

生食発1009第1号  
令和元年10月9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）を下記のとおり改正することとしました。

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

1. 目次を別紙1のとおり改め、以下に掲げる4つの試験法を「第3章 個別試験法」に別紙2のとおり追加すること。

- ・フィプロニル試験法（畜産物）
- ・フルフェナセット試験法（農産物）
- ・フルメトリン試験法（畜産物）
- ・ヘキシチアゾクス試験法（畜産物）

2. 「第3章 個別試験法」の「アミトロール試験法（農産物）」を別紙3に差し替えること。

## 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）
- ・ LC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅲ（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、 $\gamma$ -BHC、DDT、アルドリ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、アニコホス、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）
- ・ EPTC試験法（畜水産物）
- ・ MCPA及びジカンバ試験法（農産物）

- S e c ーブチルアミン試験法（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）
- アビラマイシン試験法（畜産物）
- アミスルブロム試験法（農産物）
- アミトラズ試験法（農産物）
- アミトラズ試験法（畜産物）
- 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）
- アルベンダゾール試験法（畜産物）
- 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）
- ・イプフェンカルバゾン試験法（農産物）
- ・イプフェンカルバゾン試験法（畜水産物）
- ・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）
- ・イミダクロプリド試験法（畜水産物）
- ・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（畜水産物）
- ・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）
- ・オキシ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）
- ・カルボキシシン試験法（農産物）
- ・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）
- ・カンタキサシン試験法（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（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ム、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ム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）
- ・テブ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）
- ・ドキシサイクリン試験法（畜水産物）
- ・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）
- ・トリクラベンダゾール試験法（畜産物）
- ・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）
- ・ナラシン試験法（畜産物）
- ・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）
- ・ノルフルラゾン試験法（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）
- ・ピラスルホトール試験法（農産物）



- ・ピラスルホトール試験法（畜水産物）
- ・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）
- ・フィプロニル試験法（畜産物）
- ・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）
- ・フェンチオン試験法（農産物）
- ・フェンチオン試験法（畜水産物）
- ・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）
- ・フルカルバジ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）
- ・フルチアニル試験法（農産物）
- ・フルトラニル試験法（畜水産物）
- ・**フルフェナセット試験法（農産物）**
- ・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）
- ・**フルメトリン試験法（畜産物）**
- ・プロクロラズ試験法（農産物）
- ・プロシミドン試験法（農産物）
- ・プロチオコナゾール試験法（畜産物）
- ・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）
- ・プロポキシカルバゾン試験法（農産物）
- ・プロポキシカルバゾン試験法（畜産物）
- ・フロルフェニコール試験法（畜水産物）
- ・ヘキサジノン試験法（畜産物）
- ・ヘキシチアゾクス試験法（農産物）
- ・**ヘキシチアゾクス試験法（畜産物）**
- ・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）
- ・ベントゾン試験法（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）
- ・ホスホマイシン試験法（畜水産物）

- ・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）
- ・メタゾスルフロン試験法（農産物）
- ・メタフルミゾン試験法（農産物）
- ・メタバンスチアズロン試験法（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
- ・  $\alpha$ -トレンボロン及び $\beta$ -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

## フィプロニル試験法（畜産物）

## 1. 分析対象化合物

フィプロニル

(±) -5-アミノ-1-(2,6-ジクロロ- $\alpha$ ,  $\alpha$ ,  $\alpha$ -トリフルオロ-*p*-トリル)-4-トリフルオロメチルスルホニルピラゾロール-3-カルボニトリル（以下「代謝物 B」という。）

## 2. 適用食品

畜産物

## 3. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）

## 4. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の 3 に示すものを用いる。

アルミナ（中性）ミニカラム（1,000mg） 内径 12~13mm のポリエチレン製のカラム管に、アルミナ（中性）1,000mg を充填したもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

10mmol/L ギ酸アンモニウム溶液（pH9） ギ酸アンモニウム 0.63g を量り採り水約 950 mL に溶解し、アンモニア水を用いて pH を 9 に調整した後、水を加えて 1 L とする。

フィプロニル標準品 本品はフィプロニル 98%以上を含む。

代謝物 B 標準品 本品は代謝物 B 98%以上を含む。

## 5. 試験溶液の調製

## 1) 抽出

試料 10.0g に *n*-ヘキサン飽和アセトニトリル 50mL、*n*-ヘキサン 50mL 及び酢酸 1 mL を加えてホモジナイズした後、無水硫酸ナトリウム 20g を加えてさらにホモジナイズする。毎分 3,000 回転で 5 分間遠心分離した後、*n*-ヘキサン層を捨て、アセトニトリル層を採る。残留物にアセトニトリル 50mL を加えて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、アセトニトリルを加えて正確に 100mL とする。この溶液から正確に 5 mL を分取し、40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に *n*-ヘキサン 2 mL を加えて溶かす。

## 2) 精製

アルミナ（中性）ミニカラム（1,000 mg）に *n*-ヘキサン 5 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、さらに *n*-ヘキサン 5 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、エタノール及び *n*-ヘキサン (1 : 19) 混液 15 mL を注入し、溶出液を採り、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトニトリル及び 10mmol/L ギ酸アンモニウム溶液 (pH 9) (4 : 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。

## 6. 検量線の作成

フィプロニル標準品及び代謝物 B 標準品をそれぞれアセトニトリルに溶か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 10mmol/L ギ酸アンモニウム溶液 (pH 9) (4 : 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 0.001mg/kg に相当する試験溶液中の濃度は 0.0005mg/L である。

## 7. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、6 の検量線でフィプロニル及び代謝物 B の含量を求める。次式により、代謝物 B を含むフィプロニルの含量を求める。

フィプロニル (代謝物 B を含む。) の含量 (ppm) =  $A + B \times 0.9647$

A : フィプロニルの含量 (ppm)

B : 代謝物 B の含量 (ppm)

## 8. 確認試験

LC-MS/MS により確認する。

## 9. 測定条件

(例)

カラム : オクタデシルシリル化シリカゲル 内径 3 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 10mmol/L ギ酸アンモニウム溶液 (pH 9) (4 : 1) 混液

イオン化モード : ESI (-)

主なイオン (*m/z*)

フィプロニル : プリカーサーイオン 435、プロダクトイオン 330

プリカーサーイオン 437、プロダクトイオン 332、 330

代謝物 B : プリカーサーイオン 451、プロダクトイオン 282

プリカーサーイオン 453、プロダクトイオン 284、 282

注入量 : 5  $\mu$  L

保持時間の目安

フィプロニル：3分

代謝物B：3分

## 10. 定量限界

各 0.001mg/kg (代謝物Bはフィプロニル換算)

## 11. 留意事項

### 1) 試験法の概要

フィプロニル及び代謝物Bを、酢酸酸性下、*n*-ヘキサン及び無水硫酸ナトリウム存在下、アセトニトリルで抽出する。アルミナ（中性）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、フィプロニル及び代謝物Bのそれぞれについて定量を行い、代謝物Bを含むフィプロニルの含量を求める場合には、代謝物Bの含量に換算係数を乗じてフィプロニル含量に変換し、これらの和を分析値とする。

### 2) 注意点

① フィプロニル及び代謝物B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。

#### ・フィプロニル

定量イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 435、プロダクトイオン 330

定性イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 437、プロダクトイオン 332

#### ・代謝物B

定量イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 451、プロダクトイオン 282

定性イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 453、プロダクトイオン 284

② 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

## 12. 参考文献

なし

## 13. 類型

C

## フルフェナセット試験法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

フルフェナセット

〔（4-フルオロフェニル）（1-メチルエチル）アミノ〕オキソ酢酸（以下「代謝物W」という。）

〔*N*-（4-フルオロフェニル）-*N*-（1-メチルエチル）アセトアミド〕-2-スルフィニル酢酸（以下「代謝物P 1」という。）

### 2. 適用食品

穀類、豆類、種実類及び野菜

### 3. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）

### 4. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

グラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム（500mg/500mg） 内径12~13mm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500mg充填したもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

フルフェナセット標準品 本品はフルフェナセット 98%以上を含む。

代謝物W標準品 本品は代謝物W 98%以上を含む。

代謝物P 1標準品 本品は代謝物P 1 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10.0gに水20mLを加え、30分放置する。これにメタノール100mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にメタノール50mLを加えて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、メタノールを加えて正確に200mLとする。この溶液から正確に20mLを分取し、40℃以下で約1mLまで濃縮する。残留物に0.1vol%ギ酸4mLを加える。

##### ② 果実及び野菜の場合

試料20.0gにメタノール100mLを加えてホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の



残留物にメタノール50mLを加えて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、メタノールを加えて正確に200mLとする。この溶液から正確に20mLを分取し、40℃以下で約1mLまで濃縮する。残留物に0.1vol%ギ酸4mL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 (1,000mg) にメタノール 5 mL 及び 0.1 vol% ギ酸 5 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。グラファイトカーボン/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 (500mg/500mg) にメタノール 5 mL を注入し、流出液は捨てる。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムに 1) で得られた溶液を注入した後、0.1 vol% ギ酸及びメタノール (4 : 1) 混液 5 mL を注入し、流出液は捨てる。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムの下に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を接続し、メタノール 5 mL を注入し、溶出液を採る。次いで、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムを取り外し、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にアンモニア水及びメタノール (1 : 99) 混液 7 mL を注入し、溶出液を先の溶出液と合わせ、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をメタノールに溶かし、穀類、豆類及び種実類の場合は正確に 2 mL、野菜の場合は正確に 4 mL としたものを試験溶液とする。

## 6. 検量線の作成

フルフェナセット標準品、代謝物W標準品及び代謝物P1標準品の標準原液を調製する。各標準原液を適宜混合してメタノール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0.01mg/kgに相当する試験溶液中濃度は0.005mg/Lである。

## 7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6. の検量線でフルフェナセット、代謝物W及び代謝物P1の各含量を求める。代謝物W及び代謝物P1を含むフルフェナセットの含量を求める場合には、次式により求める。

フルフェナセット (代謝物W及び代謝物P1を含む。) の含量 (ppm)

$$= A + B \times 1.613 + C \times 1.206$$

A : フルフェナセットの含量 (ppm)

B : 代謝物Wの含量 (ppm)

C : 代謝物P1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2.1mm、長さ150mm、粒子径3.5  $\mu$ m

カラム温度：40℃

移動相：5 mmol/L酢酸アンモニウム溶液及び5 mmol/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分間で行い、（1：9）で2分間保持する。

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン ( $m/z$ )

フルフェナセット：プリカーサーイオン364、プロダクトイオン194、152

代謝物W：プリカーサーイオン226、プロダクトイオン138、110

代謝物P1：プリカーサーイオン302、プロダクトイオン284、1

注入量：2  $\mu$ L

保持時間の目安

フルフェナセット：14分

代謝物W：8分

代謝物P1：8分

## 10. 定量限界

各化合物0.01mg/kg（代謝物W及び代謝物P1はフルフェナセット換算）

## 11. 留意事項

### 1) 試験法の概要

フルフェナセット、代謝物W及び代謝物P1を試料からメタノールで抽出し、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム及びグラファイトカーボン/エチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムで精製し、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。なお、フルフェナセット、代謝物W及び代謝物P1のそれぞれについて定量を行い、代謝物W及び代謝物P1を含むフルフェナセットの含量を求める場合には、代謝物W及び代謝物P1の含量にそれぞれ換算係数を乗じてフルフェナセットの含量に変換し、これらの和を分析値とする。

### 2) 注意点

- ① 抽出操作において、吸引ろ過が困難な場合は、遠心分離を行う。試験法開発時、大豆は吸引ろ過時に目詰りしたため、3,000rpmで5分間遠心分離を行った。

- ② 抽出液を濃縮する際に不溶物が析出して濃縮容器に付着した場合は、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/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を連結してメタノールを注入する際に、メタノール5 mLの内1 mLずつを用いて2回濃縮容器を洗い込むとよい。
- ③ 精製操作後の濃縮操作の際、水分が残るため、アンモニア臭がなくなる程度(約1 mL以下)まで濃縮した後、メスフラスコを用いて規定の量とする。
- ④ 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。

フルフェナセット

定量イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン364、プロダクトイオン194

定性イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン364、プロダクトイオン152

代謝物W

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138

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110

代謝物P 1

定量イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン302、プロダクトイオン284

定性イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン302、プロダクトイオン111

- ⑤ 試験法開発時に検討した食品：小麦、大豆、ばれいしょ及びトマト

## 12. 参考文献

なし

## 13. 類型

C

## フルメトリン試験法（畜産物）

### 1. 分析対象化合物

フルメトリン

### 2. 適用食品

畜産物

### 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。

フルメトリン標準品 本品はフルメトリン 98%以上を含む。

### 5. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

##### ① はちみつ以外の場合

試料10.0gにアセトン100mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン50mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトンで正確に200mLとする。この溶液から正確に2mLを分取し、*n*-ヘキサン30mLを加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30mLずつで2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトニトリル及び水（7：3）混液10mLに溶かす。

##### ② はちみつの場合

試料10.0gに水20mLを加え溶解する。これにアセトン100mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に水10mL及びアセトン50mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトンで正確に200mLとする。この溶液から正確に4mLを分取し、40℃以下で約0.5mLまで濃縮した後アセトニトリル及び水（7：3）混液10mLを加える。

#### 2) 精製

オクタデシルシリル化シリカゲルカラムミニカラム（500mg）に、アセトニトリル及び水各5mLを順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに1)で得られた溶液を注入し流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル及び水（9：1）混液5mLを注入し、溶出液を採

り、アセトニトリル及び水（9：1）混液を加えて正確に5 mLとしたものを試験溶液とする。

## 6. 検量線の作成

フルメトリン標準品のアセトニトリル及び水（9：1）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0.01mg/kg（はちみつの場合は0.005mg/kg）に相当する試験溶液中濃度は0.0002mg/Lである。

## 7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6の検量線でフルメトリンの含量を求める。

## 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2.0mm、長さ150mm、粒子径5 $\mu$ m

カラム温度：40℃

移動相：4 mmol/L酢酸アンモニウム溶液及びメタノール混液（3：7）から（0：10）までの濃度勾配を5分間で行い、（0：10）で10分間保持する。

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（ $m/z$ ）：プリカーサーイオン 527、プロダクトイオン 267、239

注入量：10 $\mu$ L

保持時間の目安：8分

## 10. 定量限界

0.01mg/kg（はちみつの場合は0.005mg/kg）

## 11. 留意事項

### 1) 試験法の概要

フルメトリンを試料からアセトンで抽出し、アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂（はちみつの場合は省略）した後、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムで精製し、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。

### 2) 注意点

- ① フルメトリンの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 527、プロダクトイオン 267  
定性イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 527、プロダクトイオン 239
- ② 試験法開発に検討した食品：牛の筋肉、牛の脂肪、牛の肝臓、牛乳、鶏の筋肉、  
鶏卵、はちみつ（そばみつ）

## 12. 参考文献

なし

## 13. 類型

C

## ヘキシチアゾクス試験法（畜産物）

### 1. 分析対象化合物

ヘキシチアゾクス

塩基性条件下の加水分解により *trans*-5-(4-クロロフェニル)-4-メチルチアゾリジン-2-オン（以下、PT-1-3という）に変換される代謝物

### 2. 適用食品

畜産物

### 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。

ヘキシチアゾクス標準品 本品はヘキシチアゾクス98%以上を含む。

PT-1-3標準品 本品はPT-1-3 98%以上を含む

### 5. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

試料10.0gにアセトン100mLを加え、ホモジナイズした後、毎分3,000回転で10分間遠心分離し、上澄液を採る。残留物にアセトン50mLを加えてホモジナイズした後、上記と同様に遠心分離し、得られた上澄液を合わせ、アセトンを加えて正確に200mLとする。この溶液から正確に2mLを分取し、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に*n*-ヘキサン30mLを加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30mLずつで3回振とう抽出する。抽出液を合わせ、40℃以下で約2mLまで濃縮する。

#### 2) 精製・加水分解

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）にアセトニトリル10mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに上記の濃縮液を注入した後、アセトニトリル10mLを注入し、負荷液を含む全溶出液を採り、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にメタノール2mLを加えて溶かした後、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液20mLを加えて混合し、密栓して60℃で80分間加熱する。加熱後の溶液を放冷し、室温まで戻す。

### 3) 精製

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 (500mg) にメタノール及び水各10mLを順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに先の加水分解溶液を注入した後、水10mLを注入し、流出液を捨てる。次いで、メタノール10mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をメタノールに溶かし、正確に5 mLとしたものを試験溶液とする。

### 6. 検量線の作成

P T-1-3 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 0.01mg/kg に相当する試験溶液中の濃度は 0.0002mg/L (ヘキシチアゾクス換算) である。

### 7. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、6. の検量線で P T-1-3 の含量を求め、次式によりヘキシチアゾクスの含量を求める。

ヘキシチアゾクス (塩基性条件下の加水分解で P T-1-3 に変換される代謝物を含む) の含量 (ppm) = P T-1-3 の含量 (ppm) × 1.550

### 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 2.1mm、長さ 150mm、粒子径 3 μm

カラム温度：40℃

移動相：0.1vol%ギ酸及びメタノールの混液 (9 : 1) から (1 : 99) までの濃度勾配を 10 分間で行い、10 分間保持する。

イオン化モード：ESI (+)

主なイオン (*m/z*)：プリカーサーイオン 228、プロダクトイオン 168、116

注入量：10 μL

保持時間の目安：12分

### 10. 定量限界

0.01mg/kg (ヘキシチアゾクス換算)



## 11. 留意事項

### 1) 試験法の概要

ヘキシチアゾクス及び代謝物を試料からアセトンで抽出し、アセトニトリル/ヘキサン分配による脱脂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による精製を行い、水酸化ナトリウム溶液を加えてヘキシチアゾクス及び代謝物をPT-1-3へ変換した後、ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラムで精製し、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。

### 2) 注意点

- ① ヘキシチアゾクス及びPT-1-3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。

ヘキシチアゾクス

定量イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン353、プロダクトイオン228

定性イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン353、プロダクトイオン168

- ② 加水分解において、長時間加熱すると回収率が低下する可能性があるため、必ず試験前にヘキシチアゾクス標準品を用いてヘキシチアゾクスがPT-1-3へ変換することを確認し、最適な加熱時間で試験を行う。
- 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、鶏卵

## 12. 参考文献

なし

## 13. 類型

C

## アミトロール試験法（農産物）

## 1. 分析対象化合物

アミトロール

## 2. 適用食品

穀類、豆類、種実類及び果実

## 3. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）

## 4. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

スルホン酸塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（150 mg）内径12~13mmのポリエチレン製のカラム管に、スルホン酸塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体150mgを充填したもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

アミトロール標準品 本品はアミトロール 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10.0g（茶は5.00g）に水20mLを加え、30分間放置する。これにメタノール100mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にメタノール50mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、メタノールで正確に200mLとする。この溶液から正確に8 mLを分取し、2 vol%ギ酸10mLを加える。

## ② 果実及び野菜の場合

試料20.0gにメタノール100mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にメタノール50mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、メタノールで正確に200mLとする。この溶液から正確に8 mLを分取し、2 vol%ギ酸10mLを加える。

## 2) 精製

## ① 穀類、豆類及び種実類の場合

a) スルホン酸塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体カラムク

#### ロマトグラフィー

スルホン酸塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム (150mg) に、メタノール及び2 vol%ギ酸各5 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに1) で得られた溶液を注入した後、水5 mL及びメタノール10mLを注入し、各流出液を捨てる。次いで、アンモニア水及びメタノール (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1 mLに溶かした後、酢酸エチル4 mLを加える。

#### b) アミノ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

アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (360mg) に、酢酸エチル及びメタノール (4 : 1) 混液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た後、酢酸エチル及びメタノール (4 : 1) 混液10mL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メタノール (3 : 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。

### ② 果実及び野菜の場合

スルホン酸塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム (150mg) に、メタノール及び2 vol%ギ酸各5 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに1) で得られた溶液を注入した後、水5 mL及びメタノール10mLを注入し、各流出液を捨てる。次いで、アンモニア水及びメタノール (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。この残留物をアセトニトリル及びメタノール (3 : 1) 混液に溶かし、正確に4 mLとしたものを試験溶液とする。

## 6. 検量線の作成

アミトロール標準品のアセトニトリル及びメタノール (3 : 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0.01mg/kgに相当する試験溶液中濃度は0.002mg/Lである。

## 7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6の検量線でアミトロールの含量を求める。

## 8. 確認試験

LC-MS/MSにより確認する。

## 9. 測定条件

(例)

カラム：シリカゲル 内径2.1mm、長さ150mm、粒子径 5  $\mu$ m

カラム温度：40℃

移動相：10mmol/L酢酸アンモニウム含有アセトニトリル及び水（19：1）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 85、プロダクトイオン 57、43

注入量：10 $\mu$ L

保持時間の目安：4分

## 10. 定量限界

0.01mg/kg

## 11. 留意事項

### 1) 試験法の概要

アミトロールを試料からメタノールを用いて抽出し、スルホン酸塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラムで精製する。穀類、豆類及び種実類は、さらに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。

### 2) 注意点

① アミトロールの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 85、プロダクトイオン 57

定性イオン ( $m/z$ )：プリカーサーイオン 85、プロダクトイオン 43

② 試験法開発に検討した食品：りんご、うめ、ぶどう、小麦及びなたね

## 12. 参考文献

なし

## 13. 類型

C