mmのポリエチレン製のカラム管に、オクタデシルシリル化シリカゲル500 mgを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。

**オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム(850mg)** 内径8～9 mmのポリエチレン製のカラム管に、オクタデシルシリル化シリカゲル850 mgを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。

**オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム(1,000mg)** 内径12～13 mmのポリエチレン製のカラム管に、オクタデシルシリル化シリカゲル1,000 mgを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。

**オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム(遮光、1,000mg)** 光の透過を防ぐ包装を施した内径12～13 mmのポリエチレン製のシリンドリ型カラム管に、オクタデシルシリル化シリカゲル1,000 mgを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。

**オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム(5,000mg)** 内径19 mmのポリエチレン製のシリンドリ型カラム管に、オクタデシルシリル化シリカゲル5,000 mgを充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

**オルトギ酸トリメチル** オルトギ酸トリメチル (1級)

**オルト酢酸トリメチル** 純度98%以上の試薬を用いる。

**過塩素酸ナトリウム** 過塩素酸ナトリウム (特級)

**過酸化ナトリウム** 過酸化ナトリウム (特級)

**活性炭** 活性炭 (クロマトグラフ用)

**活性炭ミニカラム(500mg)** 内径12～13 mmのポリエチレン製のカラム管に、グラファイトカーボン500 mgを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。

**ガラス繊維ろ紙** 化学分析用ガラス繊維ろ紙

**カラムクロマトグラフィー用アルミナ(塩基性)** カラムクロマトグラフィー用に製造したアルミナ(塩基性、粒径50～200 μm)を用いる。

**カラムクロマトグラフィー用アルミナ(中性)** カラムクロマトグラフィー用に製造した活性アルミナ(中性、粒径63～200 μm)を用いる。

**カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム** カラムクロマトグラフィー用に製造した合成ケイ酸マグネシウム(粒径150～250 μm)を130℃で12時間以上加熱した後、デシケーター中で放冷する。

**カラムクロマトグラフィー用シリカゲル(粒径63～200 μm)** カラムクロマトグラフィー用に製造したシリカゲル(粒径63～200 μm)を130℃で12時間以上加熱した後、デシケーター中で放冷する。

**カラムクロマトグラフィー用シリカゲル(粒径150～425 μm)** カラムクロマトグラフィー用に製造したシリカゲル(粒径150～425 μm)を130℃で12時間以上加熱した後、デシケーター中で放冷する。

**カラム担体** ガスクロマトグラフィー用に製造したケイソウ土(粒径150～177 μm)を酸処理及びシラン処理したものを用いる。

**カルボキシメチルシリル化シリカゲルミニカラム(1,000mg)** 内径10～12 mmのポリエチレン製のカラム管に、カルボキシメチルシリル化シリカゲル1,000 mgを充てんしたもの

又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

**クエン酸アンモニウム** クエン酸アンモニウム (第二) (特級)

**クエン酸三カリウム** クエン酸三カリウム (特級)

**グラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム (500mg/500mg)**

内径 12~13 mm のポリエチレン製のカラムに、グラファイトカーボン及びアミノプロピルシリル化シリカゲル各 500 mg を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。

**グリセリルプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (360mg)** 内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、グリセリルプロピルシリル化シリカゲル 360 mg を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。

**$\beta$ -グルコシダーゼ** 1 mg 当たり 37°C, pH5.0 で 1 分間にサリシンからグルコースを 4~12  $\mu$  mol 遊離させる力価のものを用いる。

**m-クロロ過安息香酸** 純度 70%以上の試薬を用いる。

**クロロホルム** クロロホルム 300 mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、クロロホルムを除去する。この残留物を *n*-ヘキサン 5 mL に溶かし、その 5  $\mu$  L を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の *n*-ヘキサン以外のピークの高さは、 $2 \times 10^{-11}$  g の  $\gamma$ -BHC が示すピークの高さ以下でなければならない。

**ケイソウ土** 化学分析用ケイソウ土を用いる。

**高純度窒素** 純度 99.999v/v%以上のものを用いる。

**合成ケイ酸マグネシウムミニカラム (900mg)** 内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、合成ケイ酸マグネシウム 900 mg を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。

**合成ゼオライト** 細孔径 0.3 nm の合成ゼオライトを用いる。

**酢酸アンモニウム** 純度 97%以上の試薬を用いる。

**酢酸エチル** 酢酸エチル 300 mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、酢酸エチルを除去する。この残留物を *n*-ヘキサン 5 mL に溶かし、その 5  $\mu$  L を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の *n*-ヘキサン以外のピークの高さは、 $2 \times 10^{-11}$  g の  $\gamma$ -BHC が示すピークの高さ以下でなければならない。

**三フッ化ホウ素エーテル錯体** 純度 99%以上の試薬を用いる。

**ジエチレングリコール** 純度 98%以上の試薬を用いる。

**ジエチレングリコールモノエチルエーテル** 純度 99%以上の試薬を用いる。

**シクロヘキシルシリル化シリカゲルミニカラム (遮光, 1,000mg)** 光の透過を防ぐ包装を施した内径 12~13 mm のポリエチレン製のカラム管に、シクロヘキシルシリル化シリカゲル 1,000 mg を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。

**シクロヘキシルシリル化シリカゲルミニカラム (2,000mg)** 内径 15~16 mm のポリエチレン製のカラム管に、シクロヘキシルシリル化シリカゲル 2,000 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

**シクロヘキシルシリル化シリカゲルミニカラム (遮光, 2,000mg)** 光の透過を防ぐ包装を施した内径 15~16 mm のポリエチレン製のカラム管に、シクロヘキシルシリル化シリカゲル 2,000 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

**ジクロロメタン** ジクロロメタン 300 mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、ジクロロメタンを除去する。この残留物を *n*-ヘキサン 5 mL に溶かし、その 5  $\mu$  L を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の *n*-ヘキサン以外のピークの高さは、 $2 \times 10^{-11}$  g の  $\gamma$ -BHC が示すピークの高さ以下でなければならない。

**ジクロロメタン (特級)** ジクロロメタン (特級)

**ジクロロジメチルシラン** 純度 98%以上の試薬を用いる。

ジブチルヒドロキシトルエン ジブチルヒドロキシトルエン (特級)

*p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド (特級)

消泡用シリコン シリコンを消泡用に製造したものをを用いる。

シリカゲルミニカラム(500mg) 内径8～9 mmのポリエチレン製のカラム管に、カラムクロマトグラフィー用に製造したシリカゲル 500 mg を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を用いる。

シリカゲルミニカラム(690mg) 内径8～9 mmのポリエチレン製のカラム管に、カラムクロマトグラフィー用に製造したシリカゲル 690 mg を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を用いる。

シリカゲルミニカラム(遮光、690mg) 光の透過を防ぐ包装を施した内径8～9 mmのポリエチレン製のカラム管に、カラムクロマトグラフィー用に製造したシリカゲル 690 mg を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を用いる。

シリカゲルミニカラム(1,000mg) 内径8～9 mmのポリエチレン製のカラム管に、カラムクロマトグラフィー用に製造したシリカゲル 1,000 mg を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を用いる。

水酸化ホウ素ナトリウム 純度98%以上の試薬を用いる。

スチレンジビニルベンゼン共重合体カラム 内径20 mm、長さ300 mmのステンレス製のカラム管に、ゲル浸透クロマトグラフィー用に製造したスチレンジビニルベンゼン共重合体を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を用いる。

スチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラム(265mg) 内径8～9 mmのポリエチレン製のカラム管に、スチレンジビニルベンゼン共重合体 265 mg を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を用いる。

スルファミン酸 スルファミン酸 (特級)

セルラーゼ 1 mg 当たり 37°C, pH5.0 で1分間にセルロースからグルコースを 29 μmol 遊離させる力価のものをを用いる。

多孔性ケイソウ土カラム(20mL 保持用) 内径20～30 mmのポリエチレン製のカラム管に、20 mLを保持することができる量のカラムクロマトグラフィー用に製造した顆粒状多孔性ケイソウ土を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を用いる。

中性アルミナミニカラム(1,710mg) 内径9～10 mmのポリエチレン製のカラム管に、中性アルミナ 1,710 mg を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を用いる。

テトラヒドロフラン テトラヒドロフラン (特級)

ドデシル硫酸ナトリウム 純度85%以上の試薬を用いる。

トリエチルアミン トリエチルアミン (特級)

トリナトリウムペンタンシアノアミンフェロエート トリナトリウムペンタンシアノアミンフェロエート (特級)

2,2,2-トリフルオロエタノール 2,2,2-トリフルオロエタノール (特級)

トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム(500mg) 内径8～9 mmのポリエチレン製のカラム管に、トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル 500 mg を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を用いる。

トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム(1,000mg) 内径6～9 mmのポリエチレン製のカラム管に、トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル 1,000 mg を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を用いる。

トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル及びベンゼンスルホン酸シリル化シリカゲル混合ミニカラム(200mg) 内径8～9 mmのポリエチレン製のカラム管に、トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル及びベンゼンスルホン酸シリル化シリカゲルの混合物 200 mg を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を用いる。

ナトリウムベンゼンチオラート 純度98%以上の試薬を用いる。

*o*-ニトロベンズアルデヒド *o*-ニトロベンズアルデヒド (特級)

乳酸 乳酸 (特級)

**フェノールフタレイン試液** フェノールフタレイン 1 g をエタノール 100 mL に溶かす。

**o-フタルアルデヒド** 純度 99%以上の試薬を用いる。

**フッ化カリウム** フッ化カリウム (特級)

**プロピルスルホニルシリル化シリカゲルミニカラム(1,000mg)** 内径 12~13 mm のポリエチレン製のカラム管に、プロピルスルホニルシリル化シリカゲル 1,000 mg を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。

**フルオレスカミン** 純度 98%以上の試薬を用いる。

**9-フルオレニルメチルクロロホルマート** 9-フルオレニルメチルクロロホルマート (特級)

**n-ヘキサン** n-ヘキサン 300 mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて 5 mL に濃縮し、この 5  $\mu$ L を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の n-ヘキサン以外のピークの高さは、 $2 \times 10^{-11}$  g の  $\gamma$ -BHC が示すピークの高さ以下でなければならない。

**ペルオキシ二硫酸カリウム** ペルオキシ二硫酸カリウム (1 級)

**ベンゼンスルホニルプロピルシリル化シリカゲルミニカラム(500mg)** 内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、ベンゼンスルホニルプロピルシリル化シリカゲル 500 mg を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。

**3-ペンタノン** 3-ペンタノン (特級)

**n-ペンタン** 純度 99%以上の試薬を用いる。

**水** 蒸留水を用いる。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含む場合には、n-ヘキサン等の溶媒で洗浄したものを用いる。

**無水クロロ酢酸** 純度 99%以上の試薬を用いる。

**無水フルオロ酢酸** 純度 99%以上の試薬を用いる。

**無水硫酸ナトリウム** 無水硫酸ナトリウム (特級)。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含む場合には、n-ヘキサン等の溶媒で洗浄したものを用いる。

**メタノール** メタノール 300 mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、メタノールを除去する。この残留物を n-ヘキサン 5 mL に溶かし、その 5  $\mu$ L を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の n-ヘキサン以外のピークの高さは、 $2 \times 10^{-11}$  g の  $\gamma$ -BHC が示すピークの高さ以下でなければならない。

**メチルイソブチルケトン** メチルイソブチルケトン (特級)

**1-メチルイミダゾール** 純度 99%以上の試薬を用いる。

**メチルオレンジ試液** メチルオレンジ 0.1 g を水 100 mL に溶かす。

**N-メチル-N-ニトロソ-p-トルエンスルホンアミド** 純度 98%以上の試薬を用いる。

**N-メチルビストリフルオロアセトアミド** 純度 95%以上の試薬を用いる。

**2-メルカプトエタノール** 純度 99%以上の試薬を用いる。

**3-メルカプトプロピオン酸** 純度 98%以上の試薬を用いる。

**モノエタノールアミン** モノエタノールアミン (特級)

**モレキュラーシーブス** 天然のアルカリ金属ケイ酸ナトリウム又はアルカリ度類金属ケイ酸ナトリウム

**ヨウ化カリウム・デンプン紙** ヨウ化カリウム・デンプン紙

**ヨードトリメチルシラン** 純度 95%以上の試薬を用いる。

**四ホウ酸ナトリウム** 四ホウ酸ナトリウム (特級)

**ラウリル硫酸ナトリウム** ラウリル硫酸ナトリウム (特級)

**リン酸水素一カリウム** リン酸水素一カリウム (特級)

**リン酸水素二カリウム** リン酸水素二カリウム (特級)

**リン酸テトラ-n-ブチルアンモニウム** リン酸テトラ-n-ブチルアンモニウム (特級)



## ゼラノール試験法

## 1. 分析対象化合物

ゼラノール

## 2. 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ (HPLC-UV)

## 3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の2に示すものを用いる。

弱塩基性陰イオン交換樹脂ミニカラム (500mg) 内径8~9 mmのポリエチレン製のカラム管に、カラムクロマトグラフィー用に製造したジエチルアミノプロピル化弱塩基性陰イオン交換樹脂 500 mg を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。

カラムクロマトグラフィー用ヒドロキシプロピル化デキストラン カラムクロマトグラフィー用に製造したヒドロキシプロピル基を化学結合したデキストラン (粒径 25~100  $\mu\text{m}$ ) を用いる。

## 4. 標準品

ゼラノール 本品はゼラノール 99%以上を含む。

融点 本品の融点は 178~180°Cである。

## 5. 試験溶液調製法

## 1) 抽出

試料 5.00 g を量り採り、これにアセトニトリル及びメタノール (4 : 1) 混液 20 mL を加え、ホモジナイズした後、毎分 2,600 回転で 5 分間遠心分離し、有機層を採る。残留物にアセトニトリル及びメタノール (4 : 1) 混液 20 mL を加え、上記と同様の条件で遠心分離を行い、有機層を合わせる。これに水飽和 *n*-ヘキサン 20 mL を加え、5 分間激しく振り混ぜた後、静置し、有機層を採る。これに 5% 硫酸ナトリウム溶液 40 mL 及びジクロロメタン (特級) 40 mL を加え、5 分間激しく振り混ぜた後、静置し、ジクロロメタン層を採る。水層にジクロロメタン (特級) 15 mL を加え、上記と同様に操作して、ジクロロメタン層を合わせ、40°C 以下でジクロロメタンを除去する。この残留物を *n*-ヘキサン及びベンゼン (3 : 1) 混液 1 mL に溶かす。

## 2) 精製

## ① 弱塩基性陰イオン交換樹脂カラムクロマトグラフィー

弱塩基性陰イオン交換樹脂ミニカラム (500 mg) に、*n*-ヘキサン及びベンゼン (3 : 1) 混液 6 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、*n*-ヘキサン及びベンゼン (3 : 1) 2 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムにジクロロメタン (特級) 及びメタノール (9 : 1) 混液 3 mL を注入し、溶出液を 40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にベンゼン及びメタノール (17 : 3) 混液 0.5 mL を加えて溶かす。

## ② ヒドロキシプロピル化デキストランカラムクロマトグラフィー

内径 6 mm のガラス製カラム管に、カラムクロマトグラフィー用ヒドロキシプロピル化デキストランをベンゼン及びメタノール (17 : 3) 混液に懸濁し、12 時間放置したものをカラムクロマ

トグラフィー用ヒドロキシプロピル化デキストラン層の長さが 120 mm になるように充てんする。カラムの上端に少量のベンゼン及びメタノール（17：3）混液が残る程度までベンゼン及びメタノール（17：3）混液を流出させる。このカラムに①で得られた溶液を注入した後、ベンゼン及びメタノール（17：3）混 10 mL を注入する。最初の流出液 2.0 mL を捨て、残りの溶出液を採り、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル及び水（1：1）混液 0.5 mL を加えて溶かし、これを試験溶液とする。

## 6. 検量線の作成

ゼラノール標準品の0.01～1 mg/Lアセトニトリル及び水（1：1）混液溶液を数点調製し、それぞれ20 μLをHPLC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。

## 7. 定量

試験溶液 20 μL を HPLC に注入し、6 の検量線でゼラノールの含量を求める。

## 8. 確認試験

LC/MS又はLC/MS/MSにより確認する。

## 9. 測定条件

カラム： オクタデシルシリル化シリカゲル 内径 4.0～6.0 mm、長さ 150 mm、粒径 5 μm

カラム温度： 40℃

移動相：アセトニトリル及び水（5：6）混液 ゼラノールが約 10 分で流出する流速に調整する。

検出条件：吸光波長 230 nm

## 10. 定量限界

筋肉 0.002 ppm

肝臓 0.01 ppm

## 11. 留意事項

### 1) 試験法の概要

ゼラノールを試料からアセトニトリル及びメタノールの混液で抽出し、ヘキサン分配後、ジクロロメタンに転溶する。陰イオン交換樹脂カラムクロマトグラフィー、デキストランカラムクロマトグラフィーで精製した後、HPLC-UV で測定する方法である。

### 2) 注意点

- ① カラムクロマトグラフィー用弱塩基性陰イオン交換樹脂は、ロットにより活性度が異なるので、事前に回収率のチェックを行うこと。
- ② 検体が肝臓の場合は、試験溶液をアセトニトリル及び水（1：1）混液で5倍に希釈した溶液で実施すること。
- ③ 高速液体クロマトグラフィーにおいて、夾雑物のピークによりゼラノールの測定が困難な場合には、「〇ガスクロマトグラフィー質量分析計を用いるゼラノールの試験法」による試験を実施しても差し支えないこと。

## 12. 参考文献

なし

13. 類型  
A

## ○ガスクロマトグラフ質量分析計を用いるゼラノールの試験法

### 1. 装置

ガスクロマトグラフ・質量分析計 (GC/MS)

### 2. 試験溶液調製法

ゼラノール試験法にしたがって調製した試験溶液 100  $\mu$ L を正確に量り採り、それぞれ内部標準物質としてジエチル-1, 1, 1', 1' - d<sub>4</sub>-スチルベストロール-3, 3', 5, 5' - d<sub>4</sub> (以下DES-d<sub>8</sub>という。) 0.01  $\mu$ g/mL の酢酸エチル溶液 100  $\mu$ L を加え、窒素ガス気流下、40°C で濃縮乾固する。この残留物に酢酸エチル 25  $\mu$ L を加えて溶かし、これを試験溶液とする。

### 3. 検量線の作成

0.1  $\mu$ g/mL のゼラノール標準品溶液 20、50 及び 100  $\mu$ L を小試験管中に正確に量り採り、DES-d<sub>8</sub> 0.01  $\mu$ g/mL の酢酸エチル溶液 100  $\mu$ L を加え、窒素ガス気流下、40°C で濃縮乾固する。この残留物に酢酸エチル 25  $\mu$ L を加えて溶かし、これを標準品溶液とする。

シリル化剤 (N, O-ビス(トリメチルシリル)トリフルオロアセトアミド及びN-トリメチルシリルアミド(98:2)混液) 2  $\mu$ L、空気 1  $\mu$ L 及び標準品溶液 2  $\mu$ L の順に同一のマイクロシリンジに採り、これを GC/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。

### 4. 定量

シリル化剤 (N, O-ビス(トリメチルシリル)トリフルオロアセトアミド及びN-トリメチルシリルアミド(98:2)混液) 2  $\mu$ L、空気 1  $\mu$ L 及び試験溶液 2  $\mu$ L の順に同一のマイクロシリンジに採り、これを GC/MS に注入し、3 の検量線でゼラノールの含量を求める。

### 5. 測定条件

カラム: 5%フェニルメチルシリコン 内径 0.2 mm、長さ 25m、膜厚 0.11  $\mu$ m

カラム温度: 130°C (1分) - 30°C/分 - 250°C (0分) - 6°C/分 - 295°C (2.5分)

注入口温度: 260°C

注入方式: スプリットレス

キャリアーガス: ヘリウム

キャリアーガス圧力: 34 kPa

イオン源温度: 180°C

イオン化モード (電圧): EI (70 eV)

主なイオン ( $m/z$ ): 433 及び 307 (ゼラノール)、420 (内部標準物質)

### 6. 定量限界

筋肉 0.002 ppm

肝臓 0.01 ppm

## 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

別表参照

### 2. 装置

ガスクロマトグラフ・質量分析計（GC/MS）

### 3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の2に示すものを用いる。

0.5 mol/Lリン酸緩衝液（pH7.0） リン酸水素二カリウム（ $K_2HPO_4$ ）52.7 g 及びリン酸二水素カリウム（ $KH_2PO_4$ ）30.2 g を量り採り、水約500 mLに溶解し、1 mol/L水酸化ナトリウム又は1 mol/L塩酸を用いてpHを7.0に調整した後、水を加えて1 Lとする。

各農薬等標準品 各農薬等の純度が明らかなもの。

### 4. 試験溶液調製法

#### 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、15 分間放置する。

これにアセトニトリル 50 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ニトリル 20 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする。

抽出液 20 mL を採り、塩化ナトリウム 10 g 及び 0.5 mol/L リン酸緩衝液（pH7.0）20 mL を加え、10 分間振とうする。静置した後、分離した水層を捨てる。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（1,000 mg）にアセトニトリル 10 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに上記のアセトニトリル層を注入し、さらに、アセトニトリル 2 mL を注入して、全溶出液を採り、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、ろ液を 40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。残留物にアセトニトリル及びトルエン（3：1）混液 2 mL を加えて溶かす。

##### ② 果実、野菜、ハーブ、茶及びホップの場合

果実、野菜及びハーブの場合は、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、15 分間放置する。

これにアセトニトリル 50 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ニトリル 20 mL 加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする。

抽出液 20 mL を採り、塩化ナトリウム 10 g 及び 0.5 mol/L リン酸緩衝液（pH7.0）20 mL を加え、振とうする。静置した後、分離した水層を捨てる。アセトニトリル層に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、ろ液を 40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。残留物にアセトニトリル及びトルエン（3：1）混液 2 mL を加えて溶かす。

## 2) 精製

グラファイトカーボン/アミノ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、アセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 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、アセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液 20 mL を注入し、全溶出液を 40°C以下で 1 mL 以下に濃縮する。これにアセトン 10 mL を加えて 40°C以下で 1 mL 以下に濃縮し、再度アセトン 5 mL を加えて濃縮し、溶媒を除去する。残留物をアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液に溶かして、正確に 1 mL としたものを試験溶液とする。

## 5. 検量線の作成

各農薬等の標準品について、それぞれのアセトン溶液を調製し、それらを混合した後、適切な濃度範囲の各農薬等を含むアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液溶液を数点調製する。それぞれ 2  $\mu$ L を GC/MS に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

## 6. 定量

試験溶液 2  $\mu$ L を GC/MS に注入し、5 の検量線で各農薬等の含量を求める。

## 7. 確認試験

GC/MS により確認する。

## 8. 測定条件

### GC/MS

カラム : 5%フェニルメチルシリコン 内径 0.25 mm、長さ 30m、膜厚 0.25  $\mu$ m

カラム温度 : 50°C (1分) - 25°C/分 - 125°C (0分) - 10°C/分 - 300°C (10分)

注入口温度 : 250°C

キャリアーガス : ヘリウム

イオン化モード (電圧) : EI (70 eV)

主なイオン (*m/z*) : 別表参照

保持時間の目安 : 別表参照

## 9. 定量限界

別表参照

ただし、別表は測定限界 (ng) の例を示したものである。

## 10. 留意事項

### 1) 試験法の概要

各農薬等を試料からアセトニトリルで抽出し、塩析で水を除いた後、果実、野菜等についてはそのまま、穀類、豆類及び種実類についてはオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムで精製後、いずれもグラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムで精製し、GC/MS で測定及び確認する方法である。

## 2) 注意点

- ① 別表は本法を適用できる化合物を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、化合物名欄に個別に示した。また、分析中に生成する分解物を測定している場合は、「分解物」と表記した。
- ② 本試験法は別表に示した全ての化合物の同時分析を保証したものではない。化合物同士の相互作用による分解等及び測定への干渉等のおそれがあるため、分析対象とする化合物の組み合わせにおいてあらかじめこれらの点を検証する必要がある。
- ③ 装置にはガスクロマトグラフ・タンデム型質量分析計 (GC/MS/MS) の使用も可能である。
- ④ リン酸緩衝液の調製には、ナトリウム塩を使用してもよい。
- ⑤ アセトニトリル抽出液に添加する塩化ナトリウム (10 g) が多すぎる場合は、減らしてもよいが、十分に飽和する量を加える。
- ⑥ 濃縮し、溶媒を完全に除去する操作は、窒素気流を用いて穏やかに行う。
- ⑦ 正確な測定値を得るためには、マトリックス添加標準溶液又は標準添加法を用いることが必要な場合がある。
- ⑧ 定量限界は、使用する装置、試験溶液の濃縮倍率及び試験溶液注入量により異なるので、必要に応じて最適条件を検討する。
- ⑨ 抹茶以外の茶について、次に掲げる農薬を試験する場合は、別途定める個別試験法により分析すること。

BHC、DDT、アクリナトリン、アセタミプリド、イソキサチオン、イミベンコナゾール、エトフェンプロックス、エンドリン、クロルピリホス、クロルフェナピル、ジコホール、シハロトリン、ジフェノコナゾール、シフルトリン、シペルメトリン、ジメトエート、ダイアジノン、ディルドリン、テトラコナゾール、テブフェンピラド、デルタメトリン及びトラロメトリン、トリフルラリン、パラチオン、パラチオンメチル、ハルフェンプロックス、ビフェントリン、ピラクロホス、ピリダベン、ピリフェノックス、ピリミホスメチル、ピレトリン、フェニトロチオン、フェントエート、フェンバレレート、フェンプロパトリン、フルシトリネート、フルバリネート、プロチオホス、プロピコナゾール、ペルメトリン、ホサロン、マイクロブタニル

- ⑩ 抹茶以外の茶について、次の表の第1欄に掲げる農薬を試験する場合は、同表第2欄に掲げる個別試験法により分析すること。

第1欄	第2欄
XMC	アルジカルブ等試験法
テトラジホン	BHC等試験法
プロフェノホス	E P N等試験法
メチダチオン	E P N等試験法

## 11. 参考文献

- 1) Fillion, J.ら, JAOAC Int, 83, 698~713 (2000)

## 12. 類型

C



(別表)GC/MSIによる農薬等の一斉試験法(農産物)

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	$\alpha$ -BHC	1714	<b>219</b>	<b>183</b>	181		0.010
	$\beta$ -BHC	1761	<b>219</b>	183	181		0.011
	$\gamma$ -BHC(リンデン)	1779	<b>219</b>	183	181		0.011
	$\delta$ -BHC	1833	<b>219</b>	183	181		0.015
DDT	op'-DDT	2295	237	<b>235</b>	212	165	0.010
	pp'-DDD	2289	237	<b>235</b>	178	165	0.007
	pp'-DDE	2196	318	<b>246</b>			0.004
	pp'-DDT	2373	237	<b>235</b>	212	165	0.011
EPN	EPN	2484	185	169	<b>157</b>		0.032
TCMTB	TCMTB	2162	<b>180</b>				0.004
XMC	XMC	1563	<b>122</b>				0.001
アクリナトリン	アクリナトリン	2613	289	208	<b>181</b>		0.006
アザコナゾール	アザコナゾール	2216	<b>217</b>	173			0.003
アジンホスメチル	アジンホスメチル	2572	<b>160</b>	132			0.132
アセタミプリド	アセタミプリド	2452	166	<b>152</b>			0.021
アセトクロール	アセトクロール	1882	233	223	<b>146</b>		0.007
アトラジン	アトラジン	1755	215	<b>200</b>			0.002
アニロホス	アニロホス	2512	<b>226</b>	125			0.023
アメトリン	アメトリン	1916	<b>227</b>	212			0.002
アラクロール	アラクロール	1898	188	<b>160</b>			0.002
アルドリン及びディルドリン	アルドリン	1998	293	265	<b>263</b>	<b>261</b>	0.013
イサゾホス	イサゾホス	1815	285	<b>257</b>	172	<b>161</b>	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	<b>222</b>	<b>204</b>		0.024
	イソキサチオン	イソキサチオン	2234	<b>313</b>	285	177	<b>105</b>
イソフェンホス	イソフェンホス	2064	255	<b>213</b>	121		0.001
	イソフェンホスオキソン	1998	<b>229</b>	201			0.002
イソプロカルブ	イソプロカルブ	1538	<b>263</b>	136	125	<b>121</b>	0.001
イソプロチオラン	イソプロチオラン	2177	<b>204</b>	290	231	<b>118</b>	0.008
イプロベンホス	イプロベンホス	1845	246	<b>204</b>	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	<b>187</b>		0.012
	イマザメタベンズメチルエステル(異性体2)	2164	256	214	<b>187</b>		0.012
イミベンコナゾール	イミベンコナゾール	3187	253	250	<b>125</b>		0.005
	イミベンコナゾール脱ベンジル体	2210	270	<b>235</b>			0.023
ウニコナゾールP	ウニコナゾールP	2193	<b>234</b>	165	131		0.004
エスプロカルブ	エスプロカルブ	1965	<b>222</b>	162			0.001
エタルフルラリン	エタルフルラリン	1648	316	<b>276</b>			0.003
エチオン	エチオン	2281	<b>231</b>	153			0.004
エディフェンホス	エディフェンホス	2356	<b>310</b>	173			0.019
エトキサゾール	エトキサゾール	2489	330	<b>300</b>	204	<b>141</b>	0.000
エトフェンブロックス	エトフェンブロックス	2870	376	183	<b>163</b>		0.000
エトフメセート	エトフメセート	1953	286	<b>207</b>	<b>161</b>		0.020
エトプロホス	エトプロホス	1641	200	<b>158</b>	139		0.011
エトリムホス	エトリムホス	1824	<b>292</b>	277	181		0.008
エンドスルフアン	$\alpha$ -エンドスルフアン	2152	<b>241</b>	<b>195</b>			0.018
	$\beta$ -エンドスルフアン	2281	<b>241</b>	237	<b>195</b>		0.034
エンドリン	エンドリン	2262	<b>345</b>	317	281	<b>263</b>	0.042
オキサジアゾン	オキサジアゾン	2189	302	<b>258</b>	<b>175</b>		0.002
オキサジキシル	オキサジキシル	2280	<b>163</b>	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	<b>302</b>	<b>252</b>	0.043
オメトエート	オメトエート	1596	<b>156</b>	141	110		0.086
オリザリン	オリザリン	2667	<b>317</b>	<b>275</b>			0.055
カズサホス	カズサホス	1692	270	<b>213</b>	<b>159</b>	158	0.015
カフェンストール	カフェンストール	2767	188	119	<b>100</b>		0.001
カルフェントラゾリエチル	カルフェントラゾリエチル	2327	340	330	<b>312</b>		0.002
カルボキシシ	カルボキシシ	2211	235	225	<b>143</b>		0.001
カルボフラン	カルボフラン	1743	<b>164</b>	149			0.016
	カルボフラン(分解物)	1304	<b>164</b>	149			0.005
キナルホス	キナルホス	2086	157	156	<b>146</b>	<b>118</b>	0.019
キノキシフェン	キノキシフェン	2347	<b>237</b>				0.001
キノクラミン	キノクラミン	1968	<b>207</b>	<b>172</b>			0.024
キントゼン	キントゼン	1759	<b>295</b>	<b>237</b>			0.005
クレソキシムメチル	クレソキシムメチル	2201	206	<b>116</b>			0.002
クロマゾン	クロマゾン	1761	<b>204</b>	125			0.001
クロルタルジメチル	クロルタルジメチル	1988	332	<b>301</b>			0.000

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)
クロルデン	cis-クロルデン	2148	<b>373</b>	272	375		0.000
	trans-クロルデン	2121	<b>373</b>	272	375		0.000
クロルピリホス	クロルピリホス	1982	<b>314</b>	<b>286</b>	197		0.022
クロルピリホスメチル	クロルピリホスメチル	1885	<b>286</b>	125			0.001
クロルフェナビル	クロルフェナビル	2222	<b>408</b>	247			0.016
クロルフェンビンホス	クロルフェンビンホス(E) α	2048	<b>323</b>	<b>269</b>	267		0.014
	クロルフェンビンホス(Z) β	2071	<b>323</b>	<b>269</b>	267		0.009
クロルプロファミ	クロルプロファミ	1660	<b>213</b>	154	127		0.003
クロルベンジレート	クロルベンジレート	2261	<b>251</b>	139			0.001
シアナジン	シアナジン	1987	<b>225</b>	<b>212</b>			0.016
シアノホス	シアノホス	1781	<b>243</b>	109			0.001
ジエトフェンカルブ	ジエトフェンカルブ	1979	<b>267</b>	225			0.006
ジクロシメット	ジクロシメット(異性体1)	2081	<b>277</b>	221			0.015
	ジクロシメット(異性体2)	2114	<b>277</b>	221			0.013
ジクロフェンチオン	ジクロフェンチオン	1873	<b>279</b>	223			0.001
ジクロホップメチル	ジクロホップメチル	2395	<b>340</b>	253			0.003
ジクロラン	ジクロラン	1734	<b>206</b>	176			0.023
ジコホール	ジコホール	2539	<b>251</b>	139			—
	ジコホール分解物(4,4'-ジクロロベンゾフェノ)	2018	<b>250</b>	<b>139</b>			0.008
シハロトリン	シハロトリン(異性体1)	2574	449	197	<b>181</b>		0.038
	シハロトリン(異性体2)	2597	449	197	<b>181</b>		0.012
シハロホップブチル	シハロホップブチル	2581	<b>357</b>	<b>256</b>			0.010
ジフェナミド	ジフェナミド	2026	<b>239</b>	<b>167</b>			0.001
ジフェノコナゾール	ジフェノコナゾール(異性体1)	3017	<b>323</b>	265			0.005
	ジフェノコナゾール(異性体2)	3025	<b>323</b>	265			0.004
シフルトリン	シフルトリン(異性体1)	2775	226	206	<b>163</b>		0.114
	シフルトリン(異性体2)	2788	226	206	<b>163</b>		0.067
	シフルトリン(異性体3)	2796	226	206	<b>163</b>		0.133
	シフルトリン(異性体4)	2801	226	206	<b>163</b>		0.074
ジフルフェニカン	ジフルフェニカン	2397	<b>394</b>	<b>266</b>			0.007
シプロコナゾール	シプロコナゾール(異性体1)	2234	<b>222</b>	139			0.006
	シプロコナゾール(異性体2)	2238	<b>222</b>	139			0.002
シベルメトリン	シベルメトリン(異性体1)	2828	<b>181</b>	163			0.055
	シベルメトリン(異性体2)	2842	<b>181</b>	163			0.040
	シベルメトリン(異性体3)	2850	<b>181</b>	163			0.085
	シベルメトリン(異性体4)	2855	<b>181</b>	163			0.042
シマジ	シマジ	1744	<b>201</b>				0.002
ジメタメトリン	ジメタメトリン	2059	255	<b>212</b>			0.001
ジメチルビンホス	ジメチルビンホス(E)	1959	297	<b>295</b>			0.008
	ジメチルビンホス(Z)	1986	297	<b>295</b>	<b>204</b>		0.008
ジメテナミド	ジメテナミド	1875	<b>230</b>	154			0.005
ジメエート	ジメエート	1736	125	<b>87</b>			0.033
シメトリン	シメトリン	1906	<b>213</b>	170			0.001
ジメピベレート	ジメピベレート	2093	145	<b>119</b>			0.001
スピロキサミン	スピロキサミン(異性体1)	1896	<b>100</b>				0.001
	スピロキサミン(異性体2)	1949	<b>100</b>				0.001
スピロジクロフェン	スピロジクロフェン	2690	<b>312</b>	259			0.021
ゾキサミド	ゾキサミド	2428	260	<b>258</b>	<b>187</b>		0.012
	ゾキサミド(分解物)	2094	<b>242</b>	<b>187</b>			0.054
ターバシル	ターバシル	1816	163	<b>161</b>	117		0.013
ダイアジノン	ダイアジノン	1791	<b>304</b>	<b>179</b>	152	137	0.014
チオベンカルブ	チオベンカルブ	1983	257	125	<b>100</b>		0.001
チオメト	チオメト	1725	<b>246</b>	158	125	<b>88</b>	0.009
チフルザミド	チフルザミド	2190	<b>449</b>	194			0.001
アルドリン及びディルドリン	ディルドリン	2215	277	<b>263</b>	<b>261</b>		0.023
テクナゼン	テクナゼン	1594	<b>261</b>	<b>203</b>			0.002
テトラクロルビンホス	テトラクロルビンホス	2121	<b>329</b>				0.001
テトラコナゾール	テトラコナゾール	1998	<b>336</b>	171			0.001
テトラジホン	テトラジホン	2536	<b>356</b>	<b>159</b>			0.004
テニルクロール	テニルクロール	2384	288	<b>127</b>			0.001
テブコナゾール	テブコナゾール	2397	<b>250</b>	125			0.006
テブフェンピラド	テブフェンピラド	2505	333	<b>318</b>			0.002
テフルトリン	テフルトリン	1816	383	<b>197</b>	<b>177</b>		0.003
デメトン-S-メチル	デメトン-S-メチル	1627	<b>142</b>	<b>109</b>			0.017
デルタメトリン及びトラロメトリン	デルタメトリン	3056	<b>253</b>	<b>181</b>			0.020
テルプトリン	テルプトリン	1945	<b>226</b>				0.001

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)
テルブホス	テルブホス	1783	288	<b>231</b>	153		0.007
デルタメトリン及びトラロメトリン	トラロメトリン	3066	<b>253</b>	<b>181</b>			0.230
トリアジメノール	トリアジメノール(異性体1)	2088	<b>168</b>	128	112		0.009
	トリアジメノール(異性体2)	2104	<b>168</b>	128	112		0.003
トリアジメホン	トリアジメホン	1999	<b>208</b>				0.006
トリアゾホス	トリアゾホス	2310	257	<b>161</b>			0.011
トリアレート	トリアレート	1827	<b>268</b>				0.001
トリシクラゾール	トリシクラゾール	2185	<b>189</b>	162	161		0.045
トリデモルフ	トリデモルフ	—	<b>128</b>				0.031
トリブホス	トリブホス	2193	<b>169</b>				0.001
トリフルラリン	トリフルラリン	1663	<b>306</b>	<b>264</b>			0.008
トリフロキシストロビン	トリフロキシストロビン	2336	<b>116</b>				0.002
トルクロホスメチル	トルクロホスメチル	1899	267	<b>265</b>			0.001
トルフェンピラド	トルフェンピラド	3106	<b>383</b>	<b>171</b>			0.032
ナプロバミド	ナプロバミド	2165	<b>271</b>	<b>128</b>	72		0.020
ニトータルイソプロピル	ニトータルイソプロピル	2009	254	<b>236</b>	212		0.003
ノルフルラゾン	ノルフルラゾン	2348	<b>303</b>	173	145		0.006
パクロブトラゾール	パクロブトラゾール	2128	<b>236</b>	167	125		0.002
パラチオン	パラチオン	1994	<b>291</b>	261	235		0.007
パラチオンメチル	パラチオンメチル	1896	<b>263</b>	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	<b>263</b>	183		0.021
ピオアレスリン	ピオアレスリン	2076	<b>123</b>	79			0.008
ピコリナフェン	ピコリナフェン	2483	<b>376</b>	<b>238</b>			0.013
ピテルタノール	ピテルタノール(異性体1)	2695	268	<b>170</b>	168		0.001
	ピテルタノール(異性体2)	2710	268	<b>170</b>	168		0.006
ピフェノックス	ピフェノックス	2515	<b>341</b>	310			0.044
ピフェントリン	ピフェントリン	2468	<b>181</b>	166			0.001
ピペロホス	ピペロホス	2486	<b>320</b>	140	<b>84</b>		0.026
ピラクロホス	ピラクロホス	2660	<b>360</b>	194			0.011
ピラゾホス	ピラゾホス	2622	232	<b>221</b>			0.076
ピラフルフェンエチル	ピラフルフェンエチル	2355	<b>412</b>	349			0.003
ピリダフェンチオン	ピリダフェンチオン	2455	<b>340</b>	199	97		0.092
ピリダベン	ピリダベン	2731	309	<b>147</b>			0.010
ピリフェノックス	ピリフェノックス(E)	2122	<b>262</b>	187	171		0.003
	ピリフェノックス(Z)	2068	<b>262</b>	187	171		0.004
ピリプチカルブ	ピリプチカルブ	2436	181	<b>165</b>	108		0.001
ピリプロキシフェン	ピリプロキシフェン	2574	226	<b>136</b>			0.001
ピリミノバックメチル	ピリミノバックメチル(E)	2350	<b>302</b>	259	<b>173</b>		0.001
	ピリミノバックメチル(Z)	2255	<b>302</b>	256			0.000
ピリミホスメチル	ピリミホスメチル	1940	305	<b>290</b>			0.001
ピリメタニル	ピリメタニル	1801	199	<b>198</b>	183		0.002
ピレトリン	ピレトリン I	2314	133	<b>123</b>			0.035
	ピレトリン II	2615	161	<b>160</b>			0.117
ピロキロン	ピロキロン	1797	<b>173</b>	144	130		0.013
ピンクロゾリン	ピンクロゾリン	1890	<b>285</b>	<b>187</b>			0.003
フィプロニル	フィプロニル	2052	369	<b>367</b>	<b>351</b>		0.004
フェナミホス	フェナミホス	2154	<b>303</b>	217	<b>154</b>		0.084
フェナリモル	フェナリモル	2629	219	<b>139</b>			0.002
フェントロチオン	フェントロチオン	1946	<b>277</b>	260			0.004
フェノキサニル	フェノキサニル	2240	<b>293</b>	<b>189</b>			0.008
フェノチオカルブ	フェノチオカルブ	2136	<b>160</b>	<b>72</b>			0.017
フェントリン	フェントリン(異性体1)	2531	<b>183</b>	123			0.079
	フェントリン(異性体2)	2545	<b>183</b>	123			0.030
フェンアミドン	フェンアミドン	2499	<b>268</b>	238			0.019
フェンスルホチオン	フェンスルホチオン	2265	308	<b>293</b>	156		0.008
フェンチオン	フェンチオン	1987	<b>278</b>	169			0.000
フェントエート	フェントエート	2078	<b>274</b>	246			0.002
フェンバレレート	フェンバレレート(異性体1)	2959	<b>419</b>	<b>167</b>	125		0.099
	フェンバレレート(異性体2)	2989	<b>419</b>	<b>167</b>	125		0.159
フェンブコナゾール	フェンブコナゾール	2782	<b>198</b>	<b>129</b>			0.016
フェンプロバトリン	フェンプロバトリン	2498	349	265	<b>181</b>		0.013
フェンプロビモルフ	フェンプロビモルフ	1995	129	<b>128</b>	70		0.001
フサライド	フサライド	2021	272	<b>243</b>			0.005
ブタクロール	ブタクロール	2129	<b>176</b>	160			0.001
ブタミホス	ブタミホス	2145	<b>286</b>	200			0.004
ブピリメート	ブピリメート	2202	<b>273</b>	208			0.006

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)
ブプロフェジン	ブプロフェジン	2205	172	<b>105</b>			0.003
フラムプロップメチル	フラムプロップメチル	2195	276	<b>105</b>	77		0.002
フリラゾール	フリラゾール	1743	<b>262</b>	<b>220</b>			0.006
フルアクリピリム	フルアクリピリム	2289	204	<b>190</b>	189	<b>145</b>	0.010
フルキンコナゾール	フルキンコナゾール	2729	<b>340</b>	108			0.008
フルジオキシニル	フルジオキシニル	2169	<b>248</b>	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	<b>199</b>	157		0.005
	フルシトリネート(異性体2)	2871	451	<b>199</b>	157		0.007
フルチアセットメチル	フルチアセットメチル	3244	<b>403</b>	84			0.648
フルトラニル	フルトラニル	2161	323	<b>173</b>			0.001
フルトリアホール	フルトリアホール	2157	219	<b>201</b>	164	<b>123</b>	0.016
フルバリネート	フルバリネート(異性体1)	2964	252	<b>250</b>			0.008
	フルバリネート(異性体2)	2973	252	<b>250</b>			0.009
フルミオキサジン	フルミオキサジン	2950	<b>354</b>	287			0.021
フルミクロラックベンチル	フルミクロラックベンチル	3080	<b>423</b>	308			0.010
フルリドン	フルリドン	2903	329	<b>328</b>	310		0.011
プレチラクロール	プレチラクロール	2174	262	238	<b>162</b>		0.001
プロシミドン	プロシミドン	2088	<b>283</b>	212	96		0.019
プロチオホス	プロチオホス	2170	<b>309</b>	267			0.001
プロバクロール	プロバクロール	1612	176	<b>120</b>			0.007
プロバジン	プロバジン	1759	<b>229</b>	<b>214</b>	172		0.043
プロパニル	プロパニル	1876	217	163	<b>161</b>		0.013
プロバルギット	プロバルギット(異性体1)	2398	<b>135</b>	107			0.044
	プロバルギット(異性体2)	2403	173	<b>135</b>	107		0.044
プロビコナゾール	プロビコナゾール(異性体1)	2346	<b>302</b>	259	256	<b>173</b>	0.006
	プロビコナゾール(異性体2)	2360	259	<b>173</b>			0.005
プロビザミド	プロビザミド	1786	175	<b>173</b>	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	<b>153</b>			0.023
	プロヒドロジャスモン(異性体2)	1844	184	<b>153</b>			0.196
プロフェノホス	プロフェノホス	2184	<b>339</b>	337	<b>139</b>	97	0.063
プロボキスル	プロボキスル	1610	152	<b>110</b>			0.004
プロマシル	プロマシル	1954	231	<b>205</b>			0.002
プロメリン	プロメリン	1919	241	226	<b>184</b>		0.017
プロモブチド	プロモブチド	1887	232	<b>119</b>			0.003
プロモプロビレート	プロモプロビレート	2481	<b>341</b>	183			0.004
プロモホス	プロモホス	2026	<b>331</b>	125			0.002
ヘキサコナゾール	ヘキサコナゾール	2172	<b>214</b>	175			0.002
ヘキサジノン	ヘキサジノン	2380	252	<b>171</b>	128		0.004
ベナラキシル	ベナラキシル	2334	206	<b>148</b>			0.002
ベノキサコル	ベノキサコル	1853	259	<b>120</b>			0.003
ヘプタクロール	ヘプタクロール	1922	337	<b>272</b>	100		0.001
	ヘプタクロールエポキシド	2080	<b>353</b>	81			0.048
ベルメリン	ベルメリン(異性体1)	2711	<b>183</b>	163			0.012
	ベルメリン(異性体2)	2728	<b>183</b>	163			0.011
ベンコナゾール	ベンコナゾール	2060	<b>248</b>	159			0.001
ペンディメタリン	ペンディメタリン	2046	281	<b>252</b>			0.002
ベンフルラリン	ベンフルラリン	1668	<b>292</b>	264			0.002
ベンフレセート	ベンフレセート	1871	<b>256</b>	<b>163</b>			0.003
ホサロン	ホサロン	2555	367	<b>182</b>			0.003
ホスチアゼート	ホスチアゼート(異性体1)	2027	283	<b>195</b>			0.043
	ホスチアゼート(異性体2)	2032	283	<b>195</b>			0.047
ホスファミドン	ホスファミドン	1870	<b>264</b>	<b>127</b>			0.043
ホスメット	ホスメット	2480	161	<b>160</b>	133		0.017
ホレート	ホレート	1703	<b>260</b>	231	121	<b>75</b>	0.008
マラチオン	マラチオン	1963	<b>173</b>	158			0.002
ミクロブタニル	ミクロブタニル	2198	<b>179</b>	152	150		0.015
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	<b>206</b>	0.006
メチダチオン	メチダチオン	2115	302	<b>145</b>	85		0.009
メキシクロル	メキシクロル	2495	274	228	<b>227</b>	212	0.004
メブレン	メブレン	2097	175	153	<b>111</b>		0.022
メミノストロピン	メミノストロピン(E)	2169	<b>238</b>	196	191		0.005
	メミノストロピン(Z)	2212	<b>238</b>	<b>196</b>	191	166	0.010
メラクロール	メラクロール	1975	238	<b>162</b>			0.001
メビンホス	メビンホス	1424	192	164	<b>127</b>		0.008
メフェナセット	メフェナセット	2588	298	<b>192</b>	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	<b>253</b>		0.011

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)
メプロニル	メプロニル	2308	269	<b>119</b>			0.001
モノクロトホス	モノクロトホス	1679	192	164	<b>127</b>		0.048
リンデン(γ-BHC)	リンデン(γ-BHC)	1779	<b>219</b>	183	181		0.011
レナシル	レナシル	2359	<b>153</b>	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機関で求めた値の中で小さい方の値を示した。

◎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。

## LC/MS による農薬等の一斉試験法 I (農産物)

### 1. 分析対象化合物

別表参照

### 2. 装置

液体クロマトグラフ・質量分析計 (LC/MS) 又は液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計 (LC/MS/MS)

### 3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の 2 に示すものを用いる。

0.5 mol/L リン酸緩衝液 (pH7.0) リン酸水素二カリウム ( $K_2HPO_4$ ) 52.7 g 及びリン酸二水素カリウム ( $KH_2PO_4$ ) 30.2 g を量り採り、水約 500 mL に溶解し、1 mol/L 水酸化ナトリウム又は 1 mol/L 塩酸を用いて pH を 7.0 に調整した後、水を加えて 1 L とする。

各農薬等標準品 各農薬等の純度が明らかなもの。

### 4. 試験溶液調製法

#### 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、15 分間放置する。

これにアセトニトリル 50 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ニトリル 20 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする。

抽出液 20 mL を採り、塩化ナトリウム 10 g 及び 0.5 mol/L リン酸緩衝液 (pH7.0) 20 mL を加え、10 分間振とうする。静置した後、分離した水層を捨てる。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000 mg) にアセトニトリル 10 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに上記のアセトニトリル層を注入し、さらに、アセトニトリル 2 mL を注入して、全溶出液を採り、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、ろ液を 40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。残留物にアセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液 2 mL を加えて溶かす。

##### ② 果実、野菜、ハーブ、茶及びホップの場合

果実、野菜及びハーブの場合は、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、15 分間放置する。

これにアセトニトリル 50 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ニトリル 20 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする。

抽出液 20 mL を採り、塩化ナトリウム 10 g 及び 0.5 mol/L リン酸緩衝液 (pH7.0) 20 mL を加え、振とうする。静置した後、分離した水層を捨てる。アセトニトリル層に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、ろ液を 40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。残留物にアセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液 2 mL を加えて溶かす。

## 2) 精製

グラファイトカーボン/アミノ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、アセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 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、アセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液 20 mL を注入し、全溶出液を 40°C以下で 1 mL 以下に濃縮する。これにアセトン 10 mL を加えて 40°C以下で 1 mL 以下に濃縮し、再度アセトン 5 mL を加えて濃縮し、溶媒を除去する。残留物をメタノールに溶かして、正確に 4 mL としたものを試験溶液とする。

## 5. 検量線の作成

各農薬等の標準品について、それぞれのアセトニトリル溶液を調製し、それらを混合した後、適切な濃度範囲の各農薬等を含むメタノール溶液を数点調製する。それぞれ 5  $\mu$ L を LC/MS 又は 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。

## 6. 定量

試験溶液 5  $\mu$ L を LC/MS 又は LC/MS/MS に注入し、5 の検量線で各農薬等の含量を求める。

## 7. 確認試験

LC/MS 又は LC/MS/MS により確認する。

## 8. 測定条件

カラム: オクタデシルシリル化シリカゲル (粒径 3~3.5  $\mu$ m) 内径 2~2.1 mm、長さ 150 mm

カラム温度: 40°C

移動相: A 液及び B 液について下の表の濃度勾配で送液する。

移動相流量: 0.20 mL/分

A 液: 5 mmol/L 酢酸アンモニウム水溶液

B 液: 5 mmol/L 酢酸アンモニウムメタノール溶液

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

イオン化モード: ESI

主なイオン ( $m/z$ ): 別表参照

保持時間の目安: 別表参照

## 9. 定量限界

別表参照

ただし、別表は測定限界（ng）の例を示したものである。

## 10. 留意事項

### 1) 試験法の概要

各農薬等を試料からアセトニトリルで抽出し、塩析で水を除いた後、果実、野菜等についてはそのまま、穀類、豆類及び種実類についてはオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムで精製後、いずれもグラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムで精製し、LC/MS 又は LC/MS/MS で測定及び確認する方法である。

### 2) 注意点

- ① 別表は本法を適用できる化合物を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、化合物名欄に個別に示した。
- ② 本試験法は別表に示した全ての化合物の同時分析を保証したものではない。化合物同士の相互作用による分解等及び測定への干渉等のおそれがあるため、分析対象とする化合物の組み合わせにおいてあらかじめこれらの点を検証する必要がある。
- ③ リン酸緩衝液の調製には、ナトリウム塩を使用してもよい。
- ④ アセトニトリル抽出液に添加する塩化ナトリウム（10 g）が多すぎる場合は、減らしてもよいが、十分に飽和する量を加える。
- ⑤ 濃縮し、溶媒を完全に除去する操作は、窒素気流を用いて穏やかに行う。
- ⑥ LC/MS 又は LC/MS/MS の感度によっては、試験溶液をさらにメタノールで希釈する。
- ⑦ 特にメタノール溶液中では不安定な農薬等があるため、測定は試験溶液の調製後速やかに行う。検量線用溶液は用時調製する。常温のオートサンプラーラック中に試験溶液を長時間置かない。
- ⑧ 正確な測定値を得るためには、マトリックス添加標準溶液又は標準添加法を用いることが必要な場合がある。
- ⑨ 定量限界は、使用する機器、試験溶液の濃縮倍率及び試験溶液注入量により異なるので、必要に応じて最適条件を検討する。

## 11. 参考文献

- 1) Fillion, J.ら, J.AOAC Int, 83, 698~713 (2000)

## 12. 類型

C



(別表)LC/MSによる農薬等の一斉試験法 I (農産物)

品目名	分析対象化合物名	相対保持時間	LC/MS 測定イオン(m/z)								LC/MS/MS 測定イオン(m/z)								測定限界(ng)			
			ポジティブ測定				ネガティブ測定				ポジティブ測定				ネガティブ測定							
			定量		定性		定量		定性		親	子(定量)		子(定性)		親	子(定量)		子(定性)		LC/MS	LC/MS/MS
アザメチホス	アザメチホス	0.82	<b>325</b>		347	215	183			325		<b>183</b>		112				0.003	0.002			
アジンホスメチル	アジンホスメチル	1.05	<b>318</b>	<b>160</b>	132					318		<b>159.9</b>	<b>76.97</b>	132				0.005	0.003			
アニロホス	アニロホス	1.22	<b>368</b>		390	199	157			368		<b>199.1</b>		125				0.003	0.001			
アバメクチン	アバメクチンB1a	1.46	<b>896</b>	<b>891</b>	897	567	305			891		<b>567.3</b>	<b>305.3</b>	568				0.024	0.026			
イソキサフルトール	イソキサフルトール	1.00	<b>377</b>	<b>360</b>	283	251		<b>-358</b>	-359	360		<b>251</b>		360	144			0.004	0.003			
イプロバリカルブ	イプロバリカルブ	1.15	<b>321</b>		343	119				321		<b>119</b>		203				0.002	0.001			
イミダクロプリド	イミダクロプリド	0.53	<b>256</b>		209	175				256		<b>209</b>	<b>175</b>					0.008	0.005			
インドキサカルブ	インドキサカルブ	1.28	<b>528</b>		550	203	150			528		<b>150</b>		203				0.002	0.004			
オキシカルボキシ	オキシカルボキシ	0.62	<b>268</b>		207	175				268		<b>174.9</b>		147				0.004	0.001			
オリザリン	オリザリン	1.17						<b>-345</b>	-346	-78							<b>-345</b>	<b>-281</b>	<b>-78</b>	-147	0.003	0.001
キザロホップエチル	キザロホップ-p-テフリル	1.30	<b>429</b>		431	299				429		<b>299.1</b>		85				0.002	0.001			
クロキントセットメキシル	クロキントセットメキシル	1.34	<b>336</b>		358	238				336		<b>238</b>		192	179			0.014	0.001			
クロチアニジン	クロチアニジン	0.54	<b>250</b>		169			<b>-248</b>	-58	250		<b>168.9</b>		132				0.002	0.002			
クロマフェノジド	クロマフェノジド	1.15	<b>395</b>		175					395		<b>175.1</b>		339	147			0.002	0.001			
クロメプロップ	クロメプロップ	1.33	<b>324</b>		346	120		<b>-322</b>	-175	324		<b>120.3</b>		203	105			0.004	0.006			
クロリダゾン	クロリダゾン	0.61	<b>222</b>		244	104	65			222		<b>92</b>	<b>65</b>	77				0.004	0.002			
シアゾファミド	シアゾファミド	1.18	<b>325</b>		140	108				325		<b>108</b>		325	261			0.005	0.001			
シフルフェナミド	シフルフェナミド	1.25	<b>413</b>		435	295	241			413		<b>295.1</b>	<b>241.1</b>	203				0.005	0.001			
シメコナゾール	シメコナゾール	1.16	<b>294</b>		295	135				294		<b>70</b>		73				0.002	0.002			
ジメチリモール	ジメチリモール	0.96	<b>210</b>		232	140	71			210		<b>71</b>		140				0.001	0.001			
チアクロプリド	チアクロプリド	0.64	<b>253</b>		255	126				253		<b>126.1</b>		90	73			0.004	0.002			
チアベンダゾール	チアベンダゾール	0.75	<b>202</b>		203	175				202		<b>174.9</b>		131				0.001	0.001			
チアメキサム	チアメキサム	0.44	<b>292</b>	<b>211</b>	314					292		<b>211.1</b>		181				0.003	0.004			
トラルコキシジム	トラルコキシジム(異性体1)	0.94	<b>330</b>		284												<b>-328</b>	<b>-254</b>		-66	0.009	0.001
	トラルコキシジム(異性体2)	1.08	<b>330</b>		331	170				330		<b>137.9</b>		284			<b>-328</b>	<b>-254</b>		-66	0.001	0.0004
トリチコナゾール	トリチコナゾール	1.15	<b>318</b>		320	70				318		<b>70</b>		318	125			0.004	0.003			
トリデモルフ	トリデモルフ(異性体1)	1.56	<b>298</b>	<b>130</b>	299					298		<b>130.1</b>	<b>56.97</b>	98				0.009	0.012			
	トリデモルフ(異性体2)	1.57	<b>298</b>		299					298		<b>130.1</b>		98				0.053	0.105			
ナプロアニリド	ナプロアニリド	1.19	<b>292</b>		293	171				292		<b>170.9</b>		120			<b>-290</b>	<b>-143</b>		-93	0.003	0.001
ピラゾリネート	ピラゾリネート	1.26	<b>439</b>		441	173				439		<b>91</b>		229	173			0.004	0.001			
ピリフタリド	ピリフタリド	1.05	<b>319</b>		320	139				319		<b>139.1</b>		179	93			0.001	0.001			
フェノキシカルブ	フェノキシカルブ	1.20	<b>302</b>		116					302		<b>116.2</b>	<b>88</b>					0.005	0.001			
フェリムゾン	フェリムゾン(E)	1.10	<b>255</b>		277	132				255		<b>132</b>	<b>91</b>					0.002	0.001			
	フェリムゾン(Z)	1.11	<b>255</b>		277	132	124			255		<b>124.2</b>	<b>91</b>	132				0.001	0.001			
フェンメディファム	フェンメディファム	1.03	<b>301</b>	<b>136</b>	168					318	301	<b>167.9</b>	<b>136.1</b>					0.003	0.001			
ブタフェナシル	ブタフェナシル	1.15	<b>492</b>	<b>475</b>	349	331	180			492		<b>330.9</b>		180				0.001	0.001			
フラチオカルブ	フラチオカルブ	1.32	<b>383</b>		405	252				383		<b>252.2</b>		195				0.004	0.001			
ベンゾフェナップ	ベンゾフェナップ	1.31	<b>431</b>		433	119	105			431		<b>105.2</b>		119				0.003	0.002			
ミルベメクチン	ミルベメクチンA3	1.43	<b>546</b>	<b>511</b>	493					551	547	<b>511.1</b>	<b>240</b>	493	337			0.031	0.012			
	ミルベメクチンA4	1.47	<b>560</b>	<b>525</b>	507					565	561	<b>525.2</b>	<b>240</b>	507	337			0.092	0.021			
メキシフェノジド	メキシフェノジド	1.12						<b>-367</b>	-368	-149	369		<b>148.9</b>	91			<b>-367</b>	<b>-149</b>		-105	0.002	0.001
ラクトフェン	ラクトフェン	1.32	<b>479</b>		481	344				479		<b>343.9</b>		223				0.004	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。

◎相対保持時間はイソキサフルトール(保持時間15-18分)を1とした相対値であり、3~5測定環境(カラムの種類、移動相、流速、温度等の測定条件は同一で装置が異なる)での平均値を示した。

◎測定イオンの太字斜字体は定量イオン、その他は定性イオンを示す。

◎測定限界は標準溶液をLC/MSまたはLC/MS/MSに注入したときのS/N=10の値であり、2~3機種で求めた値の中で最も小さい値を示した。

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

◎本法に従って果実又は野菜について試験溶液を調製し、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。

## LC/MS による農薬等の一斉試験法Ⅱ（農産物）

### 1. 分析対象化合物

別表参照

### 2. 装置

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC/MS）又は液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC/MS/MS）

### 3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の2に示すものを用いる。

各農薬等標準品 各農薬等の純度が明らかなもの。

### 4. 試験溶液調製法

#### 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、15 分間放置する。

これにアセトニトリル 50 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ニトリル 20 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする。

抽出液 20 mL を採り、塩化ナトリウム 10 g 及び 0.01 mol/L 塩酸 20 mL を加え、15 分間振とうする。静置した後、分離した水層を捨てる。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（1,000 mg）にアセトニトリル 10 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに上記のアセトニトリル層を注入し、さらに、アセトニトリル 2 mL を注入して、全溶出液を採り、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、ろ液を 40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。残留物にアセトン、トリエチルアミン及び *n*-ヘキサン（20 : 0.5 : 80）混液 2 mL を加えて溶かす。

##### ② 果実、野菜、ハーブ、茶及びホップの場合

果実、野菜及びハーブの場合は、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、15 分間放置する。

これにアセトニトリル 50 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ニトリル 20 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする。

抽出液 20 mL を採り、塩化ナトリウム 10 g 及び 0.01 mol/L 塩酸 20 mL を加え、振とうする。静置した後、分離した水層を捨てる。アセトニトリル層に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、ろ液を 40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。残留物にアセトン、トリエチルアミン及び *n*-ヘキサン（20 : 0.5 : 80）混液 2 mL を加えて溶かす。

#### 2) 精製

シリカゲルミニカラム（500 mg）に、メタノール、アセトン各 5 mL を順次注入し、各流出

液は捨てる。さらに *n*-ヘキサン 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、アセトン、トリエチルアミン及び *n*-ヘキサン (20 : 0.5 : 80) 混液 10 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトン及びメタノール (1 : 1) 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。残留物をメタノールに溶かして、正確に 4 mL としたものを試験溶液とする。

#### 5. 検量線の作成

各農薬等の標準品について、それぞれのアセトニトリル溶液を調製し、それらを混合した後、適切な濃度範囲の各農薬等を含むメタノール溶液を数点調製する。それぞれ 5 µL を LC/MS 又は 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。

#### 6. 定量

試験溶液 5 µL を LC/MS 又は LC/MS/MS に注入し、5 の検量線で各農薬等の含量を求める。

#### 7. 確認試験

LC/MS 又は LC/MS/MS により確認する。

#### 8. 測定条件

カラム: オクタデシルシリル化シリカゲル(粒径 3~3.5 µm) 内径 2~2.1 mm、長さ 150 mm

カラム温度: 40°C

移動相: A 液及び B 液について下の表の濃度勾配で送液する。

移動相流量: 0.20 mL/分

A 液: 5 mmol/L 酢酸アンモニウム水溶液

B 液: 5 mmol/L 酢酸アンモニウムメタノール溶液

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

イオン化モード: ESI

主なイオン (*m/z*): 別表参照

保持時間の目安: 別表参照

#### 9. 定量限界

別表参照

ただし、別表は測定限界 (ng) の例を示したものである。

## 10. 留意事項

### 1) 試験法の概要

各農薬等を試料からアセトニトリルで抽出し、酸性条件下で塩析する。水を除いた後、果実、野菜等についてはそのまま、穀類、豆類及び種実類についてはオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムで精製後、いずれもシリカゲルミニカラムで精製し、LC/MS 又は LC/MS/MS で測定及び確認する方法である。

### 2) 注意点

- ① 別表は本法を適用できる化合物を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、化合物名欄に個別に示した。
- ② 本試験法は別表に示した全ての化合物の同時分析を保証したものではない。化合物同士の相互作用による分解等及び測定への干渉等のおそれがあるため、分析対象とする化合物の組み合わせにおいてあらかじめこれらの点を検証する必要がある。
- ③ アセトニトリル抽出液に添加する塩化ナトリウム（10 g）が多すぎる場合は、減らしてもよいが、十分に飽和する量を加える。また、極性が高い農薬を対象とするため、十分に振とうして塩化ナトリウムを溶解させる。
- ④ 濃縮し、溶媒を完全に除去する操作は、窒素気流を用いて穏やかに行う。
- ⑤ LC/MS 又は LC/MS/MS の感度によっては、試験溶液をさらにメタノールで希釈する。
- ⑥ 特にメタノール溶液中では不安定な農薬等があるため、測定は試験溶液の調製後速やかに行う。検量線用溶液は用時調製する。常温のオートサンプラーラック中に試験溶液を長時間置かない。
- ⑦ 正確な測定値を得るためには、マトリックス添加標準溶液又は標準添加法を用いることが必要な場合がある。
- ⑧ 定量限界は、使用する機器、試験溶液の濃縮倍率及び試験溶液注入量により異なるので、必要に応じて最適条件を検討する。

## 11. 参考文献

なし

## 12. 類型

C

(別表)LC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅱ(農産物)

品目名	分析対象化合物名	相対保持時間	LC/MS 測定イオン(m/z)				LC/MS/MS 測定イオン(m/z)						測定限界(ng)					
			ポジティブ測定		ネガティブ測定		ポジティブ測定			ネガティブ測定			LC/MS	LC/MS/MS				
			定量	定性	定量	定性	親	子(定量)	子(定性)	親	子(定量)	子(定性)						
MCPB	MCPB	0.97			-227	-141						-227	-141		-227		0.278	0.012
アイオキシニル	アイオキシニル	0.73			-370	-126						-370	-127		-215		0.001	0.003
アシフルオルフェン	アシフルオルフェン	1.04			-360	-316						-360	-316		-195		0.031	0.023
イマザキン	イマザキン	0.54	312	267			312	267.3	199	128	86						0.001	0.001
クロプロップ	クロプロップ	0.64			-199	-127						-199	-127		-71		0.088	0.023
クロランスラムメチル	クロランスラムメチル	0.81	430	398			430	398	370.2	153							0.008	0.006
4-クロロフェノキシ酢酸	4-クロロフェノキシ酢酸	0.55			-185	-127						-185	-127		-185		0.117	0.011
シクラニリド	シクラニリド	0.92			-272	-160						-272	-160		-228		0.005	0.002
ジクロスラム	ジクロスラム	0.84	406	161			406	161		378							0.017	0.003
ジクロルプロップ	ジクロルプロップ	0.86			-233	-161						-233	-161		-125		0.057	0.012
ジベレリン	ジベレリン	0.48			-345	-143						-345	-143		-239	-221.3	0.066	0.055
チジアズロン	チジアズロン	0.84			-219	-100	221	102		128		-219.1	-100				0.002	0.002
チフェンスルフロンメチル	チフェンスルフロンメチル	0.50	388	167			388	167		126	56						0.013	0.001
トリクロピル	トリクロピル	0.81			-254	-196						-254	-196		-218		0.132	0.006
トリフルスルフロンメチル	トリフルスルフロンメチル	0.92	493	264			493	264		96							0.005	0.001
1-ナフタレン酢酸	1-ナフタレン酢酸	0.63			-185	-141						-185	-141		-185		0.486	0.073
ハロキシホップ	ハロキシホップ	1.08	362	316			362	316		288	91						0.010	0.002
フルメツラム	フルメツラム	0.44	326	129			326	129		326	109						0.008	0.005
フルロキシピル	フルロキシピル	0.48			-253	-195						-253	-195		-233		0.421	0.116
プロモキシニル	プロモキシニル	0.57			-276	-79						-276	-81	-78.8	-275.9		0.002	0.011
フロラスラム	フロラスラム	0.55	360	129			360	129		360	82						0.012	0.003
ホメサフェン	ホメサフェン	1.04			-437	-195						-437	-195		-316.1	-222	0.008	0.005
ホルクロルフェニユロン	ホルクロルフェニユロン	1.00	248	129			248	129		93							0.004	0.001
メコプロップ	メコプロップ(MCPP)	0.85			-213	-141						-213	-141		-71		0.028	0.005
	メコプロップ(MCPP-P)	0.85			-213	-141						-213	-141		-71		-	0.036

◎化合物名の五十音順に示し、異性体は保持時間順に示した。

◎相対保持時間はイソキサフルトール(保持時間15-18分)を1とした相対値であり、3~5測定環境(カラムの種類、移動相、流速、温度等の測定条件は同一で装置が異なる)での平均値を示した。

◎測定イオンの太字斜字体は定量イオン、その他は定性イオンを示す。

◎測定限界は標準溶液をLC/MSまたはLC/MS/MSに注入したときのS/N=10の値であり、LC/MS/MSについては2機種で求めた値の中で小さい値、LC/MSは1機種で求めた値である。

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

◎本法に従って果実又は野菜について試験溶液を調製し、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。

## GC/MS による農薬等の一斉試験法（畜水産物）

### 1. 分析対象化合物

筋肉、脂肪、肝臓、腎臓及び魚介類の場合は、別表 1 参照  
乳、卵及びはちみつの場合は、別表 2 参照

### 2. 装置

ガスクロマトグラフ・質量分析計（GC/MS）

### 3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の 2 に示すものを用いる。  
各農薬等標準品 各農薬等の純度が明らかなもの。

### 4. 試験溶液調製法

#### 1) 抽出

##### ① 筋肉、脂肪、肝臓、腎臓及び魚介類の場合

筋肉、肝臓、腎臓及び魚介類の場合は、試料 20.0 g を量り採る。脂肪の場合は、5.00 g を量り採る。

これに水 20 mL を加え、ホモジナイズした後、アセトン及び *n*-ヘキサン（1 : 2）混液 100 mL を加え、さらにホモジナイズした後、毎分 2,500 回転で 5 分間遠心分離し、有機層を採る。残留物に *n*-ヘキサン 50 mL を加え、ホモジナイズした後、毎分 2,500 回転で 5 分間遠心分離する。得られた有機層を合わせ、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する。ろ液を 40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去した後、残留物の重量を測定し、これを抽出脂肪重量とする。残留物の全量または一定量を採り、ゲル浸透クロマトグラフィー用カラム（スチレンジビニルベンゼン共重合体カラム）への負荷量が試料 5.0 g 相当量になるように（試料 5.0 g 中の抽出脂肪量が 0.5 g を超える場合には、カラムへの負荷量が抽出脂肪 0.50 g 相当量になるように）アセトン及びシクロヘキサン（1 : 4）混液に溶かす。

##### ② 乳、卵及びはちみつの場合

乳及び卵の場合は、試料 20.0 g を量り採る。はちみつの場合は、試料 20.0 g を量り採り、水 20 mL を加えて溶かす。

これにアセトニトリル 100 mL を加えて、ホモジナイズした後、毎分 2,500 回転 5 分間遠心分離し、有機層を採る。残留物にアセトニトリル 50 mL を加え、ホモジナイズした後、毎分 2,500 回転で 5 分間遠心分離する。得られた有機層を合わせ、塩化ナトリウム 10 g を加え、振とうする。静置した後、分離した水層を捨てる。アセトニトリル層に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、ろ液を 40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。乳及び卵の場合は、残留物をゲル浸透クロマトグラフィー用カラム（スチレンジビニルベンゼン共重合体カラム）への負荷量が試料 5.0 g 相当量になるようにアセトン及びシクロヘキサン（1 : 4）混液に溶かす。はちみつの場合は、残留物をアセトン及び *n*-ヘキサン（1 : 1）混液に溶かし、正確に 10 mL とする。

## 2) 精製

### ① 筋肉、脂肪、魚介類、乳及び卵の場合

#### a ゲル浸透クロマトグラフィー

1) で得られた溶液を毎分 3,000 回転で 5 分間遠心分離し、その上澄液 5 mL をゲル浸透クロマトグラフィー用カラム (スチレンジビニルベンゼン共重合体カラム) に注入し、アセトン及びシクロヘキサン (1 : 4) 混液で溶出する。アクリナトリンの保持時間からトリシクラゾールの溶出終了までの溶出液を採り、40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。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、さらに、アセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液 20 mL を注入して、全溶出液を採り、40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。残留物をアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液に溶かし、正確に 1 mL (脂肪の場合は 0.5 mL) としたものを試験溶液とする。

### ② 肝臓及び腎臓の場合

#### a ゲル浸透クロマトグラフィー

1) で得られた溶液を毎分 3,000 回転で 5 分間遠心分離し、その上澄液 5 mL をゲル浸透クロマトグラフィー用カラム (スチレンジビニルベンゼン共重合体カラム) に注入し、アセトン及びシクロヘキサン (1 : 4) 混液で溶出する。アクリナトリンの保持時間からアクリナトリンの溶出終了までの画分 (画分 I) 及び画分 I の分取終了からトリシクラゾールの溶出終了までの画分 (画分 II) を採る。

#### 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) にアセトン及びシクロヘキサン (1 : 4) 混液 10 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに画分 I を注入し、さらに、アセトン及びシクロヘキサン (1 : 4) 混液 5 mL を注入して、全溶出液を採り、40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。残留物に *n*-ヘキサン 1 mL を加えて溶かす。

#### c 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 (690 mg) に *n*-ヘキサン 10 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに b で得られた溶液を注入し、さらに、*n*-ヘキサン 10 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、カラムにエーテル及び *n*-ヘキサン (1 : 19) 混液 15 mL を注入し、溶出液を a で得られた画分 II に合わせ、40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。残留物をアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液に溶かし、正確に 1 mL としたものを試験溶液とする。

### ③ はちみつの場合

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 1) で得られたアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液溶液 2.5 mL を注入し、さらに、アセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液 20 mL を注入して、全溶出液を採り、40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。残留物をアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液に溶解し、正確に 1 mL としたものを試験溶液とする。

## 5. 検量線の作成

各農薬等の標準品について、それぞれのアセトン溶液を調製し、それらを混合した後、適切な濃度範囲の各農薬等を含むアセトン及び*n*-ヘキサン（1：1）混液溶液を数点調製する。それぞれ 2 μL を GC/MS に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

## 6. 定量

試験溶液 2 μL を GC/MS に注入し、5 の検量線で各農薬の含量を求める。

## 7. 確認試験

GC/MS により確認する。

## 8. 測定条件

### GC/MS

カラム：5%フェニルメチルシリコン 内径 0.25 mm、長さ 30m、膜厚 0.25 μm

カラム温度：50°C (1分) - 25°C/分 - 125°C (0分) - 10°C/分 - 300°C (10分)

注入口温度：250°C

キャリアーガス：ヘリウム

イオン化モード（電圧）：EI (70 eV)

主なイオン (*m/z*)：別表 1 及び別表 2 参照

保持時間の目安：別表 1 及び別表 2 参照

## 9. 定量限界

別表 1 及び別表 2 参照

ただし、別表 1 及び別表 2 は測定限界 (ng) の例を示したものである。

## 10. 留意事項

### 1) 試験法の概要

各農薬等を試料からアセトン及び*n*-ヘキサン（1：2）混液で抽出（乳、卵及びはちみつの場合はアセトニトリルで抽出）し、ゲル浸透クロマトグラフィー及びエチレンジアミン-*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で精製し（肝臓及び腎臓の場合はシリカゲルカラムクロマトグラフィーを追加し、はちみつの場合はゲル浸透クロマトグラフィーを省略する）、GC/MS で測定及び確認する方法である。

### 2) 注意点

- ① 別表 1 及び別表 2 は本法を適用できる化合物を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、化合物名欄に個別に示した。また、分析中に生成する分解物を測定している場合は、「分解物」と表記した。
- ② 本試験法は別表 1 及び別表 2 に示した全ての化合物の同時分析を保証したものではない。化合物同士の相互作用による分解等及び測定への干渉等のおそれがあるため、分析対象とする化合物の組み合わせにおいてあらかじめこれらの点を検証する必要がある。
- ③ 装置には、ガスクロマトグラフ・タンデム型質量分析計 (GC/MS/MS) の使用も可能である。
- ④ アセトニトリル抽出液に添加する塩化ナトリウム (10 g) が多すぎる場合は、減らしてもよ



いが、十分に飽和する量を加える。

⑤ 濃縮し、溶媒を完全に除去する操作は、窒素気流を用いて穏やかに行う。

⑥ ゲル浸透クロマトグラフィー条件の例を以下に示す。

カラム：スチレンジビニルベンゼン共重合体カラム（内径 20 mm、長さ 300 mm）にガードカラムとしてスチレンジビニルベンゼン共重合体カラム（内径 20 mm、長さ 100 mm）を接続したもの、又は同等品

移動相：アセトン及びシクロヘキサン（1：4）混液

流速：5 mL/min

カラム温度：40℃

注入量：5 mL

モニター波長：254 nm

分取範囲：次の方法によりあらかじめ決定しておく。

アクリナトリン及びトリシクラゾールの 5 mg/L 混合溶液を移動相で調製し、その 5 mL をゲル浸透クロマトグラフィー用カラムに注入して 254 nm でモニターし、溶出位置を確認する。溶出液を適当な間隔で分取して GC/MS で測定するなど他の適切な方法を用いてもよい。

a 筋肉、脂肪、魚介類、乳及び卵の場合の分取範囲（図 1 参照）

アクリナトリンの保持時間からトリシクラゾールの溶出が終了するまで。

（例）58～165 mL（合計 107 mL）

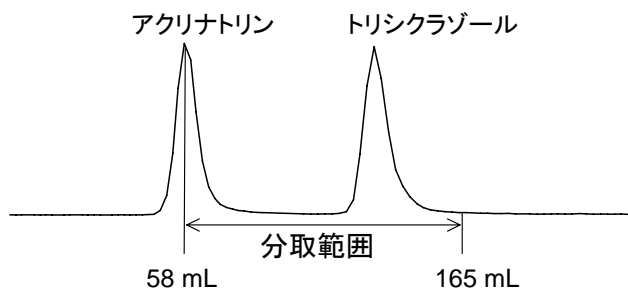


図 1 筋肉、脂肪、魚介類、乳及び卵の場合の分取範囲

b 肝臓及び腎臓の場合の分取範囲（図 2 参照）

画分 I：アクリナトリンの保持時間からアクリナトリンの溶出が終了するまで。

画分 II：画分 I の分取終了からトリシクラゾールの溶出が終了するまで。

（例）画分 I：58～65 mL（合計 7 mL）、画分 II：65～165 mL（合計 100 mL）

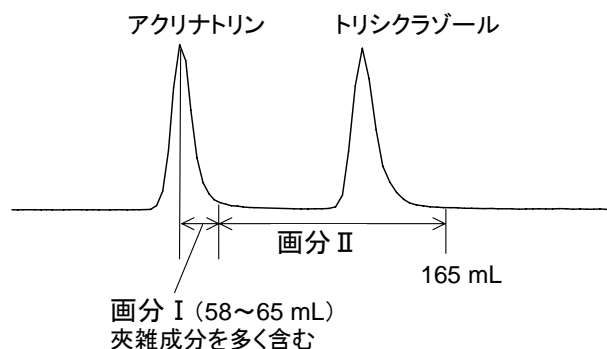


図 2 肝臓及び腎臓の場合の分取範囲

- ⑦ ミニカラムは使用条件で各農薬等の溶出調査を事前に行い、溶出位置を確認してから使用する。
- ⑧ 脂肪含有量が高い試料では、試験溶液の濃縮倍率が低くなる。その際、目標の測定感度が得られない場合には、抽出脂肪を用いてゲル浸透クロマトグラフィー以降の操作を複数回行い、検液を合わせて試験溶液とする。
- ⑨ 正確な測定値を得るためには、マトリックス添加標準溶液又は標準添加法を用いることが必要な場合がある。
- ⑩ 定量限界は、使用する機器、試験溶液の濃縮倍率及び試験溶液注入量により異なるので、必要に応じて最適条件を検討する。

11. 参考文献

なし

12. 類型

C

(別表1)GC/MSによる農薬等の一斉試験法(畜水産物)

品目名	分析対象化合物名	保持指標	測定イオン(m/z)				測定限界 (ng)	
DDT	o,p'-DDT	2289	237	<b>235</b>			0.001	
	p,p'-DDD	2285	237	<b>235</b>			0.001	
	p,p'-DDE	2192	<b>318</b>	246			0.0005	
	p,p'-DDT	2367	237	<b>235</b>			0.001	
EPTC	EPTC	1360	132	<b>128</b>	86		0.002	
アジンホスメチル	アジンホスメチル	2570	<b>160</b>	132			0.006	
アトラジン	アトラジン	1755	215	<b>200</b>			0.001	
アラクロール	アラクロール	1899	237	<b>188</b>	160		0.001	
アルドリン及びディルドリン	アルドリン	1993	<b>263</b>	261			0.003	
アレスリン	アレスリン(異性体1及び2)	2066	<b>136</b>	<b>123</b>			0.002	
	アレスリン(異性体3及び4)	2075	<b>136</b>	<b>123</b>			0.002	
イソプロチオラン	イソプロチオラン	2175	<b>290</b>	231	<b>189</b>	<b>162</b>	118	0.002
イプロジオン	イプロジオン	2452	316	<b>314</b>			0.010	
	イプロジオン代謝物	2536	<b>329</b>	<b>187</b>			0.022	
イマザリル	イマザリル	2171	<b>215</b>	173			0.003	
フェンバレート	エスフェンバレート(異性体1)	2951	<b>419</b>	225	181	<b>167</b>	0.059	
	エスフェンバレート(異性体2)	2982	<b>419</b>	225	181	<b>167</b>	0.003	
エチオン	エチオン	2279	384	<b>231</b>	153		0.0004	
エトフメセート	エトフメセート	1951	286	<b>207</b>			0.002	
エトプロホス	エトプロホス	1640	<b>200</b>	<b>158</b>			0.006	
エトリジアゾール	エトリジアゾール	1456	213	<b>211</b>	183		0.001	
エンドスルファン	$\alpha$ -エンドスルファン	2150	243	<b>241</b>	170		0.012	
	$\beta$ -エンドスルファン	2277	<b>241</b>	195			0.014	
	エンドスルファンスルフェート	2362	274	<b>272</b>			0.004	
エンドリン	エンドリン	2255	317	<b>263</b>	245		0.005	
オキサジアゾン	オキサジアゾン	2187	344	<b>258</b>	<b>175</b>		0.001	
オキシフルオルフェン	オキシフルオルフェン	2197	<b>361</b>	<b>252</b>			0.004	
カルボキシシ	カルボキシシ	2211	235	<b>143</b>	87		0.002	
キノキシフェン	キノキシフェン	2353	307	<b>237</b>			0.001	
キントゼン	キントゼン	1764	249	<b>237</b>			0.003	
クレソキシムメチル	クレソキシムメチル	2203	<b>206</b>	132	<b>116</b>		0.002	
クロルデン	cis-クロルデン	2148	375	<b>373</b>			0.001	
	trans-クロルデン	2121	375	<b>373</b>			0.001	
	オキシクロルデン	2071	389	<b>387</b>			0.006	
	クロルピリホス	クロルピリホス	1980	316	<b>314</b>		0.004	
クロルピリホスメチル	クロルピリホスメチル	1885	288	<b>286</b>		0.0003		
クロルフェナピル	クロルフェナピル	2221	406	247	<b>59</b>		0.002	
クロルフェンビンホス	(E)-クロルフェンビンホス	2046	<b>323</b>	<b>267</b>			0.009	
	(Z)-クロルフェンビンホス	2069	<b>323</b>	<b>267</b>			0.003	
クロロネブ	クロロネブ	1509	208	206	<b>193</b>	<b>191</b>	0.001	
クロロベンジレート	クロロベンジレート	2262	253	<b>251</b>	139		0.003	
ジコホール	ジコホール分解物(4,4'-ジクロロベンゾフェン)	2014	250	<b>139</b>			0.003	
ジスルホトン	ジスルホトン	1814	274	186	89	<b>88</b>	0.001	
シハロトリン	シハロトリン(異性体1)	2572	<b>197</b>	181			0.009	
	シハロトリン(異性体2)	2596	<b>197</b>	181			0.009	
ジフェニルアミン	ジフェニルアミン	1634	<b>169</b>	168	167		0.0004	
ジフェノコナゾール	ジフェノコナゾール(異性体1)	3019	<b>323</b>	265			0.009	
	ジフェノコナゾール(異性体2)	3027	<b>323</b>	265			0.007	
シフルトリン	シフルトリン(異性体1)	2777	226	<b>206</b>			0.034	
	シフルトリン(異性体2)	2791	226	<b>206</b>			0.029	
	シフルトリン(異性体3)	2799	226	<b>206</b>			0.042	
	シフルトリン(異性体4)	2805	226	<b>206</b>			0.050	
ジフルフェニカン	ジフルフェニカン	2396	394	<b>266</b>			0.0002	
シプロコナゾール	シプロコナゾール(異性体1)	2238	224	<b>222</b>			0.008	
	シプロコナゾール(異性体2)	2240	224	<b>222</b>			0.006	
シベルメトリン	シベルメトリン(異性体1)	2823	165	<b>163</b>	127		0.039	
	シベルメトリン(異性体2)	2837	165	<b>163</b>	127		0.025	
	シベルメトリン(異性体3)	2845	165	<b>163</b>	127		0.041	
	シベルメトリン(異性体4)	2850	165	<b>163</b>	127		0.034	
シマジン	シマジン	1748	<b>201</b>	186			0.003	
スピロキサミン	スピロキサミン(異性体1)	1896	198	101	<b>100</b>		0.002	
	スピロキサミン(異性体2)	1948	198	101	<b>100</b>		0.001	
ダイアジノン	ダイアジノン	1791	304	<b>179</b>			0.004	
チオベンカルブ	チオベンカルブ	1985	257	<b>100</b>			0.001	
チオメトン	チオメトン	1724	125	<b>88</b>			0.002	
アルドリン及びディルドリン	ディルドリン	2208	277	<b>263</b>			0.010	

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)
テトラクロロピンホス	(Z)-テトラクロロピンホス	2121	331	<b>329</b>	109		0.002
テブコナゾール	テブコナゾール	2398		<b>250</b>	125		0.005
テフルトリン	テフルトリン	1816		197	<b>177</b>		0.0004
デルタメトリン及びトラロメトリン	デルタメトリン(異性体1)	3029		<b>253</b>	<b>181</b>		0.417
	デルタメトリン(異性体2)	3059		<b>253</b>	<b>181</b>		0.008
テルブトリン	テルブトリン	1944		241	<b>226</b>		0.001
テルブホス	テルブホス	1781		<b>231</b>	153		0.002
トリアジメノール	トリアジメノール	2095		<b>168</b>	112		0.010
トリアジメホン	トリアジメホン	1999		210	<b>208</b>	181	0.010
トリアゾホス	トリアゾホス	2310		177	<b>172</b>	<b>161</b>	0.014
トリアレート	トリアレート	1827		270	<b>268</b>	143	0.003
トリフルラリン	トリフルラリン	1661		<b>306</b>	264		0.001
パラチオン	パラチオン	1996		<b>291</b>	139	87	0.004
パラチオンメチル	パラチオンメチル	1899		<b>263</b>	109		0.002
ピオレスメトリン	ピオレスメトリン(異性体1)	2401		<b>171</b>	<b>123</b>		0.223
	ピオレスメトリン(異性体2)	2413		<b>171</b>	<b>123</b>		0.005
ピコリナフェン	ピコリナフェン	2477		<b>376</b>	238		0.001
ピテルタノール	ピテルタノール(異性体1)	2700		171	<b>170</b>	168	0.0004
	ピテルタノール(異性体2)	2714		171	<b>170</b>	168	0.002
ピフェントリン	ピフェントリン	2471		<b>181</b>	166	165	0.001
ピベロニルブトキシド	ピベロニルブトキシド	2407		177	<b>176</b>	149	0.001
ピラクロホス	ピラクロホス	2664		362	<b>360</b>		0.004
ピリダベン	ピリダベン	2732		309	<b>147</b>		0.004
ピリプロキシフェン	ピリプロキシフェン	2578		226	<b>136</b>	78	0.002
ピリミカルブ	ピリミカルブ	1839		238	<b>166</b>	72	0.001
ピリミホスメチル	ピリミホスメチル	1941		305	<b>290</b>		0.001
ピレトリン	ピレトリン I	2297		<b>162</b>	133	<b>123</b>	0.154
	ピレトリン II	2629		167	<b>161</b>	<b>160</b>	107
ピンクロゾリン	ピンクロゾリン	1890		287	<b>285</b>	212	0.002
ファミフル	ファミフル	2334		<b>218</b>	217		0.005
フィプロニル	フィプロニル	2049		369	<b>367</b>	351	213
フェナミホス	フェナミホス	2152		<b>303</b>	288	154	0.009
フェナリモル	フェナリモル	2631		251	<b>219</b>		0.007
フェントロチオン	フェントロチオン	1949		<b>277</b>	260		0.003
フェノキサプロップエチル	フェノキサプロップエチル	2667		<b>361</b>	288		0.003
フェノブカルブ	フェノブカルブ	1609		150	<b>121</b>		0.001
フェンチオン	フェンチオン	1990		279	<b>278</b>	169	0.001
フェンバレレート	フェンバレレート(異性体1)	2953		225	<b>167</b>		0.006
	フェンバレレート(異性体2)	2982		225	<b>167</b>		0.022
フェンブコナゾール	フェンブコナゾール	2776		<b>198</b>	129		0.004
フェンプロパトリン	フェンプロパトリン	2495		<b>181</b>	125		0.006
フェンプロピモルフ	フェンプロピモルフ	1991		303	129	<b>128</b>	0.001
ブプロフェジン	ブプロフェジン	2204		305	175	<b>172</b>	106
フルキンコナゾール	フルキンコナゾール	2723		375	342	<b>340</b>	0.001
フルジオキシニル	フルジオキシニル	2169		<b>248</b>	154		0.004
フルシトリネート	フルシトリネート(異性体1)	2847		<b>199</b>	157		0.011
	フルシトリネート(異性体2)	2874		<b>199</b>	157		0.017
フルシラゾール	フルシラゾール	2202		234	<b>233</b>	206	0.001
フルトラニル	フルトラニル	2162		<b>323</b>	281	<b>173</b>	0.003
フルリドン	フルリドン	2908		329	<b>328</b>		0.003
ブロクロラズ	ブロクロラズ	2738		310	<b>180</b>		0.014
プロシミドン	プロシミドン	2088		285	<b>283</b>		0.003
プロパニル	プロパニル	1879		217	<b>163</b>	<b>161</b>	0.013
プロバルギット	プロバルギット(異性体1及び2)	2402		<b>350</b>	173	<b>135</b>	0.014
プロピコナゾール	プロピコナゾール(異性体1)	2348		261	<b>259</b>		0.007
	プロピコナゾール(異性体2)	2362		261	<b>259</b>		0.006
プロピザミド	プロピザミド	1789		175	<b>173</b>		0.003
プロフェノホス	プロフェノホス	2186		339	<b>337</b>		0.004
プロベタンホス	プロベタンホス	1777		<b>194</b>	<b>138</b>		0.004
プロモプロピレート	プロモプロピレート	2487		343	<b>341</b>	339	0.005
ヘキサクロロベンゼン	ヘキサクロロベンゼン	1717		286	<b>284</b>		0.001
ヘブタクロル	ヘブタクロル	1920		337	274	<b>272</b>	0.001
	ヘブタクロルエボキシド	2072		<b>353</b>	351		0.001
ペルメトリン	ペルメトリン(異性体1)	2706		184	<b>183</b>		0.003
	ペルメトリン(異性体2)	2723		184	<b>183</b>		0.003
ペンコナゾール	ペンコナゾール	2064		<b>248</b>	159		0.003
ペンディメタリン	ペンディメタリン	2047		253	<b>252</b>		0.005

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)
ホスメット	ホスメット	2480	161	<b>160</b>			0.008
ホレート	ホレート	1700	<b>260</b>	231	75		0.010
マラチオン	マラチオン	1965	<b>173</b>	127	125		0.006
マイクロブタニル	マイクロブタニル	2198	<b>179</b>	150			0.006
メチダチオン	メチダチオン	2113	<b>145</b>	85			0.003
メキシクロール	メキシクロール	2491	228	<b>227</b>			0.002
メブレン	メブレン	2097	<b>191</b>	153	111	<b>73</b>	0.009
メラクロール	メラクロール	1977	238	<b>162</b>			0.002
リンデン(γ-BHC)	リンデン(γ-BHC)	1775	<b>219</b>	183	181		0.005

◎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、2~3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2μLをGC/MSに注入したときのS/N=10の値であり、各機関で求めた値の中で最も小さい値を示した。

◎本法に従って試験溶液を調製し、2μLをGC/MSに注入した場合、脂肪以外<sup>\*1</sup>では0.1ngが<sup>§</sup>、脂肪<sup>\*2</sup>では0.025ngが<sup>§</sup>試料中0.01ppmに相当する。

\*1 試料5g相当量を用いて試験溶液(最終液量1mL)を調製した場合。

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

(別表2)GC/MSによる農薬等の一斉試験法(畜水産物)

品目名	分析対象化合物名	保持指標	測定イオン(m/z)				測定限界 (ng)	
DDT	o,p'-DDT	2289	237	<b>235</b>			0.001	
	p,p'-DDD	2285	237	<b>235</b>			0.001	
	p,p'-DDE	2192	<b>318</b>	246			0.0005	
	p,p'-DDT	2367	237	<b>235</b>			0.001	
アジンホスメチル	アジンホスメチル	2570	<b>160</b>	132			0.006	
アセタミプリド	アセタミプリド	2458	<b>152</b>	<b>126</b>	90		0.022	
アセフェート	アセフェート	1436	<b>136</b>	94			0.003	
アゾキシストロピン	アゾキシストロピン	3083	388	345	<b>344</b>		0.002	
アトラジン	アトラジン	1755	215	<b>200</b>			0.001	
アラクロール	アラクロール	1899	237	<b>188</b>	160		0.001	
アルジカルブ	アルジカルブ分解物	897	<b>115</b>	100			0.012	
アルドキシカルブ	アルドキシカルブ分解物	1131	80	<b>68</b>			0.003	
アルドリン及びディルドリン	アルドリン	1993	<b>263</b>	261			0.003	
アレスリン	アレスリン(異性体1及び2)	2066	<b>136</b>	<b>123</b>			0.002	
	アレスリン(異性体3及び4)	2075	<b>136</b>	<b>123</b>			0.002	
イソフェンホス	イソフェンホス	2066	255	<b>213</b>	121		0.004	
	イソフェンホスオキソン	1998	<b>229</b>	201			0.003	
イソプロチオラン	イソプロチオラン	2175	<b>290</b>	231	<b>189</b>	<b>162</b>	118	0.002
イプロジオン	イプロジオン	2452	316	<b>314</b>			0.010	
イマザリル	イマザリル	2171	<b>215</b>	173			0.003	
フェンバレート	エスフェンバレート(異性体1)	2951	<b>419</b>	225	181	<b>167</b>	0.059	
	エスフェンバレート(異性体2)	2982	<b>419</b>	225	181	<b>167</b>	0.003	
エチオン	エチオン	2279	384	<b>231</b>	153		0.0004	
エトフメセート	エトフメセート	1951	286	<b>207</b>			0.002	
エトプロホス	エトプロホス	1640	<b>200</b>	<b>158</b>			0.006	
エンドスルファン	$\alpha$ -エンドスルファン	2150	243	<b>241</b>	170		0.012	
	$\beta$ -エンドスルファン	2277	<b>241</b>	195			0.014	
	エンドスルファンスルフェート	2362	274	<b>272</b>			0.004	
エンドリン	エンドリン	2255	317	<b>263</b>	245		0.005	
オキサジアゾン	オキサジアゾン	2187	344	<b>258</b>	<b>175</b>		0.001	
オキシフルオルフェン	オキシフルオルフェン	2197	<b>361</b>	<b>252</b>			0.004	
オメエート	オメエート	1596	110	<b>156</b>			0.005	
カルバリル	カルバリル	1912	<b>144</b>	115			0.001	
カルボキシ	カルボキシ	2211	235	<b>143</b>	87		0.002	
カルボフラン	カルボフラン	1742	221	<b>164</b>	149		0.001	
キノキシフェン	キノキシフェン	2353	307	<b>237</b>			0.001	
キントゼン	キントゼン	1764	249	<b>237</b>			0.003	
クレソキシムメチル	クレソキシムメチル	2203	<b>206</b>	132	<b>116</b>		0.002	
クロルデン	cis-クロルデン	2148	375	<b>373</b>			0.001	
	trans-クロルデン	2121	375	<b>373</b>			0.001	
	オキシクロルデン	2071	389	<b>387</b>			0.006	
クロルピリホス	クロルピリホス	1980	316	<b>314</b>			0.004	
クロルピリホスメチル	クロルピリホスメチル	1885	288	<b>286</b>			0.0003	
クロルフェナピル	クロルフェナピル	2221	406	247	<b>59</b>		0.002	
クロルフェンビンホス	(E)-クロルフェンビンホス	2046	<b>323</b>	<b>267</b>			0.009	
	(Z)-クロルフェンビンホス	2069	<b>323</b>	<b>267</b>			0.003	
クロロネブ	クロロネブ	1509	208	206	<b>193</b>	<b>191</b>	0.001	
クロロベンジレート	クロロベンジレート	2262	253	<b>251</b>	139		0.003	
ジコホール	ジコホール分解物(4,4'-ジクロロベンゾフェン)	2014	250	<b>139</b>			0.003	
ジスルホトン	ジスルホトン	1814	274	186	89	<b>88</b>	0.001	
シハロトリン	シハロトリン(異性体1)	2572	<b>197</b>	181			0.009	
	シハロトリン(異性体2)	2596	<b>197</b>	181			0.009	
ジフェニルアミン	ジフェニルアミン	1634	<b>169</b>	168	167		0.0004	
ジフェノコナゾール	ジフェノコナゾール(異性体1)	3019	<b>323</b>	265			0.009	
	ジフェノコナゾール(異性体2)	3027	<b>323</b>	265			0.007	
シフルトリン	シフルトリン(異性体1)	2777	226	<b>206</b>			0.034	
	シフルトリン(異性体2)	2791	226	<b>206</b>			0.029	
	シフルトリン(異性体3)	2799	226	<b>206</b>			0.042	
	シフルトリン(異性体4)	2805	226	<b>206</b>			0.050	
ジフルフェニカン	ジフルフェニカン	2396	394	<b>266</b>			0.0002	
シプロコナゾール	シプロコナゾール(異性体1)	2238	224	<b>222</b>			0.008	
	シプロコナゾール(異性体2)	2240	224	<b>222</b>			0.006	
シベルメトリン	シベルメトリン(異性体1)	2823	165	<b>163</b>	127		0.039	
	シベルメトリン(異性体2)	2837	165	<b>163</b>	127		0.025	
	シベルメトリン(異性体3)	2845	165	<b>163</b>	127		0.041	
	シベルメトリン(異性体4)	2850	165	<b>163</b>	127		0.034	
シマジン	シマジン	1748	<b>201</b>	186			0.003	
ジメトエート	ジメトエート	1733	125	93	<b>87</b>		0.005	

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)
スピロキサミン	スピロキサミン(異性体1)	1896	198	101	<b>100</b>			0.002
	スピロキサミン(異性体2)	1948	198	101	<b>100</b>			0.001
ダイアジノン	ダイアジノン	1791	304	<b>179</b>				0.004
チアベンダゾール	チアベンダゾール	2091	<b>201</b>	174				0.002
チオベンカルブ	チオベンカルブ	1985	257	<b>100</b>				0.001
チオメトン	チオメトン	1724	125	<b>88</b>				0.002
アルドリン及びディルドリン	ディルドリン	2208	277	<b>263</b>				0.010
テトラクロロルビンホス	(Z)-テトラクロロルビンホス	2121	331	<b>329</b>	109			0.002
テブコナゾール	テブコナゾール	2398	<b>250</b>	125				0.005
テフルトリン	テフルトリン	1816	197	<b>177</b>				0.0004
デルタメトリン及びトラロメトリン	デルタメトリン(異性体1)	3029	<b>253</b>	<b>181</b>				0.417
	デルタメトリン(異性体2)	3059	<b>253</b>	<b>181</b>				0.008
テルブトリン	テルブトリン	1944	241	<b>226</b>				0.001
テルブホス	テルブホス	1781	<b>231</b>	153				0.002
トリアジメノール	トリアジメノール	2095	<b>168</b>	112				0.010
トリアジメホン	トリアジメホン	1999	210	<b>208</b>	181			0.010
トリアゾホス	トリアゾホス	2310	177	<b>172</b>	<b>161</b>			0.014
トリアレート	トリアレート	1827	270	<b>268</b>	143			0.003
トリフルラリン	トリフルラリン	1661	<b>306</b>	264				0.001
ノルフルラジン	ノルフルラジン	2339	305	<b>303</b>	145			0.005
パラチオン	パラチオン	1996	<b>291</b>	139	87			0.004
パラチオンメチル	パラチオンメチル	1899	<b>263</b>	109				0.002
ピオレスメトリン	ピオレスメトリン(異性体1)	2401	<b>171</b>	<b>123</b>				0.223
	ピオレスメトリン(異性体2)	2413	<b>171</b>	<b>123</b>				0.005
ピコリナフェン	ピコリナフェン	2477	<b>376</b>	238				0.001
ピテルタノール	ピテルタノール(異性体1)	2700	171	<b>170</b>	168			0.0004
	ピテルタノール(異性体2)	2714	171	<b>170</b>	168			0.002
ピフェントリン	ピフェントリン	2471	<b>181</b>	166	165			0.001
ピペロニルブトキシド	ピペロニルブトキシド	2407	177	<b>176</b>	149			0.001
ピリダベン	ピリダベン	2732	309	<b>147</b>				0.004
ピリプロキシフェン	ピリプロキシフェン	2578	226	<b>136</b>	78			0.002
ピリミカルブ	ピリミカルブ	1839	238	<b>166</b>	72			0.001
ピリミホスメチル	ピリミホスメチル	1941	305	<b>290</b>				0.001
ピレトリン	ピレトリン I	2297	<b>162</b>	133	<b>123</b>			0.154
	ピレトリン II	2629	167	<b>161</b>	<b>160</b>	107		0.258
ピンクロソリン	ピンクロソリン	1890	287	<b>285</b>	212			0.002
ファミフル	ファミフル	2334	<b>218</b>	217				0.005
フィプロニル	フィプロニル	2049	369	<b>367</b>	351	213		0.002
フェナミホス	フェナミホス	2152	<b>303</b>	288	154			0.009
フェナリモル	フェナリモル	2631	251	<b>219</b>				0.007
フェニトロチオン	フェニトロチオン	1949	<b>277</b>	260				0.003
フェノキサプロップエチル	フェノキサプロップエチル	2667	<b>361</b>	288				0.003
フェノブカルブ	フェノブカルブ	1609	150	<b>121</b>				0.001
フェンチオン	フェンチオン	1990	279	<b>278</b>	169			0.001
フェンバレレート	フェンバレレート(異性体1)	2953	225	<b>167</b>				0.006
	フェンバレレート(異性体2)	2982	225	<b>167</b>				0.022
フェンブコナゾール	フェンブコナゾール	2776	<b>198</b>	129				0.004
フェンプロパトリン	フェンプロパトリン	2495	<b>181</b>	125				0.006
フェンプロピモルフ	フェンプロピモルフ	1991	303	129	<b>128</b>			0.001
ブプロフェジン	ブプロフェジン	2204	305	175	<b>172</b>	106		0.004
フルキンコナゾール	フルキンコナゾール	2723	375	342	<b>340</b>			0.001
フルジオキソニル	フルジオキソニル	2169	<b>248</b>	154				0.004
フルシトリネート	フルシトリネート(異性体1)	2847	<b>199</b>	157				0.011
	フルシトリネート(異性体2)	2874	<b>199</b>	157				0.017
フルシラゾール	フルシラゾール	2202	234	<b>233</b>	206			0.001
フルトラニル	フルトラニル	2162	<b>323</b>	281	<b>173</b>			0.003
フルトリアホール	フルトリアホール	2152	<b>219</b>	164				0.010
フルバリネート	フルバリネート(異性体1)	2966	252	<b>250</b>				0.004
	フルバリネート(異性体2)	2976	252	<b>250</b>				0.004
フルリドン	フルリドン	2908	329	<b>328</b>				0.003
ブロクロラズ	ブロクロラズ	2738	310	<b>180</b>				0.014
ブロシミドン	ブロシミドン	2088	285	<b>283</b>				0.003
プロバニル	プロバニル	1879	217	<b>163</b>	<b>161</b>			0.013
プロパルギット	プロパルギット(異性体1及び2)	2402	<b>350</b>	173	<b>135</b>			0.014
プロピコナゾール	プロピコナゾール(異性体1)	2348	261	<b>259</b>				0.007
	プロピコナゾール(異性体2)	2362	261	<b>259</b>				0.006
プロピザミド	プロピザミド	1789	175	<b>173</b>				0.003
プロフェノホス	プロフェノホス	2186	339	<b>337</b>				0.004

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)
プロペタンホス	プロペタンホス	1777	<b>194</b>	<b>138</b>			0.004
プロポキシル(プロボクスル)	プロポキシル(プロボクスル)	1612	152	<b>110</b>			0.002
プロモプロピレート	プロモプロピレート	2487	343	<b>341</b>	339		0.005
ヘキサジノン	ヘキサジノン	2381	172	<b>171</b>			0.005
ヘプタクロル	ヘプタクロル	1920	337	274	<b>272</b>		0.001
ヘプタクロル	ヘプタクロルエポキシド	2072	<b>353</b>	351			0.001
ベルメリン	ベルメリン(異性体1)	2706	184	<b>183</b>			0.003
	ベルメリン(異性体2)	2723	184	<b>183</b>			0.003
ペンコナゾール	ペンコナゾール	2064	<b>248</b>	159			0.003
ベンダイオカルブ	ベンダイオカルブ	1674	<b>166</b>	<b>151</b>			0.003
ベンディメタリン	ベンディメタリン	2047	253	<b>252</b>			0.005
ホスメット	ホスメット	2480	161	<b>160</b>			0.008
ホレート	ホレート	1700	<b>260</b>	231	75		0.010
マラチオン	マラチオン	1965	<b>173</b>	127	125		0.006
マイクロブタニル	マイクロブタニル	2198	<b>179</b>	150			0.006
メタミドホス	メタミドホス	1230	141	<b>94</b>			0.004
メタラキシル	メタラキシル	1916	<b>249</b>	234	<b>206</b>	132	0.006
メチダチオン	メチダチオン	2113	<b>145</b>	85			0.003
メキシクロール	メキシクロール	2491	228	<b>227</b>			0.002
メブレン	メブレン	2097	<b>191</b>	153	111	<b>73</b>	0.009
メラクロール	メラクロール	1977	238	<b>162</b>			0.002
メトリブジン	メトリブジン	1888	199	<b>198</b>	144		0.003
リンデン( $\gamma$ -BHC)	リンデン( $\gamma$ -BHC)	1775	<b>219</b>	183	181		0.005

◎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、2~3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 $\mu$ LをGC/MSIに注入したときのS/N=10の値であり、各機関で求めた値の中で最も小さい値を示した。

◎本法に従って試験溶液を調製し、2 $\mu$ LをGC/MSIに注入した場合\*1、0.1ngが試料中0.01ppmに相当する。

\*1 試料5g相当量を用いて試験溶液(最終液量1mL)を調製した場合。



## HPLCによる動物用医薬品等の一斉試験法 I (畜水産物)

### 1. 分析対象化合物

別表参照

### 2. 装置

多波長検出器付き高速液体クロマトグラフ (HPLC-DAD) 又は蛍光検出器付き高速液体クロマトグラフ (HPLC-FL) 又は液体クロマトグラフ・質量分析計 (LC/MS)

### 3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の2に示すものを用いる。

アセトニトリル 液体クロマトグラフ用に製造したもの。

水 液体クロマトグラフ用に製造したもの。

各動物用医薬品等標準品 各動物用医薬品等の純度が明らかなもの。

### 4. 試験溶液調製法

試料 5.00 g を量り採り、アセトニトリル 30 mL、アセトニトリル飽和 *n*-ヘキサン 20 mL 及び無水硫酸ナトリウム 10 g を加え、ホモジナイズした後、毎分 3,000 回転で5分間遠心分離し、有機層を採る。得られた有機層からアセトニトリル層を分取し、残った *n*-ヘキサン層を遠心分離した残留物に加え、さらにアセトニトリル 20 mL を加えて激しく振り混ぜた後、毎分 3,000 回転で5分間遠心分離する。*n*-ヘキサン層を捨て、得られたアセトニトリル層を合わせ、*n*-プロパノール 10 mL を加えて、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。残留物にアセトニトリル及び水 (4 : 6) 混液 1.0 mL を加えて溶かし、アセトニトリル飽和ヘキサン 0.5 mL を積層して、毎分 3,000 回転で5分間遠心分離し、アセトニトリル-水層を試験溶液とする。

### 5. 検量線の作成

各動物用医薬品等の標準品について、それぞれメタノール溶液を調製し、適切な濃度範囲の各動物用医薬品等を含むアセトニトリル及び水 (4 : 6) 混液溶液を数点調製する。それぞれ 10  $\mu$ L を HPLC に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

### 6. 定量

試験溶液 10  $\mu$ L を HPLC に注入し、5 の検量線で各動物用医薬品等の含量を求める。

### 7. 確認試験

LC/MS 又は LC/MS/MS により確認する。

### 8. 測定条件

検出器：別表参照

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径 3.0 mm、長さ 150 mm、粒子径 3  $\mu$ m

カラム温度：40°C

移動相：アセトニトリル及び 0.05% トリフルオロ酢酸混液 (1 : 99) から (1 : 0) まで

の濃度勾配を 35 分間で行い、(1 : 0) で 5 分間保持する。LC/MS において ESI(-) で測定する際には、0.05% トリフルオロ酢酸を 0.1% ギ酸に置き換える。

検出条件：別表参照

## 9. 定量限界

別表参照

## 10. 留意事項

### 1) 試験法の概要

各動物用医薬品等を試料からアセトニトリルで抽出し、脂質及び脂溶性夾雑物は *n*-ヘキサンで除き、水及び水溶性夾雑物は無水硫酸ナトリウムで除いた後、HPLC-DAD、HPLC-FL 又は LC/MS で測定する方法である。

### 2) 注意点

- ① 別表は本法を適用できる化合物を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。
- ② 本試験法は別表に示した全ての化合物の同時分析を保証したものではない。化合物同士の相互作用による分解等及び測定への干渉等のおそれがあるため、分析対象とする化合物の組み合わせにおいてあらかじめこれらの点を検証する必要がある。
- ③ 空気酸化、光分解を起こしやすい動物用医薬品等があるので、全操作は遮光下で迅速に行う。
- ④ 標準品がメタノールに溶けにくい場合は、少量の *N,N*-ジメチルホルムアミドに溶解後、メタノールで希釈する。
- ⑤ 濃縮し、溶媒を完全に除去する操作は、窒素気流を用いて穏やかに行う。
- ⑥ LC/MS 又は LC/MS/MS の感度によっては、試験溶液をさらに HPLC の移動相で希釈する。
- ⑦ 絶対検量線法により一定の真度及び精度が得られなくても、安定同位体を用いた内標準法、標準添加法により補正できる場合がある。
- ⑧ 定量限界は、使用する機器、試験溶液の濃縮倍率及び試験溶液注入量により異なるので、必要に応じて最適条件を検討する。

## 11. 参考文献

- 1) 村山三徳ら，食衛誌，32，155-160（1991）
- 2) 厚生労働省監修「食品衛生検査指針（動物用医薬品・飼料添加物編）」p.26-43，（社）日本食品衛生協会（2003）

## 12. 類型

C

(別表)HPLCによる動物用医薬品等の一斉試験法 I (畜水産物)

品目名	分析対象化合物名	測定波長 (nm)	測定イオン (m/z)	定量限界 (mg/kg)
アクロミド	アクロミド		199	0.5
アザペロン	アザペロン		328	0.01
2-アセチルアミノ-5-ニトロアゾール	2-アセチルアミノ-5-ニトロアゾール		186	0.01
アレスリン	アレスリン		303	0.01
アンプロリウム	アンプロリウム	245	243	0.01
エトパベート	エトパベート		238	0.01
エプリノメクチン	エプリノメクチンB1a		914	0.03
エマメクチン安息香酸	エマメクチンB1a		886	0.003
エリスロマイシン	エリスロマイシン		716	0.01
エンロフロキサシン	エンロフロキサシン		360	0.005
オキサシリン	オキサシリン		402	0.4
オキシリニック酸	オキシリニック酸	260	262	0.01
オフロキサシン	オフロキサシン		362	0.01
オラキンドックス	オラキンドックス	260	264	0.01
オルメプリム	オルメプリム	230	275	0.01
オレアンドマイシン	オレアンドマイシン		688	0.02
キシラジン	キシラジン		221	0.001
クレンブテロール	クレンブテロール		277	0.001
クロキサシリン	クロキサシリン		436	0.1
クロビドール	クロビドール	230	192	0.01
クロルスロン	クロルスロン		380	0.01
クロルヘキシジン	クロルヘキシジン		506	0.01
サラフロキサシン	サラフロキサシン		386	0.01
ジアベリジン	ジアベリジン		261	0.01
ジクラズリル	ジクラズリル	275	382	0.01
ジシクラニル	ジシクラニル		191	0.01
ジフルベンズロン	ジフルベンズロン		311	0.03
スルファキノキサリン	スルファキノキサリン	270	301	0.01
スルファグアニジン	スルファグアニジン		215	0.01
スルファクロルピリダジン	スルファクロルピリダジン		285	0.01
スルファジアジン	スルファジアジン		251	0.01
スルファジミジン	スルファジミジン	270	279	0.01
スルファジメトキシ	スルファジメトキシ	275	311	0.01
スルファセタミド	スルファセタミド		215	0.01
スルファチアゾール	スルファチアゾール		256	0.01
スルファドキシ	スルファドキシ		311	0.01
スルファニトラン	スルファニトラン		336	0.01
スルファピリジン	スルファピリジン		250	0.01
スルファベンズアミド	スルファベンズアミド		277	0.01
スルファメキサゾール	スルファメキサゾール		254	0.01
スルファメキシピリダジン	スルファメキシピリダジン		281	0.01
スルファメラジン	スルファメラジン	270	265	0.01
スルファモノメトキシ	スルファモノメトキシ	275	281	0.01
タイロシン	タイロシン		916	0.01
ダノフロキサシン	ダノフロキサシン		358	0.01
チアベンダゾール	チアベンダゾール	300	202	0.01
	5-ヒドロキシチアベンダゾール	300	218	0.01
チアムリン	チアムリン		494	0.01
チアンフェニコール	チアンフェニコール	225	354*	0.01
チルミコシン	チルミコシン	235	870	0.01
デキサメタゾン	デキサメタゾン		393	0.01
テメホス	テメホス		467	0.05
トリクロルホン	トリクロルホン		258	0.1
トリベレナミン	トリベレナミン		256	0.002-0.02
トリメプリム	トリメプリム	230	291	0.01
トルフェナム酸	トルフェナム酸		261	0.005
酢酸トレンボロン	$\alpha$ -トレンボロン(肝臓)	340	271	0.001
	$\beta$ -トレンボロン(筋肉)	340	271	0.001
ナフシリン	ナフシリン		447	0.005
ナリジクス酸	ナリジクス酸	260	233	0.01
ニトロキシニル	ニトロキシニル		291	0.05
ハロフジノン	ハロフジノン	245		0.01
ナイカルバジン	N,N'-ビス(4-ニトロフェニル)ウレア	350	303	0.01
ヒドロコルチゾン	ヒドロコルチゾン		405	0.01
ピランテル	ピランテル		207	0.01
ピリメタミン	ピリメタミン	230	249	0.01
ファミール	ファミール		326	0.02

品目名	分析対象化合物名	測定波長 (nm)	測定イオン (m/z)	定量限界 (mg/kg)
フェノキシメチルペニシリン	フェノキシメチルペニシリン		383	0.02
フェノブカルブ	フェノブカルブ		208	0.01
フルニキシシ	フルニキシシ		297	0.005
フルベンダゾール	フルベンダゾール	315	314	0.01
プレドニゾロン	プレドニゾロン		361	0.002
プロチゾラム	プロチゾラム		395	0.0005
5-プロピルスルホニル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン	5-プロピルスルホニル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン	300	240	0.01
フロルフェニコール	フロルフェニコール		356	0.01
マルボフロキサシン	マルボフロキサシン		363	0.01
ミロキサシン	ミロキサシン		264	0.01
メチルプレドニゾロン	メチルプレドニゾロン		375	0.01
メベンダゾール	メベンダゾール		296	0.01
モネンシン	モネンシン		679	0.001
モランテル	モランテル		221	0.01
ラサロシド	ラサロシド		613	0.01
リファキシミン	リファキシミン		786	0.01
リンコマイシン	リンコマイシン		407	0.02
レバミゾール	レバミゾール	220	205	0.01
ロベニジン	ロベニジン		334	0.01

◎化合物名の五十音順に示した。

◎測定波長は紫外分光光度型検出器又は多波長検出器付き高速液体クロマトグラフによるものを示す。

◎5-プロピルスルホニル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン及びチアベンダゾールについては蛍光検出器付き高速液体クロマトグラフ(em 300 nm、ex 370 nm)による測定も可能である。

◎測定イオンはLC/MSIによるもので、ESIポジティブ測定によるものを示す(\*チアフェニコールのみESIネガティブ測定)。

## HPLCによる動物用医薬品等の一斉試験法Ⅱ（畜水産物）

### 1. 分析対象化合物

別表参照

### 2. 装置

多波長検出器付き高速液体クロマトグラフ（HPLC-DAD）又は電気化学検出器付き高速液体クロマトグラフ（HPLC-ECD）又は液体クロマトグラフ・質量分析計（LC/MS）

### 3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の2に示すものを用いる。

アセトニトリル 液体クロマトグラフ用に製造したもの。

水 液体クロマトグラフ用に製造したもの。

メタノール 液体クロマトグラフ用に製造したもの。

リン酸緩衝液（pH3.0）

第1液：リン酸一カリウム 27.2 g を量り、水を加えて溶かして 1,000 mL とする。

第2液：リン酸 2.31 g を量り、水を加えて溶かして 100 mL とする。

第1液に第2液を加えて混和し、pHを 3.0 に調整する。

リン酸緩衝液（pH5.0）

第1液：リン酸一カリウム 27.2 g を量り、水を加えて溶かして 1,000 mL とする。

第2液：リン酸二カリウム 3.48 g を量り、水を加えて溶かして 100 mL とする。

第1液に第2液を加えて混和し、pHを 5.0 に調整する。

各動物用医薬品等標準品 各動物用医薬品等の純度が明らかなもの。

### 4. 試験溶液調製法

#### 1) 抽出

##### ① 筋肉、肝臓、腎臓、乳及びその他の食用部分の場合

試料 5.00 g を量り採り、95%アセトニトリル水溶液 30 mL を加え、ホモジナイズした後、毎分 2,500 回転で5分間遠心分離し、アセトニトリル層を採る。残留物に 95%アセトニトリル水溶液 30 mL を加えて激しく振り混ぜた後、上記と同様に遠心分離し、得られたアセトニトリル層を合わせる。

##### ② 脂肪の場合

試料 5.00 g を量り採り、95%アセトニトリル水溶液 30 mL 及び *n*-ヘキサン 30 mL を加え、ホモジナイズした後、毎分 2,500 回転で5分間遠心分離し、アセトニトリル層を採る。残留物及び *n*-ヘキサンの 95%アセトニトリル水溶液 30 mL を加えて激しく振り混ぜた後、上記と同様に遠心分離し、得られたアセトニトリル層を合わせる。

## 2) 精製

### ① 合成ケイ酸マグネシウムカラムクロマトグラフィー

内径 15 mm、長さ 300 mm のクロマトグラフ管に、カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム 8 g をアセトニトリルに懸濁したものを、カラムの上端に少量のアセトニトリルが残る程度までアセトニトリルを流出させる。このカラムにアセトニトリル 100 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに 1) で得られた溶液及びアセトニトリル 30 mL を順次注入し、溶出液を採る。これに *n*-ヘキサン 100 mL を加え、振とう機を用いて 3 分間激しく振り混ぜた後、静置し、アセトニトリル層を採り、40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。残留物にリン酸緩衝液 (pH5.0) 4 mL を加えて溶かし、水 6 mL を加える。

### ② オクタデシルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (360 mg) に、メタノール 10 mL、水 10 mL 及びリン酸緩衝液 (pH5.0) 2 mL を順次注入し、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、リン酸緩衝液 (pH5.0) 5 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに 40% メタノール水溶液 10 mL 及び 70% アセトニトリル水溶液 10 mL を順次注入し、溶出液をそれぞれ別に採り、40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。40% メタノール水溶液から得られた残留物に 5% メタノール水溶液 2.0 mL を加えて溶かし、70% アセトニトリル水溶液から得られた残留物に 35% メタノール水溶液 2.0 mL を加えて溶かし、それぞれを試験溶液とする。

## 5. 検量線の作成

各動物用医薬品等の標準品について、それぞれメタノール溶液を調製し、別表 C18 画分 A の動物用医薬品等については 5% メタノール水溶液、別表 C18 画分 B の動物用医薬品等については 35% メタノール水溶液で希釈して、適切な濃度範囲の検量線作成用標準溶液を数点調製する。それぞれ 200  $\mu$ L を HPLC に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

## 6. 定量

試験溶液 200  $\mu$ L を HPLC に注入し、5 の検量線で各動物用医薬品等の含量を求める。

## 7. 確認試験

LC/MS 又は LC/MS/MS により確認する。

## 8. 測定条件

検出器：別表参照

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径 4.6 mm、長さ 250 mm、粒子径 5  $\mu$ m

カラム温度：40°C

移動相

HPLC-DAD：アセトニトリル、水及びリン酸緩衝液 (pH3.0) 混液 (1 : 18 : 1) から (14 : 5 : 1) までの濃度勾配を 30 分間で行い、(14 : 5 : 1) で 10 分間保持する。

HPLC-ECD：アセトニトリル及び 0.085 mol/L リン酸一カリウム溶液 (2 : 3) 混液

検出条件：別表参照

## 9. 定量限界

別表参照

## 10. 留意事項

### 1) 試験法の概要

各動物用医薬品等を試料から 95%アセトニトリル水溶液で抽出し、合成ケイ酸マグネシウムカラムクロマトグラフィー、アセトニトリル/ヘキサン分配、さらに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により精製した後、HPLC-DAD 又は HPLC-ECD で測定する方法である。

### 2) 注意点

- ① 別表は本法を適用できる化合物を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。
- ② 本試験法は別表に示した全ての化合物の同時分析を保証したものではない。化合物同士の相互作用による分解等及び測定への干渉等のおそれがあるため、分析対象とする化合物の組み合わせにおいてあらかじめこれらの点を検証する必要がある。
- ③ 空気酸化、光分解を起こしやすい動物用医薬品等があるので、全操作は遮光下で迅速に行う。
- ④ 標準品がメタノールに溶けにくい場合は、少量の *N,N*-ジメチルホルムアミドに溶解後、メタノールで希釈する。
- ⑤ 濃縮し、溶媒を完全に除去する操作は、窒素気流を用いて穏やかに行う。
- ⑥ LC/MS 又は LC/MS/MS の感度によっては、試験溶液をさらに HPLC の移動相で希釈する。
- ⑦ 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により得られる二種類の試験溶液における、各農薬等の画分の目安を別表に示す。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムのロット、保存状態により、溶出挙動が変化する場合があるので、標準品を用いて確認する。
- ⑧ 定量限界は、使用する機器、試験溶液の濃縮倍率及び試験溶液注入量により異なるので、必要に応じて最適条件を検討する。

## 11. 参考文献

- 1) 寺田久屋ら, 名古屋市衛生研究所報, 35, 101-105 (1989)

## 12. 類型

C

(別表)HPLCによる動物用医薬品等の一斉試験法Ⅱ(畜水産物)

品目名	分析対象化合物名	測定波長 (nm)	C18画分	定量限界 (mg/kg)
エトパベート	エトパベート	280	A	0.01
オキシベンダゾール	オキシベンダゾール	300	B	0.01
オルメプリム	オルメプリム	280	A	0.01
クロサンテル	クロサンテル	230	B	0.05
クロピドール	クロピドール	280	A	0.01
酢酸メレンゲステロール	酢酸メレンゲステロール	300	B	0.001
ジクラズリル	ジクラズリル	300	B	0.01
スルファキノキサリン	スルファキノキサリン	270	A	0.002
スルファクロルピリダジン	スルファクロルピリダジン	270	A	0.002
スルファジアジン	スルファジアジン	270	A	0.002
スルファジミジン	スルファジミジン	270	A	0.002
スルファジメキシシ	スルファジメキシシ	270	A	0.002
スルファチアゾール	スルファチアゾール	270	A	0.002
スルファドキシシ	スルファドキシシ	270	A	0.002
スルファニトラン	スルファニトラン	270	A	0.002
スルファビリジン	スルファビリジン	270	A	0.002
スルファベンズアミド	スルファベンズアミド	270	A	0.002
スルファメキサゾール	スルファメキサゾール	270	A	0.002
スルファメキシピリダジン	スルファメキシピリダジン	270	A	0.002
スルファミラジン	スルファミラジン	270	A	0.002
スルファミノメキシシ	スルファミノメキシシ	270	A	0.002
ゼラノール	ゼラノール	*	B	0.0005
チアベンダゾール	チアベンダゾール	320	A	0.01
	5-ヒドロキシチアベンダゾール	320	A	0.01
チアンフェニコール	チアンフェニコール	230	A	0.01
トリメプリム	トリメプリム	280	A	0.01
酢酸トレンボロン	$\alpha$ -トレンボロン(肝臓)	350	B	0.0005
	$\beta$ -トレンボロン(筋肉)	350	B	0.0005
ノボビオシシ	ノボビオシシ	300	B	0.01
ナイカルバジン	N,N'-ビス(4-ニトロフェニル)ウレア	300	B	0.01
フルベンダゾール	フルベンダゾール	300	B	0.002
5-プロピルホルホル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン	5-プロピルホルホル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン	280	A	0.01
レバミゾール	レバミゾール	230	A	0.002

◎化合物名の五十音順に示した。

◎測定波長は紫外分光光度型検出器又は多波長検出器付き高速液体クロマトグラフによるものを示す。

◎ゼラノールについては、電気化学検出器付き高速液体クロマトグラフ(Eg 850 mV、E1 500 mV、E2 750 mV)で測定する。

◎C18画分のうち、Aは40%メタノール水画分、Bは70%アセトニトリル画分を示す。