

生食発1012第1号
平成29年10月12日

各〔都道府県知事
保健所設置市長
特別区長〕殿

厚生労働省大臣官房
生活衛生・食品安全審議官
(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）を別添のとおり改正することとしました。

改正の概要につきましては、下記のとおりですので、関係者への周知をお願いするとともに、その運用に遺漏なきようお願いいたします。

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、目次を別紙1のように改め、「ジクロベニル試験法（農産物）」を廃止し、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。

- ・エンロフロキサシン、オキシリニック酸、オフロキサシン、オルビフロキサシン、サラフロキサシン、ジフロキサシン、ダノフロキサシン、ナリジクス酸、ノルフロキサシン、フルメキン及びマルボフロキサシン試験法（はちみつ）
- ・ジクロベニル試験法（魚介類）
- ・ジクロベニル及びフルオピコリド試験法（農産物）
- ・フェントラザミド試験法（畜水産物）

- フルトラニル試験法（畜水産物）
- ベダプロフェン試験法（畜水産物）
- メチオカルブ試験法（農産物）

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

第3章 個別試験法

- ・BHC、 γ -BHC、DDT、アルドリン及びディルドリン、エタルフルラリン、エトリジアゾール、エンドリン、キントゼン、クロルデン、ジコホール、テクナゼン、テトラジホン、テフルトリン、トリフルラリン、ハルフェンプロックス、フェンプロパトリン、ヘキサクロロベンゼン、ヘプタクロル、ベンフルラリン並びにメトキシクロール試験法（農産物）
- ・2,4-D、2,4-DB及びクロプロップ試験法（農産物）
- ・2,4-D、2,4-DB及びクロプロップ試験法（畜水産物）
- ・2,2-DPA試験法（農産物）
- ・DCIP試験法（農産物）
- ・DBEDC試験法（農産物）
- ・EPN、アニロホス、イサゾホス、イプロベンホス、エチオン、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、クロルピリホスメチル、クロルフェンビンホス、シアノホス、ジスルホトン、ジメチルビンホス、ジメトエート、スルプロホス、ダイアジノン、チオメトン、テトラクロルビンホス、テルブホス、トリアゾホス、トリブホス、トルクロホスメチル、パラチオン、パラチオンメチル、ピペロホス、ピラクロホス、ピラゾホス、ピリダフェンチオン、ピリミホスメチル、フェナミホス、フェントロチオン、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、プロパホス、プロフェノホス、プロモホス、ベンスリド、ホキシム、ホサロン、ホスチアゼート、ホスファミドン、ホスメット、ホレート、マラチオン、メカルバム、メタクリホス、メチダチオン及びメビンホス試験法（農産物）
- ・EPTC試験法（農産物）
- ・MCPA及びジカンバ試験法（農産物）
- ・Seebachアミン試験法（農産物）
- ・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、デルタメトリン及びト

ラロメトリン、ビフェントリン、ピレトリン、フェンバレレート、フルシトリネート、フルバリネート並びにペルメトリン試験法（農産物）

- ・アザペロン試験法（畜水産物）
- ・アシベンゾラルSメチル試験法（農産物）
- ・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（農産物）
- ・アシュラム試験法（農産物）
- ・アセキノシル試験法（農産物）
- ・アセキノシル試験法（畜水産物）
- ・アセタミプリド試験法（農産物）
- ・アセタミプリド試験法（畜水産物）
- ・アセフェート、オメトエート及びメタミドホス試験法（農産物）
- ・アゾキシストロビン試験法（農産物）
- ・アゾキシストロビン、クミルロン及びシメコナゾール試験法（畜水産物）
- ・アゾシクロチン及びシヘキサチン試験法（農産物）
- ・アゾシクロチン及びシヘキサチン試験法（畜水産物）
- ・アニラジン試験法（農産物）
- ・アミスルブロム試験法（農産物）
- ・アミトラス試験法（農産物）
- ・アミトロール試験法（農産物）
- ・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（農産物）
- ・アラニカルブ試験法（農産物）
- ・アルジカルブ及びアルドキシカルブ、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、フェノブカルブ並びにベンダイオカルブ試験法（農産物）
- ・アルベンダゾール、オキシベンダゾール、チアベンダゾール、フルベンダゾール及びメベンダゾール試験法（畜水産物）
- ・アルベンダゾール及びチアベンダゾール試験法（畜水産物）
- ・アンプロリウム及びデコキネート試験法（畜水産物）
- ・イオドスルフロンメチル、エタメツルフロンメチル、エトキシスルフロン、シノスルフロン、スルホスルフロン、トリアスルフロン、ニコスルフロン、ピラゾスルフロンエチル、プリミスルフロンメチル、プロスルフロン及びリムスルフロン試験法（農産物）
- ・イソウロン、ジウロン、テブチウロン、トリフルムロン、フルオメツロン及びリニューロン試験法（農産物）
- ・イソチアニル及びプロスルホカルブ試験法（農産物）
- ・イソフェンホス試験法（農産物）
- ・イソメタミジウム試験法（畜水産物）
- ・イナベンフィド試験法（農産物）
- ・イプロジオン試験法（農産物）

- ・イベルメクチン、エプリノメクチン、ドラメクチン及びモキシデクチン試験法（畜水産物）
- ・イマザピック、イマザピル、イマザモックスアンモニウム塩及びイマゼタピルアンモニウム塩試験法（農産物）
- ・イマザリル試験法（農産物）
- ・イマズスルフロン及びベンスルフロンメチル試験法（農産物）
- ・イミシアホス試験法（農産物）
- ・イミドカルブ試験法（畜水産物）
- ・イミノクタジン試験法（農産物）
- ・イミベンコナゾール試験法（農産物）
- ・インダノファン試験法（農産物）
- ・ウニコナゾールP試験法（農産物）
- ・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ィメタリン試験法（農産物）
- ・エチクロゼート試験法（農産物）
- ・エチプロール試験法（農産物）
- ・エチプロール試験法（水産物）
- ・エテホン試験法（農産物）
- ・エトキサゾール試験法（農産物）
- ・エトキシキン試験法（農産物）
- ・エトキシキン試験法（畜水産物）
- ・エトフェンプロックス試験法（農産物）
- ・エトベンザニド試験法（農産物）
- ・エマメクチン安息香酸塩試験法（農産物）
- ・塩酸ホルメタネート試験法（農産物）
- ・エンロフロキサシン、オキシリニック酸、オフロキサシン、オルビフロキサシン、サラフロキサシン、ジフロキサシン、ダノフロキサシン、ナリジクス酸、ノルフロキサシン及びフルメキン試験法（畜水産物）
- ・エンロフロキサシン、オキシリニック酸、オフロキサシン、オルビフロキサシン、サラフロキサシン、ジフロキサシン、ダノフロキサシン、ナリジクス酸、ノルフロキサシン、フルメキン及びマルボフロキサシン試験法（はちみつ）
- ・オキサジアルギル試験法（農産物）
- ・オキサジクロメホン及びフェノキサニル試験法（農産物）
- ・オキシテトラサイクリン試験法（農産物）
- ・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（畜水産物）
- ・オキスポコナゾールフマル酸塩試験法（農産物）
- ・オキシリニック酸試験法（農産物）
- ・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（畜水産物）
- ・オリサストロビン試験法（農産物）
- ・オルトフェニルフェノール及びジフェニル試験法（農産物）

- ・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、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（農産物）
- ・カフェンストロール試験法（畜水産物）
- ・カルタップ、ベンスルタップ及びチオシクラム試験法（農産物）
- ・カルプロパミド試験法（農産物）
- ・カルベンダジム、チオファネート、チオファネートメチル及びベノミル試験法（農産物及び畜水産物）
- ・カルボスルファン、カルボフラン、フラチオカルブ及びベンフラカルブ試験法（農産物）
- ・カンタキサチン試験法（畜水産物）
- ・キザロホップエチル試験法（農産物）
- ・キノメチオネート試験法（農産物）
- ・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（農産物）
- ・キャプタン及びクロロタロニル試験法（畜水産物）
- ・キンクロラック試験法（農産物）
- ・クミルロン試験法（農産物）
- ・クリスタルバイオレット、ブリリアントグリーン及びメチレンブルー試験法（畜水産物）
- ・グリチルリチン酸試験法（畜水産物）
- ・グリホサート試験法（農産物）
- ・グリホサート試験法（畜水産物）
- ・グルホシネート試験法（農産物）
- ・クレトジム試験法（農産物）
- ・クロサンテル試験法（畜水産物）
- ・クロジナホッププロパルギル試験法（農産物）
- ・クロチアニジン試験法（農産物）
- ・クロチアニジン試験法（畜産物）
- ・クロピラリド試験法（農産物）
- ・クロフェンテジン試験法（農産物）
- ・クロメプロップ試験法（畜水産物）
- ・クロラントラニリプロール試験法（農産物）
- ・クロリムロンエチル及びトリベヌロンメチル試験法（農産物）
- ・クロルスルフロロン及びメトスルフロロンメチル試験法（農産物）
- ・クロルフェナピル及びビフェノックス試験法（農産物）
- ・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（農産物）
- ・クロルメコート試験法（農産物）
- ・ゲンタマイシン試験法（畜水産物）
- ・酢酸イソ吉草酸タイロシン試験法（畜水産物）

- ・酸化フェンブタスズ試験法（農産物）
- ・酸化プロピレン試験法（農産物）
- ・シアゾファミド試験法（農産物）
- ・シアナジン試験法（農産物）
- ・ジアフェンチウロン試験法（農産物）
- ・シアン化水素試験法（農産物）
- ・シエノピラフェン試験法（農産物）
- ・ジクラズリル及びナイカルバジン試験法（畜水産物）
- ・シクロキシジム試験法（農産物）
- ・ジクロシメット試験法（農産物）
- ・シクロスルファミロン試験法（農産物）
- ・ジクロフルアニド及びトリルフルアニド試験法（農産物）
- ・~~ジクロベニル試験法（農産物）~~
- ・ジクロベニル試験法（魚介類）
- ・ジクロベニル及びフルオピコリド試験法（農産物）
- ・ジクロメジン試験法（農産物）
- ・ジクロルボス及びトリクロルホン試験法（農産物）
- ・ジクワット、パラコート及びメピコートクロリド試験法（農産物）
- ・ジチアノン試験法（農産物）
- ・ジチオカルバメート試験法（農産物及び畜水産物）
- ・ジチオピル及びチアゾピル試験法（農産物）
- ・ジニコナゾール試験法（農産物）
- ・ジニコナゾール試験法（畜水産物）
- ・ジノカップ試験法（農産物）
- ・ジノテフラン試験法（農産物）
- ・ジノテフラン試験法（畜産物）
- ・シハロホップブチル及びジメテナミド試験法（農産物）
- ・ジヒドロストレプトマイシン及びストレプトマイシン試験法（農産物）
- ・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（畜水産物）
- ・ジフェニルアミン試験法（農産物）
- ・ジフェンゾコート試験法（農産物）
- ・ジフルフェニカン試験法（農産物）
- ・シフルメトフェン試験法（農産物）
- ・シプロジニル試験法（農産物）
- ・ジメチピン試験法（農産物）
- ・ジメトモルフ試験法（農産物）
- ・ジメトモルフ試験法（畜水産物）
- ・シモキサニル試験法（農産物）
- ・臭素試験法（農産物）

- ・シラフルオフエン試験法（農産物）
- ・ジルパテロール試験法（畜産物）
- ・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（農産物）
- ・スピネトラム試験法（農産物）
- ・スピネトラム試験法（畜水産物）
- ・スピノサド試験法（農産物）
- ・スピノサド試験法（畜水産物）
- ・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）
- ・スピロメシフェン試験法（畜水産物）
- ・スルファキノキサリン、スルファジアジン、スルファジミジン、スルファジメトキシシ、スルファメトキサゾール、スルファメトキシピリダジン、スルファメラジン、スルファモノメトキシシ及びスルフイソゾール試験法（畜水産物）
- ・スルファジミジン試験法（畜水産物）
- ・セトキシジム試験法（農産物）
- ・セファゾリン、セファピリン、セファレキシン、セファロニウム、セフォペラゾン及びセフロキシム試験法（畜水産物）
- ・セフキノム試験法（畜水産物）
- ・セフチオフル試験法（畜水産物）
- ・ゼラノール試験法（畜水産物）
- ・ダイムロン試験法（農産物）
- ・ダゾメット、メタム及びメチルイソチオシアネート試験法（農産物）
- ・ターバシル試験法（農産物）
- ・チアジニル試験法（農産物）
- ・チオジカルブ及びメソミル試験法（農産物）
- ・チルミコシン試験法（畜水産物）
- ・ツラスロマイシン試験法（畜水産物）
- ・テクロフタラム試験法（農産物）
- ・デスメディファム試験法（農産物）
- ・テプラロキシジム試験法（農産物）
- ・テフリルトリオン及びメソトリオン試験法（農産物）
- ・テレフタル酸銅試験法（農産物）
- ・ドジン試験法（農産物）
- ・トリクラベンダゾール試験法（畜水産物）
- ・トリクラミド試験法（農産物）
- ・トリクロロ酢酸ナトリウム塩試験法（農産物）

- ・トリシクラゾール試験法（農産物）
- ・トリネキサパックエチル試験法（農産物）
- ・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）
- ・トルトラズリル試験法（畜水産物）
- ・トルフェンピラド試験法（農産物）
- ・1-ナフタレン酢酸試験法（農産物）
- ・鉛試験法（農産物）
- ・ニコチン試験法（農産物）
- ・ニテンピラム試験法（農産物）
- ・ノシヘプタイド試験法（畜水産物）
- ・ノバルロン試験法（農産物）
- ・バミドチオン試験法（農産物）
- ・バリダマイシン試験法（農産物）
- ・ハロスルフロンメチル試験法（畜水産物）
- ・ビオレスメトリン試験法（農産物）
- ・ピクロラム試験法（農産物）
- ・ビスピリバックナトリウム塩試験法（農産物）
- ・ヒ素試験法（農産物）
- ・ビフェナゼート試験法（農産物）
- ・ビフェナゼート試験法（畜産物）
- ・ヒメキサゾール試験法（農産物）
- ・ピメトロジン試験法（農産物）
- ・ピラクロストロビン試験法（農産物）
- ・ピラクロストロビン試験法（畜産物）
- ・ピラクロニル試験法（農産物）
- ・ピラゾキシフェン試験法（農産物）
- ・ピラフルフェンエチル試験法（農産物）
- ・ピリダベン試験法（農産物）
- ・ピリダリル試験法（農産物）
- ・ピリチオバックナトリウム塩試験法（農産物）
- ・ピリデート試験法（農産物）
- ・ピリフェノックス試験法（農産物）
- ・ピリフルキナゾン試験法（農産物）
- ・ピリミジフェン試験法（農産物）
- ・ピリミスルファン試験法（農産物）
- ・ピリメタニル試験法（農産物）
- ・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）
- ・フィプロニル試験法（農産物）
- ・フェノキサプロップエチル試験法（農産物）
- ・フェリムゾン試験法（水産物）
- ・フェンアミドン試験法（農産物）
- ・フェンアミドン試験法（畜産物）
- ・フェントラザミド試験法（農産物）
- ・フェントラザミド試験法（畜水産物）
- ・フェンピラザミン試験法（農産物）
- ・フェンピロキシメート試験法（農産物）
- ・フェンヘキサミド試験法（農産物）
- ・フェンヘキサミド試験法（畜水産物）
- ・フェンチン試験法（農産物）
- ・ブチレート試験法（農産物）
- ・プラジクアンテル試験法（畜水産物）
- ・フラメトピル試験法（農産物）
- ・フルアジナム試験法（農産物）
- ・フルアジホップブチル試験法（農産物）
- ・フルオピコリド試験法（農産物）
- ・フルオピコリド試験法（畜水産物）
- ・フルオルイミド試験法（農産物）
- ・フルカルバゾンナトリウム塩試験法（農産物）
- ・フルシラゾール試験法（農産物）
- ・フルシラゾール試験法（畜水産物）
- ・フルスルファミド試験法（農産物）
- ・フルセトスルフロン試験法（農産物）
- ・フルトラニル試験法（畜水産物）
- ・フルベンジアミド試験法（農産物）
- ・フルベンダゾール試験法（畜水産物）
- ・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）
- ・プロシミドン試験法（農産物）
- ・ブロディファコウム及びワルファリン試験法（畜水産物）
- ・フロニカミド試験法（農産物）
- ・フロニカミド試験法（畜産物）
- ・プロパモカルブ試験法（農産物）
- ・プロパモカルブ試験法（畜水産物）
- ・プロヒドロジャスモン試験法（農産物）

- ・プロヘキサジオンカルシウム塩試験法（農産物）
- ・ヘキシチアゾクス試験法（農産物）
- ・ベダプロフェン試験法（畜水産物）
- ・ペンシクロン試験法（農産物）
- ・ベンジルペニシリン試験法（畜水産物）
- ・ベンゾビシクロン試験法（農産物）
- ・ベンタゾン試験法（農産物）
- ・ベンチアバリカルブイソプロピル試験法（農産物）
- ・ペンチオピラド試験法（農産物）
- ・ペントキサゾン試験法（農産物）
- ・ベンフレセート試験法（農産物）
- ・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（農産物）
- ・マレイン酸ヒドラジド試験法（農産物）
- ・マンジプロパミド試験法（農産物）
- ・ミクロブタニル試験法（農産物）
- ・ミルベメクチン及びレピメクチン試験法（農産物）
- ・ミロサマイシン試験法（畜水産物）
- ・メタアルデヒド試験法（農産物）
- ・メタフルミゾン試験法（農産物）
- ・メタバズチアズロン試験法（農産物）
- ・メタミトロン試験法（農産物）
- ・メチオカルブ試験法（農産物）
- ・1-メチルシクロプロペン試験法（農産物）
- ・メトコナゾール試験法（農産物）
- ・メトプレン試験法（農産物）
- ・メトリブジン試験法（農産物）
- ・メパニピリム試験法（農産物）
- ・メベンダゾール試験法（畜水産物）
- ・モリネート試験法（農産物）
- ・ヨウ化メチル試験法（農産物）
- ・ラクトパミン試験法（畜水産物）
- ・ラフォキサニド試験法（畜水産物）
- ・リン化水素試験法（農産物）
- ・レバミゾール試験法（畜水産物）

(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
- ・ アルドリン、エンドリン及びディルドリン試験法
- ・ α -トレンボロン及び β -トレンボロン試験法
- ・ イプロニダゾール、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
- ・ オラキンドックス及びカルバドックス試験法
- ・ カプタホール試験法
- ・ 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
- ・ クロルスロン試験法
- ・ クロルプロマジン試験法
- ・ 酢酸メレンゲステロール試験法
- ・ ジエチルスチルベストロール試験法
- ・ ダミノジッド試験法
- ・ デキサメタゾン試験法
- ・ 二臭化エチレン試験法
- ・ ニトロフラゾン試験法
- ・ ニトロフラントイン、フラゾリドン及びフラルタドン試験法
- ・ パラチオン試験法
- ・ ブロチゾラム試験法
- ・ プロファム試験法
- ・ マラカイトグリーン試験法

エンロフロキサシン、オキシリニック酸、オフロキサシン、オルビフロキサシン、サラフロキサシン、ジフロキサシン、ダノフロキサシン、ナリジクス酸、ノルフロキサシン、フルメキン及びマルボフロキサシン試験法（はちみつ）

1. 分析対象化合物

農薬等の成分である物質	分析対象化合物
エンロフロキサシン	エンロフロキサシン、シプロフロキサシン
オキシリニック酸	オキシリニック酸
オフロキサシン	オフロキサシン
オルビフロキサシン	オルビフロキサシン
サラフロキサシン	サラフロキサシン
ジフロキサシン	ジフロキサシン
ダノフロキサシン	ダノフロキサシン
ナリジクス酸	ナリジクス酸
ノルフロキサシン	ノルフロキサシン
フルメキン	フルメキン
マルボフロキサシン	マルボフロキサシン

2. 適用食品

はちみつ

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。

4級アンモニウム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12～13 mmのポリエチレン製のカラム管に、4級アンモニウム塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体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。

エンロフロキサシン標準品 本品はエンロフロキサシン98%以上を含む。

シプロフロキサシン標準品 本品はシプロフロキサシン、塩酸シプロフロキサシン、又は塩酸シプロフロキサシン一水和物95%以上を含む。

オキシリニック酸標準品 本品はオキシリニック酸98%以上を含む。

オフロキサシン標準品 本品はオフロキサシン98%以上を含む。

オルビフロキサシン標準品 本品はオルビフロキサシン98%以上を含む。

サラフロキサシン標準品 本品はサラフロキサシン又は塩酸サラフロキサシン95%以上を含む。

ジフロキサシン標準品 本品はジフロキサシン又は塩酸ジフロキサシン98%以上

を含む。

ダノフロキサシン標準品 本品はダノフロキサシン又はメシル酸ダノフロキサシン98%以上を含む。

ナリジクス酸標準品 本品はナリジクス酸98%以上を含む。

ノルフロキサシン標準品 本品はノルフロキサシン98%以上を含む。

フルメキン標準品 本品はフルメキン98%以上を含む。

マルボフロキサシン標準品 本品はマルボフロキサシン98%以上を含む。

25 mmol/Lギ酸含有25 mmol/Lギ酸アンモニウム溶液 ギ酸1.15 g及びギ酸アンモニウム1.58 gに水を加えて1,000 mLとする。

25 mmol/Lギ酸含有25 mmol/Lギ酸アンモニウム・メタノール溶液 ギ酸1.15 g及びギ酸アンモニウム1.58 gにメタノールを加えて1,000 mLとする。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料5.00 gを量り採り、これに1 mol/Lアンモニア溶液20 mLを加え、10分間振とうした後、毎分3,000回転で10分間遠心分離し、上澄液を採る。

2) 精製

① 4級アンモニウム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

4級アンモニウム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5 mL及び1 mol/Lアンモニア溶液5 mLを順次注入し、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、さらに水10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで250 mmol/Lギ酸・メタノール溶液5 mLを注入し、溶出液を採る。

② 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、250 mmol/Lギ酸・メタノール溶液5 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、250 mmol/Lギ酸・メタノール溶液1 mLを注入し、全溶出液を採る。得られた溶出液を50 mmol/Lギ酸アンモニウム溶液を用いて正確に10 mLとしたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

各分析対象化合物の標準品をメタノールに溶解し、100 mg/Lの標準原液を調製する。各標準原液を適宜混合して50 mmol/Lギ酸アンモニウム溶液及び250 mmol/Lギ酸・メ

タノール溶液（2：3）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の濃度は各分析対象化合物について0.005 mg/Lである。

7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6. の検量線で各分析対象化合物の含量を求める。なお、エンロフロキサシンについては、その代謝物であるシプロフロキサシンとの和を分析値とする。

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3.0 mm、長さ150 mm、粒子径3 µm

カラム温度：40℃

移動相：A液及びB液について下表の濃度勾配で送液する。

A液：25 mmol/Lギ酸含有25 mmol/Lギ酸アンモニウム溶液

B液：25 mmol/Lギ酸含有25 mmol/Lギ酸アンモニウム・メタノール溶液

時間 (分)	A液 (%)	B液 (%)
0.0	80	20
5.0	80	20
20.0	65	35
25.0	20	80
30.0	0	100
35.0	0	100

イオン化モード：ESI (+)

主なイオン (m/z) :

エンロフロキサシン；プリカーサーイオン360、プロダクトイオン342、316

シプロフロキサシン；プリカーサーイオン332、プロダクトイオン314、231

オキシリニック酸；プリカーサーイオン262、プロダクトイオン244、216

オフロキサシン；プリカーサーイオン362、プロダクトイオン318、261

オルビフロキサシン；プリカーサーイオン396、プロダクトイオン378、352

サラフロキサシン；プリカーサーイオン386、プロダクトイオン368、299

ジフロキサシン；プリカーサーイオン400、プロダクトイオン382、299

ダノフロキサシン；プリカーサーイオン358、プロダクトイオン340、255

ナリジクス酸；プリカーサーイオン233、プロダクトイオン215、187
ノルフロキサシン；プリカーサーイオン320、プロダクトイオン302、276
フルメキン；プリカーサーイオン262、プロダクトイオン244、202
マルボフロキサシン；プリカーサーイオン363、プロダクトイオン345、72

注入量：10 μ L

保持時間の目安：

エンロフロキサシン 17分
シプロフロキサシン 16分
オキシリニック酸 25分
オフロキサシン 14分
オルビフロキサシン 18分
サラフロキサシン 20分
ジフロキサシン 19分
ダノフロキサシン 17分
ナリジクス酸 26分
ノルフロキサシン 15分
フルメキン 26分
マルボフロキサシン 12分

10. 定量限界

各分析対象化合物について0.01 mg/kg

11. 概要

エンロフロキサシン、シプロフロキサシン、オキシリニック酸、オフロキサシン、オルビフロキサシン、サラフロキサシン、ジフロキサシン、ダノフロキサシン、ナリジクス酸、ノルフロキサシン、フルメキン及びマルボフロキサシンをはちみつ試料から1 mol/Lアンモニア溶液で抽出し、4級アンモニウム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及びエチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラムをで精製し、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。

12. 参考

1) 各分析対象化合物の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。

エンロフロキサシン

定量イオン (m/z)：プリカーサーイオン360、プロダクトイオン342

定性イオン (m/z)：プリカーサーイオン360、プロダクトイオン316

シプロフロキサシン

定量イオン (m/z)	: プリカーサーイオン332、プロダクトイオン314
定性イオン (m/z)	: プリカーサーイオン332、プロダクトイオン231
オキシリニック酸	
定量イオン (m/z)	: プリカーサーイオン262、プロダクトイオン244
定性イオン (m/z)	: プリカーサーイオン262、プロダクトイオン216
オフロキサシン	
定量イオン (m/z)	: プリカーサーイオン362、プロダクトイオン318
定性イオン (m/z)	: プリカーサーイオン362、プロダクトイオン261
オルビフロキサシン	
定量イオン (m/z)	: プリカーサーイオン396、プロダクトイオン352
定性イオン (m/z)	: プリカーサーイオン396、プロダクトイオン378
サラフロキサシン	
定量イオン (m/z)	: プリカーサーイオン386、プロダクトイオン368
定性イオン (m/z)	: プリカーサーイオン386、プロダクトイオン299
ジフロキサシン	
定量イオン (m/z)	: プリカーサーイオン400、プロダクトイオン382
定性イオン (m/z)	: プリカーサーイオン400、プロダクトイオン299
ダノフロキサシン	
定量イオン (m/z)	: プリカーサーイオン358、プロダクトイオン340
定性イオン (m/z)	: プリカーサーイオン358、プロダクトイオン255
ナリジクス酸	
定量イオン (m/z)	: プリカーサーイオン233、プロダクトイオン215
定性イオン (m/z)	: プリカーサーイオン233、プロダクトイオン187
ノルフロキサシン	
定量イオン (m/z)	: プリカーサーイオン320、プロダクトイオン302
定性イオン (m/z)	: プリカーサーイオン320、プロダクトイオン276
フルメキン	
定量イオン (m/z)	: プリカーサーイオン262、プロダクトイオン202
定性イオン (m/z)	: プリカーサーイオン262、プロダクトイオン244
マルボフロキサシン	
定量イオン (m/z)	: プリカーサーイオン363、プロダクトイオン72
定性イオン (m/z)	: プリカーサーイオン363、プロダクトイオン345

2) 本試験法の分析対象化合物は、低濃度では検量線の直線性が低下する場合がある。その場合には、充填剤であるシリカゲル表面の金属不純物が少ない分析カラムを用いると良い。

3) 本試験法の分析対象化合物は、ガラスに吸着する可能性がある。その場合には、ポリプロピレン製の器具を用いると良い。

4) 本試験法の分析対象化合物は、光による分解を受けやすい化合物もあるため、試験溶液調製までの操作を出来るだけ迅速に行う必要がある。

5) 試験法開発時に検討した食品：はちみつ

13. 参考文献

なし

14. 類型

C

ジクロベニル試験法（水産物）

1. 分析対象化合物

ジクロベニル

2. 適用食品

水産物

3. 装置

ガスクロマトグラフ・質量分析計（GC-MS）又はガスクロマトグラフ・タンデム質量分析計（GC-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。

ジクロベニル標準品 本品はジクロベニル98%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料10.0 gを量り採り、*n*-ヘキサン25 mL及び*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル50 mL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、アセトニトリル層を採る。残留物と*n*-ヘキサン層に*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル25 mLを加え、ホモジナイズした後、毎分3,000回転で5分間遠心分離する。アセトニトリル層を先のアセトニトリル層に合わせ、正確に100 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1) 抽出で得られた溶液から正確に25 mLを分取して注入し、さらにアセトニトリル5 mLを注入して全溶出液を採り、40°C以下で4 mL以下に濃縮する。これに10 w/v%塩化ナトリウム溶液40 mLを加え、*n*-ヘキサン40 mL及び20 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以下で約2 mLに濃縮する。

② 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*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、さらに*n*-ヘキサン8 mLを注入して全溶出液を採り、40°C以下で約2 mLに濃縮した後、*n*-ヘキサンで正確に5 mLとしたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

ジクロベニル標準品の*n*-ヘキサン溶液を数点調製し、それぞれGC-MS又はGC-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0.005 mg/kgに相当する試験溶液中濃度は0.0025 mg/Lである。

7. 定量

試験溶液をGC-MS又はGC-MS/MSに注入し、6の検量線でジクロベニルの含量を求める。

8. 確認試験

GC-MS又はGC-MS/MSにより確認する。

9. 測定条件

(例)

カラム：5%フェニル-メチルシリコン 内径0.25 mm、長さ30 m、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 (イオン化エネルギー) : EI (70 eV)

主なイオン (m/z)

GC-MS : 173、171

GC-MS/MS : プリカーサーイオン 171、プロダクトイオン 136、100

注入量 : 1 μL

保持時間の目安 : 8分

10. 定量限界

0.005 mg/kg

11. 概要

ジクロベニルを試料から n -ヘキサン存在下アセトニトリルで抽出し、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、 n -ヘキサンに転溶する。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た後、GC-MS又はGC-MS/MSで定量及び確認する方法である。

12. 参考

1) ジクロベニルの GC-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) : 171

定性イオン (m/z) : 173

2) ジクロベニルの GC-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 171、プロダクトイオン 100

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 171、プロダクトイオン 136

3) 遠心分離後、アセトニトリル抽出液を採る際に試料残留物の混入が認められる場合には、アセトニトリル抽出液をろ紙でろ過すると良い。

4) 食品によっては、 n -ヘキサンへの転溶操作の際にエマルジョンが形成されることがある。その場合には、遠心分離 (3,000 回転、5 分間) を行い、 n -ヘキサン層を採ると良い。

5) ジクロベニルは蒸気圧が高く揮散しやすいため、穏かに濃縮し、乾固させないように十分注意する。

6) 試験法開発時に検討した食品：うなぎ、しじみ

13. 参考文献

なし

14. 類型

C

ジクロベニル及びフルオピコリド試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

ジクロベニル
2,6-ジクロロベンズアミド
フルオピコリド

2. 適用食品

果実及び野菜

3. 装置

ガスクロマトグラフ・質量分析計（GC-MS）
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。

ジクロベニル標準品 本品はジクロベニル 98%以上を含む。

2,6-ジクロロベンズアミド標準品 本品は 2,6-ジクロロベンズアミド 98%以上を含む。

フルオピコリド標準品 本品はフルオピコリド 98%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

果実及び野菜の場合は試料 20.0 g 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、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 40 mL を分取し、40℃以下で約 6 mL に濃縮する。これに 10 w/v%塩化ナトリウム溶液 30 mL を加え、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン（7：3）混液 30 mL ずつで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、ろ液に 2 w/v%ジエチレングリコール・アセトン溶液 0.5 mL を加えて 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 2 mL を加えて溶かす。

2) 精製

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1)で得られた溶液を注入し、さらにアセトニトリル 15 mL を注入して全溶出液を採り、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトンに溶かし正確に 2 mL としたものをジクロベニル及び 2,6-ジクロロベンズアミドの試験溶液とする。ジクロベニル及び 2,6-ジクロロベンズアミドの試験溶液から正確に 0.2 mL を分取し、水及びメタノール（1：1）混液を加えて正確に 1 mL としたものをフルオピコリドの試験溶液とする。

6. 検量線の作成

1) ジクロベニル及び 2,6-ジクロロベンズアミド

ジクロベニル及び 2,6-ジクロロベンズアミド標準品の 0.5 w/v% ジエチレングリコール・アセトン溶液を数点調製し、それぞれ 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。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 0.02 mg/L である。

2) フルオピコリド

フルオピコリド標準品の水及びメタノール (1 : 1) 混液の溶液を数点調製し、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 0.004 mg/L である。

7. 定量

1) ジクロベニル及び 2,6-ジクロロベンズアミド

ジクロベニル及び 2,6-ジクロロベンズアミドの試験溶液を GC-MS に注入し、6. 1) の検量線でジクロベニル及び 2,6-ジクロロベンズアミドの各含量を求める。

2,6-ジクロロベンズアミドを含むジクロベニルの含量を求める場合には、次式により求める。

ジクロベニル (2,6-ジクロロベンズアミドを含む。) の含量 = $A + B \times 0.9052$

A : ジクロベニルの含量 (ppm)

B : 2,6-ジクロロベンズアミドの含量 (ppm)

2) フルオピコリド

フルオピコリドの試験溶液を LC-MS/MS に注入し、6. 2) の検量線でフルオピコリドの含量を求める。

8. 確認試験

GC-MS 又は LC-MS/MS により確認する。

9. 測定条件

(例)

1) GC-MS

カラム : 50%フェニル-メチルシリコン 内径 0.25 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25 μ m

カラム温度 : 50°C (1分) - 20°C/分 - 300°C (12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 (イオン化エネルギー) : EI (70 eV)

主なイオン (m/z)

ジクロベニル : 173、171

2,6-ジクロロベンズアミド : 175、173

注入量 : 1 μ L

保持時間の目安

ジクロベニル : 8分

2,6-ジクロロベンズアミド : 11分

2) LC-MS/MS

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 3.5 μ m

カラム温度 : 40°C

移動相 : 0.1 vol%ギ酸及び 5mmol/L 酢酸アンモニウム・メタノール溶液の混液 (9 : 1)

から (1 : 9) までの濃度勾配を 14 分間で行う。

イオン化モード : ESI (+)

主なイオン (m/z)

フルオピコリド : プリカーサーイオン 383、プロダクトイオン 365、173、
プリカーサーイオン 385、プロダクトイオン 175

注入量 : 5 μ L

保持時間の目安 : フルオピコリド 13 分

10. 定量限界

各化合物 0.01 mg/kg

11. 概要

ジクロベニル、2,6-ジクロロベンズアミド及びフルオピコリドを試料からアセトンで抽出し、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン (7 : 3) 混液に転溶する。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で精製した後、ジクロベニル及び 2,6-ジクロロベンズアミドは GC-MS で定量及び確認し、フルオピコリドは LC-MS/MS で定量及び確認する方法である。なお、各化合物について定量を行い、2,6-ジクロロベンズアミドを含むジクロベニルの含量を求める場合には、2,6-ジクロロベンズアミドの含量に換算係数を乗じてジクロベニルの含量に変換し、これらの和をジクロベニルの分析値とする。

12. 注意点

1) ジクロベニルは濃縮時に揮散しやすいため、濃縮時にキーパーとしてジエチレングリコールを加える。減圧濃縮時には乾固させないように充分注意する。アセトン抽出液の濃縮の際は、試料中の水分がキーパーとして働くと考えられるが、過剰に濃縮するとジクロベニルが揮散する可能性がある。また、キーパー存在下であっても、窒素気流を強く吹きつけたり、溶媒が概ね除去されてからも窒素気流吹きつけを続けるとジクロベニルが揮散することがあるため、注意する。

2) GC-MS 測定において、試験溶液中に残存するジエチレングリコールが定量値に影響を及ぼす可能性がある。このため、検量線の作成に用いる標準液に、試験溶液と同等の濃度となるようジエチレングリコールを添加する。

3) フルオピコリドについても GC-MS で定量しても良い。ただし、食品によっては定量値が真値より高くなる可能性があるため、マトリックスの影響を確認した上で実施する。また、2,6-ジクロロベンズアミドを LC-MS/MS で定量及び確認することも可能である。

4) 各化合物をガスクロマトグラフ・タンデム型質量分析計 (GC-MS/MS) で定量することも可能である。

5) 各化合物の測定で、試験法開発時に使用したイオンを以下に示す。

GC-MS

ジクロベニル

定量イオン (m/z) : 171、定性イオン (m/z) : 173

2,6-ジクロロベンズアミド

定量イオン (m/z) : 173、定性イオン (m/z) : 175

フルオピコリド (保持時間の目安 : 14 分)

定量イオン (m/z) : 347、定性イオン (m/z) : 209

GC-MS/MS

ジクロベニル

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 171、プロダクトイオン 100

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 171、プロダクトイオン 136

2,6-ジクロロベンズアミド

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 189、プロダクトイオン 173

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 173、プロダクトイオン 145

フルオピコリド (保持時間の目安 : 14分)

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 209、プロダクトイオン 182

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 347、プロダクトイオン 172

LC-MS/MS

2,6-ジクロロベンズアミド (保持時間の目安 : 6分)

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 190、プロダクトイオン 173

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 190、プロダクトイオン 145、109

フルオピコリド

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 383、プロダクトイオン 173

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 385、プロダクトイオン 175

プリカーサーイオン 383、プロダクトイオン 365

6) 試験法開発時に検討した食品 : ばれいしょ、キャベツ、ほうれんそう、りんご及びぶどう

13. 参考文献

農薬残留分析法研究班編「最新 農薬の残留分析法 (改訂版)」ジクロベニル、p.278-280、中央法規出版 (2006)

14. 類型

C

フェントラザミド試験法（畜水産物）

1. 分析対象化合物

フェントラザミド

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。

フェントラザミド標準品 本品はフェントラザミド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、鶏卵及び魚介類の場合

試料を正確に量り、重量比で3/10量のリン酸を加え磨砕均一化した後、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4 mLを分取し、水16 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量のリン酸を加え磨砕均一化した後、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8 mLを分取し、水20 mLを加える。

③ はちみつの場合

試料10.0 gに1.5 mol/Lリン酸20 mLを加え溶解する。これにアセトン100 mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン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、水16 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、アセトニトリル及び水各

5 mLを順次注入し、流出液は捨てる。グラファイトカーボンミニカラム (500 mg) に、アセトニトリル及び水各5 mLを順次注入し、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、さらにアセトニトリル及び水 (2 : 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、アセトニトリル及び水 (7 : 3) 混液10 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を除去した後、グラファイトカーボンミニカラムにアセトニトリル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及び水 (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

フェントラザミド標準品のアセトニトリル及び水 (1 : 1) 混液の溶液を数点調製し、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0.001 mg/Lである。

7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6. の検量線でフェントラザミドの含量を求める。

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 : アセトニトリル及び2 mmol/L酢酸アンモニウム溶液 (1 : 9) から (9 : 1) までの濃度勾配を5分間で行い、(9 : 1) で5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 350、プロダクトイオン 197、154

注入量 : 5 µL

保持時間の目安 : 9分

10. 定量限界

0.01 mg/kg

11. 概要

フェントラザミドを試料からリン酸酸性下アセトンで抽出し、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。

12. 参考

1) フェントラザミドは肝臓などの試料中で分解されやすいためpHを十分に下げ、酵素を失活させる必要がある。

2) フェントラザミドの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 350、プロダクトイオン 154

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 350、プロダクトイオン 197

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

13. 参考文献

なし

14. 類型

C

フルトラニル試験法（畜産物）

1. 分析対象化合物

フルトラニル

α, α, α -トリフルオロ-3'-ヒドロキシ-*o*-トルアニリド（以下「代謝物M4」という。遊離体、グルクロン酸抱合体及び硫酸抱合体を含む。）

2. 対象食品

畜産物（はちみつを除く）

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。

フルトラニル標準品 本品はフルトラニル98%以上を含む。

代謝物M4標準品 本品は代謝物M4 98%以上を含む。

α, α, α -トリフルオロ-*o*-トルイル酸標準品 本品は α, α, α -トリフルオロ-*o*-トルイル酸98%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 筋肉、肝臓、腎臓、乳及び卵の場合

2) 加水分解から実施する。

② 脂肪の場合

試料 10.0 g に *n*-ヘキサン 50 mL、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル 50 mL 及び無水硫酸ナトリウム 20 g を加えて、ホモジナイズした後、毎分 3,000 回転で 5 分間遠心分離し、アセトニトリル層を採り、*n*-ヘキサン層は捨てる。残留物に *n*-ヘキサン 50 mL 及び *n*-ヘキサン飽和アセトニトリル 50 mL を加えホモジナイズした後、上記と同様に遠心分離する。アセトニトリル層を採り、先のアセトニトリル層と合わせ、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。

2) 加水分解

① 筋肉、肝臓、腎臓、乳及び卵の場合

試料10.0 gをポリテトラフルオロエチレン（polytetrafluoroethylene: PTFE）製容器に採り、50 w/w%水酸化ナトリウム溶液10 mL（乳の場合は水酸化ナトリウム7

g) を加えて混合し、10分間放置した後、密栓して200°Cで6時間加熱する。反応後の容器を放冷して室温に戻した後、加水分解物をビーカーに採り攪拌する。先の容器を水10 mLで4回、30 vol% 硫酸20 mL、水10 mL、アセトン5 mLで順次洗浄し、加水分解物を攪拌しているビーカーに洗液を合わせ、試料を確実に溶解する。この溶液を酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：9）混液50 mL、次いで40 mLで2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：9）混液で正確に100 mLとする。

② 脂肪の場合

1) 抽出で得られた残留物にアセトン5 mLを加えて溶解して、PTFE製容器に移した後、窒素ガスを吹き付けて溶媒を除去する。これに、50 w/w%水酸化ナトリウム溶液10 mLを加えて10分間放置した後、密栓して200°Cで6時間加熱する。反応後の容器を放冷して室温に戻した後、加水分解物をビーカーに採り攪拌する。容器を水10 mLで4回、30 vol% 硫酸20 mL、水10 mL、アセトン5 mLで順次洗浄し、加水分解物を攪拌しているビーカーに洗液を合わせる。この溶液を酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：9）混液50 mL及び40 mLで2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：9）混液で正確に100 mLとする。

3) 精製

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（500 mg）に、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：9）混液5 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに2) で得られた溶液から正確に10 mLを分取して注入した後、アセトン5 mL、メタノール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（1：99）混液10 mLを注入し、溶出液を採り、2 vol% ジエチレングリコール・アセトン溶液0.5 mLを加えて、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水（1：19）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

α, α, α -トリフルオロ-*o*-トルイル酸標準品のアセトニトリル及び水（1：19）混液の溶液を数点調製し、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（フルトラニル換算）に相当する試験溶液の濃度は、0.005 mg/L（フルトラニル換算）である。

7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6. の検量線で α, α, α -トリフルオロ-*o*-トルイル酸の含量を求め、次式により、フルトラニル（代謝物M4を含む）の含量を求め

る。

フルトラニル（代謝物M4を含む）の含量（ppm）＝ α, α, α -トリフルオロ-*o*-トルイル酸の含量（ppm）×1.701

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：アセトニトリル及び2 mmol/L酢酸アンモニウム溶液（1：19）混液

イオン化モード：ESI（－）

主なイオン（ m/z ）：プリカーサーイオン189、プロダクトイオン145、69

注入量：5 μL

保持時間の目安：5分

10. 定量限界

0.01 mg/kg（フルトラニル換算）

11. 概要

脂肪の場合は、フルトラニル及び代謝物M4を試料から*n*-ヘキサン存在下*n*-ヘキサン飽和アセトニトリルで抽出し抽出液を濃縮して乾固した後、筋肉、肝臓、腎臓、乳及び卵の場合はそのまま試料に水酸化ナトリウムを加えて、フルトラニル及び代謝物M4を、 α, α, α -トリフルオロ-*o*-トルイル酸に加水分解する。酢酸エチル及び*n*-ヘキサン混液に転溶し、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、 α, α, α -トリフルオロ-*o*-トルイル酸について定量を行い、 α, α, α -トリフルオロ-*o*-トルイル酸の含量に換算係数を乗じてフルトラニル（代謝物M4を含む）含量に変換したものを分析値とする。

12. 注意点

1）本法（筋肉等の方法）は、魚介類にも適用可能であるが、適用に当たっては規制対象化合物に留意すること。

2）加水分解操作については、フルトラニル標準品を用いて、加水分解が十分に行われていることを確認すること。

3) 5. 試験溶液の調製の2) 加水分解では、密閉された容器内で高濃度の水酸化ナトリウム溶液を高温条件で加熱する。加熱時に容器内の圧力が上昇して、内容物の漏出、容器の破損等により、分析者に危険が生じる可能性があるため、本操作はドラフト内等で行うことが望ましい。また、加熱時に内容物の漏出がある場合には、加水分解に使用する反応容器に75 mL程度以上の容量のものを使用すると良い。また、反応時には、容器の内部圧力の急激な上昇を避けるために、容器上部に冷却剤を載せると良い。

4) 5. 試験溶液の調製の2) 加水分解において、反応後の容器を放冷すると、筋肉、肝臓、うなぎの場合には、試料がゲル化することがある。また、加水分解後の加水分解物に30 vol%硫酸を加える際には、強アルカリと強酸の反応となり激しく発熱するため、溶液の温度には十分に注意する。このため、ゲル化した試料を確実に溶解するとともに、30 vol%硫酸を加える際の急激な温度上昇を避けるために、マグネチックスターラーを用いて加水分解物を攪拌しながら慎重に加える。

5) α, α, α -トリフルオロ-*o*-トルイル酸は揮散しやすいため、濃縮操作の際には、キーパーとして2 vol%ジエチレングリコール・アセトン溶液を加えてから、濃縮操作を行う。

6) α, α, α -トリフルオロ-*o*-トルイル酸の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189、プロダクトイオン145

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン189、プロダクトイオン69

7) 試験法開発時に検討した食品：牛の筋肉・脂肪・肝臓・乳、卵、うなぎ、しじみ

13. 参考文献

Independent laboratory validation of an analytical method for residues of flutolanil in milk, eggs, beef muscle and fat, rice grain, and peanut meat and hay, Report AU95R005, Analytical Development Corp, USA, 1998.

14. 類型

C

ベダプロフェン試験法（畜水産物）

1. 分析対象化合物

ベダプロフェン

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。

ベダプロフェン標準品 本品はベダプロフェン 98%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 筋肉、脂肪、肝臓、腎臓、魚介類、乳及び卵の場合

試料 10.0 g にアセトン 100 mL 及び 1 mol/L 塩酸 1 mL を加え、ホモジナイズした後、毎分 3,500 回転で 5 分間遠心分離し、上澄液を採る。残留物にアセトン 50 mL を加えてホモジナイズし、上記と同様に遠心分離し、上澄液を採る。得られた上澄液を合わせて 40℃以下で約 15 mL まで濃縮する。これに 5 w/v% 塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、酢酸エチル 100 mL 及び 50 mL で 2 回振とう抽出する。抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン及び *n*-ヘキサン（1 : 1）混液 20 mL を加えて溶かす。

② はちみつの場合

試料 10.0 g に水 10 mL を加えて溶かした後、アセトン 100 mL 及び 1 mol/L 塩酸 1 mL を加え、ホモジナイズした後、毎分 3,500 回転で 5 分間遠心分離し、上澄液を採る。残留物にアセトン 50 mL を加えてホモジナイズし、上記と同様に遠心分離し、上澄液を採る。得られた上澄液を合わせて 40℃以下で約 15 mL まで濃縮する。これに 5 w/v% 塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、酢酸エチル 100 mL 及び 50 mL で 2 回振とう抽出する。抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン及び *n*-ヘキサン（1 : 1）混液 20 mL を加えて溶かす。

2) 精製

弱塩基性陰イオン交換体ミニカラム (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) で得られた溶液を注入した後、アセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液 10 mL、アセトン 10 mL 及びメタノール 5 mL を順次注入し、流出液は捨てる。次いで酢酸及びメタノール (1 : 99) 混液 5 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 10 mL としたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

ベダプロフェン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 0.01 mg/L である。

7. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、6 の検量線でベダプロフェンの含量を求める。

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 3.5 µm

カラム温度 : 40°C

移動相 : アセトニトリル及び 2.5 mmol/L ギ酸 (3 : 2) 混液

イオン化モード : ESI (-)

主なイオン (*m/z*) : プリカーサーイオン 281、プロダクトイオン 237

プリカーサーイオン 237、プロダクトイオン 235

注入量 : 5 µL

保持時間の目安 : 11 分

10. 定量限界

0.01 mg/kg

11. 概要

ベダプロフェンを試料から塩酸酸性下でアセトン抽出し、酢酸エチルに転溶後、弱塩基性陰イオン交換体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。

12. 参考

1) ベダプロフェンの 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 281、プロダクトイオン 237

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 237、プロダクトイオン 235

2) LC-MS/MS による測定は、アイソクラティックで行うが、試料中の夾雑成分の影響を軽減するために、ベダプロフェンが溶出した後にアセトニトリル濃度を上げたグラジエント条件でカラムを洗浄することが望ましい。

3) 抽出後、残留物の溶解に用いるアセトン及び n -ヘキサン (1 : 1) 混液の液量が少量の場合では、脂肪分が多い試料では粘性が高くなり、弱塩基性陰イオン交換体ミニカラムを通過しにくくなるため 20 mL とした。

4) 遠心分離後の上澄液を採る際に、浮遊物等がある場合には綿栓ろ過を行うと良い。

5) 試験法開発時に検討した食品 : 馬の筋肉、牛の筋肉・脂肪・肝臓、さけ、うなぎ、しじみ、牛乳、鶏卵、はちみつ (そば蜜)

13. 参考文献

なし。

14. 類型

C

メチオカルブ試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

メチオカルブ

メチオカルブスルホキシド（以下「代謝物D」という。）

メチオカルブスルホン（以下「代謝物H」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。

メチオカルブ標準品 本品はメチオカルブ98%以上を含む。

代謝物D標準品 本品は代謝物D 98%以上を含む。

代謝物H標準品 本品は代謝物H 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、ギ酸0.1 mL及び10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、酢酸エチル100 mL及び50 mLで2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル10 mLを加えて溶かす。

② 果実及び野菜の場合

試料20.0 g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1 mLを分取し、ギ酸0.1 mL及び10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、酢酸エチル100 mL及び50 mLで2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル10 mLを加えて溶かす。

③ 茶の場合

試料5.00 gに水20 mLを加え、30分間放置する。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、アセトンで正確に200 mLとする。この溶液から正確に4 mLを分取し、ギ酸0.1 mL及び10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、酢酸エチル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。この残留物にアセトニトリル10 mLを加えて溶かす。

2) 精製

グラファイトカーボンミニカラム (250 mg) 及びアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (360 mg) にアセトニトリル各10 mLを注入し、流出液は捨てる。グラファイトカーボンミニカラムの下部にアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラムを連結し、1) 抽出で得られた溶液を注入した後、アセトニトリル10 mLを注入し、全溶出液を40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。

この残留物をアセトニトリル及び0.1 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

メチオカルブ標準品、代謝物D標準品及び代謝物H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0.1 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. の検量線でメチオカルブ、代謝物D及び代謝物Hの含量を求める。

代謝物D及び代謝物Hを含むメチオカルブの含量を求める場合には、次式により求める。

メチオカルブ (代謝物D及び代謝物Hを含む。) の含量 (ppm) = $A + (B \times 0.9337) + (C \times 0.8756)$

A : メチオカルブの含量 (ppm)

B : 代謝物Dの含量 (ppm)

C : 代謝物H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0.1 vol%ギ酸（1：9）から（7：3）までの濃度勾配を10分間で
で行い、（7：3）で3分間保持する。

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（ m/z ）

メチオカルブ：プリカーサーイオン 226、プロダクトイオン 169、121

代謝物D：プリカーサーイオン 242、プロダクトイオン 185、122

代謝物H：プリカーサーイオン 258、プロダクトイオン 201、122

注入量：4 µL

保持時間の目安

メチオカルブ：12分

代謝物D：7分

代謝物H：8分

10. 定量限界

各化合物0.01 mg/kg

11. 概要

メチオカルブ、代謝物D及び代謝物Hを試料からアセトン抽出し、ギ酸酸性下で酢酸エチルに転溶する。グラファイトカーボンミニカラムの下部にアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラムを連結したカラムで精製し、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。なお、メチオカルブ、代謝物D及び代謝物Hのそれぞれについて定量を行い、代謝物D及び代謝物Hを含むメチオカルブの含量を求める場合には、代謝物D及び代謝物Hの含量に換算係数を乗じてそれぞれメチオカルブの含量に変換し、これらの和を分析値とする。

12. 注意点

1) メチオカルブ及び各代謝物は濃縮操作時に乾固させると損失することがあるため、約1 mLまで濃縮した後、穏やかな窒素気流により乾固させる。

2) 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連結ミニカラム精製時、途中でカラムを乾燥させると代謝物Hの溶出率が落ちることがあるため、途中カラムを乾燥させないようにする。

3) 代謝物Hの標準溶液は低濃度域では不安定である。この現象はギ酸を添加することで抑えられるため、検量線作成用標準溶液の調製時にはギ酸を添加する必要がある。

4) メチオカルブ、代謝物D及び代謝物H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。

メチオカルブ

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 226、プロダクトイオン 169

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 226、プロダクトイオン 121

代謝物D

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 242、プロダクトイオン 185

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 242、プロダクトイオン 122

代謝物H

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 258、プロダクトイオン 201

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 258、プロダクトイオン 122

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、ほうれんそう、キャベツ、オレンジ、りんご、茶及びぶどう

13. 参考文献

厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知 食安発第0124001号「メチオカルブ試験法（農産物）」（平成17年1月24日）

14. 類型

C