

表1 対象化合物(開発)②

No.	化合物名(農薬)	No.	化合物名(農薬)
1	アシフルオルフェン	44	ノルフルラゾン
2	アセタミプリド	45	ピメトロジン
3	アゾキシストロビン	46	ピラクロストロビン
4	アミトラズ代謝物	47	ピラクロホス
5	アメリン	48	ピラゾホス
6	アルドキシカルブ	49	ピリダベン
7	イソキサフルトール	50	ピリプロキシフェン
8	イソフェンホス	51	ピリミカルブ
9	イソフェンホスオキソン	52	ピリミホスメチル
10	イマザリル	53	フェナミホス
11	インドキシカルブ	54	フェノキサブロップエチル
12	エトキサゾール	55	フェンピロキシメート(E体)
13	エトキシスルフロン	56	フェンピロキシメート(Z体)
14	オキサミル	57	フェンブコナゾール
15	オキシデメトンメチル	58	フェンプロピモルフ
16	カルバリル	59	フェンヘキサミド
17	カルフェントラゾンエチル	60	フェンメディファム
18	カルベンダジム	61	ブトロキシジム
19	カルボスルファン	62	フラムブロップメチル
20	キノキシフェン	63	プリミスルフロンメチル
21	クロキントセットメキシル	64	フルトラニル
22	ジスルホトンスルホン	65	フルフェナセット
23	ジノセブ	66	プロクロラズ
24	ジノテルブ	67	プロピコナゾール
25	シプロジニル	68	プロフェノホス
26	シマジン	69	プロメトリン
27	ジメエート	70	プロモキシニル
28	セトキシジム	71	ヘキサジノン
29	チアクロプリド	72	ベナラキシル
30	チアメトキサム	73	ベンスルフロンメチル
31	チオジカルブ	74	ベンダイオカルブ
32	チオファネート	75	ベンフラカルブ
33	チオファネートメチル	76	ホスメット
34	チオベンカルブ	77	マラチオン
35	テトラクロルビンホス	78	メソミル
36	テブフェノジド	79	メチダチオン
37	トリアジメノール	80	メトキシフェノジド
38	トリアジメホン	81	メスラム
39	トリアゾホス	82	メスルフロンメチル
40	トリブホス	83	メビンホス(E体)
41	トリフルミゾール	84	メビンホス(Z体)
42	トリフロキシストロビン	85	メフェンピルジエチル
43	トリフロキシスルフロン	86	ルフェヌロン

表2 対象化合物(適用性確認)(農薬)

No.	化合物名	No.	化合物名
1	アザメチホス	41	カルボスルファン
2	アシフルオルフェン	42	カルボフラン
3	アセタミプリド	43	キザロホップエチル
4	アセフェート	44	キノキシフェン
5	アゾキシストロビン	45	キンクロラック
6	アトラジン	46	クミルロン
7	アミトラズ	47	クレソキシムメチル
8	アミトラズ代謝物	48	クロキントセットメキシル
9	アメトリン	49	クロジナホップ酸
10	アルジカルブ	50	クロジナホッププロパルギル
11	アルドキシカルブ	51	クロマフェノジド
12	イオドスルフロメチル	52	クロメブロップ
13	イソキサフルトール	53	クロラントラニリプロール
14	イソフェンホス	54	クロリダゾン
15	イソフェンホスオキソン	55	クロルスルフロ
16	イプロベンホス	56	クロルフェナピル
17	イマザピック	57	クロルフルアズロン
18	イマザピル	58	クロロクスロン
19	イマザモックス	59	ジアフェンチウロン尿素
20	イマザリル	60	ジアフェンチウロンメタンイミドアミド
21	イマゼタピル	61	ジウロン
22	イミダクロプリド	62	ジクロシメット
23	インドキサカルブ	63	ジスルホトンスルホン
24	エスプロカルブ	64	ジノセブ
25	エタメツルフロメチル	65	ジノテフラン
26	エチプロール	66	ジノテルブ
27	エトキサゾール	67	ジフェノコナゾール
28	エトキシスルフロ	68	ジフェンゾコートメチル
29	エポキシコナゾール	69	ジフルフェニカン
30	エンドスルファンスルフェート	70	シプロコナゾール
31	オキサジクロメホン	71	シプロジニル
32	オキサミル	72	シマジ
33	オキシデメトンメチル	73	シメコナゾール
34	オメトエート	74	ジメテナミド
35	オリサストロビン	75	ジメトエート
36	カフェンストール	76	ジメトモルフ(E体)
37	カルバリル	77	ジメトモルフ(Z体)
38	カルフェントラゾンエチル	78	シロマジン
39	カルベンダジム	79	スピロキサミン
40	カルボキシ	80	スピロジクロフェン

表2 対象化合物(適用性確認)(農薬、続き)

No.	化合物名	No.	化合物名
81	スピロメシフェン	121	ピリチオバック
82	セトキシジム	122	ピリデート
83	ダイムロン	123	ピリプロキシフェン
84	チアクロプリド	124	ピリミカルブ
85	チアジニル	125	ピリミホスメチル
86	チアメキサム	126	ピリメタニル
87	チオジカルブ	127	フィプロニル
88	チオファネート	128	フェナミホス
89	チオファネートメチル	129	フェノキサニル
90	チジアズロン	130	フェノキサプロップエチル
91	チフェンスルフロンメチル	131	フェリムゾン(E体)
92	テトラクロルピホス	132	フェリムゾン(Z体)
93	テトラコナゾール	133	フェンアミドン
94	テブコナゾール	134	フェンアミドン代謝物
95	テブチウロン	135	フェントラザミド
96	テブフェノジド	136	フェンピロキシメート(E体)
97	テルブトリン	137	フェンピロキシメート(Z体)
98	トリアジメノール	138	フェンブコナゾール
99	トリアジメホン	139	フェンプロピモルフ
100	トリアスルフロン	140	フェンヘキサミド
101	トリアゾホス	141	フェンメディファム
102	トリブホス	142	ブタフェナシル
103	トリフルミゾール	143	プトロキシジム
104	トリフルムロン	144	ブプロフェジン
105	トリフロキシストロピン	145	フラチオカルブ
106	トリフロキシスルフロン	146	フラムプロップメチル
107	トリベヌロンメチル	147	プリミスルフロンメチル
108	ノバルロン	148	フルアジホップブチル
109	ノルフルラゾン	149	フルジオキシニル
110	パクロブトラゾール	150	フルシラゾール
111	ハロスルフロンメチル	151	フルトラニル
112	ピコリナフェン	152	フルトリアホール
113	ピテルタノール	153	フルフェナセット
114	ピノキサデン	154	フルミクロラックペンチル
115	ピフェナゼート	155	フルメツラム
116	ピメロジン	156	フルリドン
117	ピラクロストロピン	157	プレチラクロール
118	ピラクロホス	158	プロクロラズ
119	ピラゾホス	159	プロスルフロン
120	ピリダベン	160	フロニカミド

表2 対象化合物(適用性確認)(農薬、続き)

No.	化合物名	No.	化合物名
161	プロバクロール	201	メフェンピルジエチル
162	プロパニル	202	メプロニル
163	プロパモカルブ	203	ルフェヌロン
164	プロパルギット	204	3-メチルホスフィニコプロピオン酸
165	プロピコナゾール	205	4-クロルフェノキシ酢酸
166	プロピザミド	206	MCPA
167	プロピリスルフロン		
168	プロフェノホス		
169	プロボキシカルバゾン		
170	プロマシル		
171	プロメトリン		
172	プロモキシニル		
173	プロモブチド		
174	ヘキサジノン		
175	ベナラキシル		
176	ベノミル		
177	ベンコナゾール		
178	ペンシクロン		
179	ベンスルフロンメチル		
180	ベンダイオカルブ		
181	ベントゾン		
182	ベンフラカルブ		
183	ボスカリド		
184	マラチオン		
185	ミクロブタニル		
186	メコプロップ		
187	メソスルフロンメチル		
188	メソミル		
189	メタミドホス		
190	メタラキシル		
191	メチダチオン		
192	メキシフェノジド		
193	メスラム		
194	メスルフロンメチル		
195	メミノストロピン(E体)		
196	メミノストロピン(Z体)		
197	メトリブジン		
198	メビンホス(E体)		
199	メビンホス(Z体)		
200	メフェナセツト		

表 2 対象化合物(適用性確認)(動物用医薬品)

No.	化合物名	No.	化合物名
1	アザペロン	41	ジクラズリル
2	アスポキシシリン	42	ジクロキサシリン
3	アセチルアミノニトロチアゾール	43	ジシクラニル
4	アベルメクチン(B1a、E体)	44	ジニトルミド
5	アルトレノゲスト	45	ジョサマイシン
6	アルベンダゾール代謝物	46	スピラマイシン I
7	アンピシリン	47	スルファエトキシピリダジン
8	アンプロリウム	48	スルファキノキサリン
9	イソシニコメロン酸ニプロピル	49	スルファクロルピリダジン
10	イソプロチオラン	50	スルファジアジン
11	イソメタミジウム	51	スルファジミジン
12	イベルメクチン	52	スルファジメトキシシリン
13	イミドカルブ	53	スルファセタミド
14	エトパベート	54	スルファチアゾール
15	エプリノメクチン	55	スルファドキシシリン
16	エマメクチン(B1a、E体)	56	スルファトロキサゾール
17	エマメクチン(B1a、Z体)	57	スルファニトラン
18	エマメクチン(B1b、E体)	58	スルファピリジン
19	エリスロマイシン	59	スルファプロモメタジン
20	塩化ジデシルジメチルアンモニウム	60	スルファベンズアミド
21	オキシベンダゾール	61	スルファメトキサゾール
22	オクスフェンダゾール	62	スルファメトキシピリダジン
23	オクスフェンダゾールスルホン	63	スルファメラジン
24	オルメトプリム	64	スルファモイルダプソン
25	オレアンドマイシン	65	スルファモノメトキシシリン
26	カラゾロール	66	スルフィソゾール
27	カルベタミド	67	セファピリン
28	キシラジン	68	セファレキシシリン
29	クタサマイシン	69	ゼラノール
30	クマホス	70	センデュラマイシン
31	グリチルリチン酸	71	ダイアジノン
32	クレンブテロール	72	タイロシン
33	クロキサシリン	73	チアベンダゾール
34	クロサンテル	74	5-ヒドロキシチアベンダゾール
35	クロルスロン	75	チアムリン
36	クロルヘキシジン	76	チアンフェニコール
37	ケトプロフェン	77	チルミコシン
38	酢酸メレンゲステロール	78	デキサメタゾン
39	サリノマイシン	79	デコキネート
40	ジアベリジン	80	テフルベンズロン

表 2 対象化合物(適用性確認)(動物用医薬品、続き)

No.	化合物名	No.	化合物名
81	テメホス	121	プロチゾラム
82	ドラメクチン	122	プロボキシル
83	トリクラベンダゾール	123	フロルフェニコール
84	トリブロムサラン	124	ベダプロフェン
85	トリベレナミン	125	ベタメタゾン
86	トリメトプリム	126	ベンジルペニシリン
87	トルトラズリル	127	ホキシム
88	トルフェナム酸	128	マデュラマイシン
89	α -トレンボロン	129	マホブラジン
90	β -トレンボロン	130	マラカイトグリーン
91	ナイカルバジン (N,N'-ビス-(4-ニトロフェニル)ウレア)	131	ミロキサシン
92	ナフシリン	132	メシリナム
93	ナフタロホス	133	メクロプロラミド
94	ナラシン	134	メベンダゾール
95	ナリジクス酸	135	メンプトン
96	ニトロキシニル	136	モキシデクチン
97	ネオスピラマイシン I	137	モネンシン
98	ネクイネート	138	モランテル
99	ノボピオシン	139	ラクトパミン
100	バクイノレート	140	ラサロシド
101	バクイロプリム	141	ラフォキサニド
102	パルネムリン	142	リンコマイシン
103	パルベンダゾール	143	レバミゾール
104	ピペロニルブトキシド	144	ロイコマラカイトグリーン
105	ピランテル	145	ワルファリン
106	ピリメタミン		
107	ピルリマイシン		
108	ファムフル		
109	フェノキシメチルペニシリン		
110	フェノプカルブ		
111	フェバンテル		
112	フェンベンダゾール		
113	ブラジクアンテル		
114	プリフィニウム		
115	フルアズロン		
116	フルニキシム		
117	フルバリネート		
118	フルベンダゾール		
119	フルメキン		
120	プレドニゾロン		

表 3 各溶媒における固体脂肪の分散性及び溶解性

	固体脂肪の分散性	固体脂肪の溶解性	
		抽出脂肪量 (g)	抽出脂肪 (%)
メタノール	均一に分散するまで 多少の時間を要する	0.18	3.6
エタノール	速やかに分散	1.41	28.1
アセトン	速やかに分散	4.44	88.8
<i>n</i> -ヘキサン	速やかに分散	4.47	89.5

表 4 アセトニトリル/ヘキサン分配における脱脂効果

	脱脂効果	
	残存脂肪量 (mg)	残存脂肪 (%)
アセトニトリル及び <i>n</i> -ヘキサン	36.5	0.73
アセトニトリル及び アセトニトリル飽和 <i>n</i> -ヘキサン	37.3	0.75
<i>n</i> -ヘキサン飽和アセトニトリル 及び <i>n</i> -ヘキサン	30.3	0.61
<i>n</i> -ヘキサン飽和アセトニトリル 及びアセトニトリル飽和 <i>n</i> -ヘキサン	30.5	0.61

表 5 アセトニトリル/ヘキサン分配における対象化合物の回収率

	回収率70~120%の 化合物数	回収率の 中央値 (%)	回収率の 平均値 (%)
アセトニトリル及び <i>n</i> -ヘキサン	146	84.9	83.7
アセトニトリル及び アセトニトリル飽和 <i>n</i> -ヘキサン	148	88.1	86.5
<i>n</i> -ヘキサン飽和アセトニトリル 及び <i>n</i> -ヘキサン	148	89.6	88.6
<i>n</i> -ヘキサン飽和アセトニトリル 及びアセトニトリル飽和 <i>n</i> -ヘキサン	149	88.7	87.9

表 6 C18 ミニカラムからの対象化合物の溶出挙動

	回収率70~120%の 化合物数	回収率の 中央値 (%)	回収率の 平均値 (%)
アセトニトリル溶液5 mLを負荷後, アセトニトリル5 mLで溶出	121	83.9	73.2
アセトニトリル溶液5 mLを負荷後, メタノール5 mLで溶出	142	84.9	80.9
メタノール溶液5 mLを負荷後, メタノール5 mLで溶出	144	85.1	82.0

表 7 固体脂肪からの対象化合物の回収率

	対象化合物数		
	70% ≤ 回収率 ≤ 120%	回収率 < 70%	120% < 回収率
絶対検量線法による回収率	93	44	27
補正回収率	141	7	16

表 8 GCB ミニカラムからの対象化合物の溶出挙動

	回収率70%~120%の 化合物数
アセトン及び <i>n</i> -ヘキサン (1:1)混液	110
アセトン, トルエン及び <i>n</i> -ヘキサン (10:1:9)混液	125
アセトン及びトルエン (9:1)混液	135
アセトン, トルエン及びメタノール (8:1:1)混液	145
酢酸エチル, トルエン及びメタノール (8:1:1)混液	144

表9 SIミニカラムからの対象化合物の溶出挙動

	回収率70%~120%の 化合物数
アセトン	118
アセトニトリル	106
メタノール	142
アセトン, <i>n</i> -ヘキサン及びメタノール (1:3:1)混液	138
酢酸エチル, <i>n</i> -ヘキサン及びメタノール (2:2:1)混液	137

表10 添加回収試験(開発)結果の内訳

	化合物数		
	回収率<70%	70%≤回収率≤120%	120%<回収率
牛の脂肪	42	92	20
牛の筋肉	36	100	18
牛の肝臓	37	90	27

表 11 添加回収試験(適用性確認)結果①

	農薬		動物用医薬品	
	回収率50%以上の化合物数	回収率70%~120%の化合物数	回収率50%以上の化合物数	回収率70%~120%の化合物数
牛の筋肉	195 (95%)	190 (92%)	121 (83%)	114 (79%)
鶏の筋肉	199 (97%)	190 (92%)	123 (85%)	117 (81%)
牛の肝臓	192 (93%)	171 (83%)	123 (85%)	107 (74%)
牛の脂肪	193 (94%)	175 (85%)	116 (80%)	106 (73%)
牛乳	196 (95%)	189 (92%)	118 (81%)	114 (79%)
鶏卵	194 (94%)	179 (87%)	122 (84%)	117 (81%)
ウナギ	196 (95%)	177 (86%)	124 (86%)	114 (79%)
サケ	197 (96%)	182 (88%)	124 (86%)	112 (77%)
しじみ	193 (94%)	169 (82%)	126 (87%)	116 (80%)
はちみつ	197 (96%)	188 (91%)	121 (83%)	94 (65%)

表 12 添加回収試験(適用性確認)結果②

	農薬		動物用医薬品	
	回収率50%以上の化合物数	回収率70%~120%の化合物数	回収率50%以上の化合物数	回収率70%~120%の化合物数
8食品以上	192 (93%)	174 (84%)	121 (83%)	109 (75%)
9食品以上	188 (91%)	164 (80%)	116 (80%)	98 (68%)
10食品	181 (88%)	125 (61%)	99 (68%)	59 (41%)

表 13 試料マトリックスの測定値への影響の調査結果①

	農薬		動物用医薬品	
	PA _{MS} /PA _{SS} 0.5以上の化合物数	PA _{MS} /PA _{SS} 0.7～1.2の化合物数	PA _{MS} /PA _{SS} 0.5以上の化合物数	PA _{MS} /PA _{SS} 0.7～1.2の化合物数
牛の筋肉	202 (98%)	199 (97%)	145 (100%)	145 (100%)
鶏の筋肉	205 (99%)	200 (97%)	145 (100%)	143 (99%)
牛の肝臓	205 (99%)	191 (93%)	143 (99%)	135 (93%)
牛の脂肪	206 (100%)	204 (99%)	145 (100%)	145 (100%)
牛乳	204 (99%)	199 (97%)	145 (100%)	144 (99%)
鶏卵	205 (99%)	195 (95%)	145 (100%)	143 (99%)
ウナギ	204 (99%)	191 (93%)	145 (100%)	141 (97%)
サケ	203 (99%)	189 (92%)	145 (100%)	140 (97%)
しじみ	201 (98%)	185 (90%)	145 (100%)	141 (97%)
はちみつ	204 (99%)	196 (95%)	143 (99%)	134 (92%)

表 14 試料マトリックスの測定値への影響の調査結果②

	農薬		動物用医薬品	
	PA _{MS} /PA _{SS} 0.5以上の化合物数	PA _{MS} /PA _{SS} 0.7～1.2の化合物数	PA _{MS} /PA _{SS} 0.5以上の化合物数	PA _{MS} /PA _{SS} 0.7～1.2の化合物数
8食品以上	204 (99%)	190 (92%)	145 (100%)	141 (97%)
9食品以上	204 (99%)	184 (89%)	145 (100%)	141 (97%)
10食品	195 (95%)	156 (76%)	143 (99%)	120 (83%)

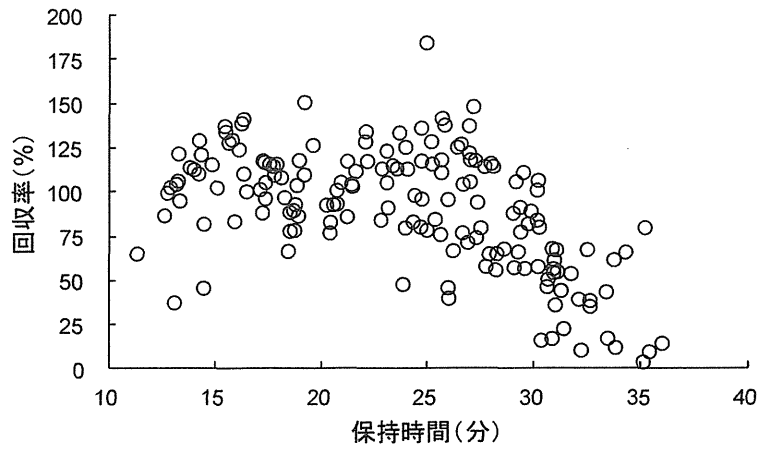


図1 対象化合物の固体脂肪からの回収率と保持時間の関係

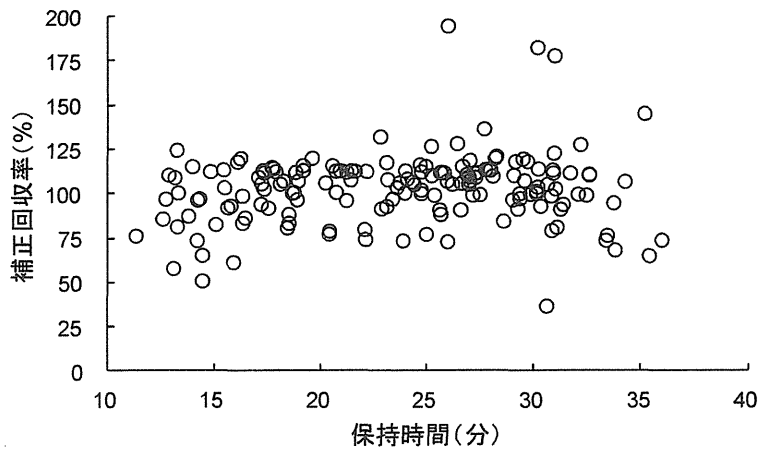


図2 対象化合物の固体脂肪からの補正回収率と保持時間の関係

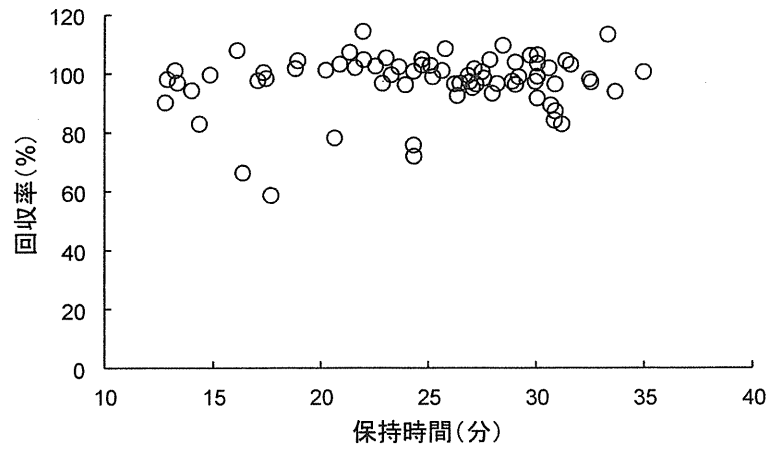


図3 溶出液としてアセトン及びトルエン(9:1)混液を用いた場合の
対象化合物(開発、農薬)のGCBミニカラムからの回収率と保持時間の関係

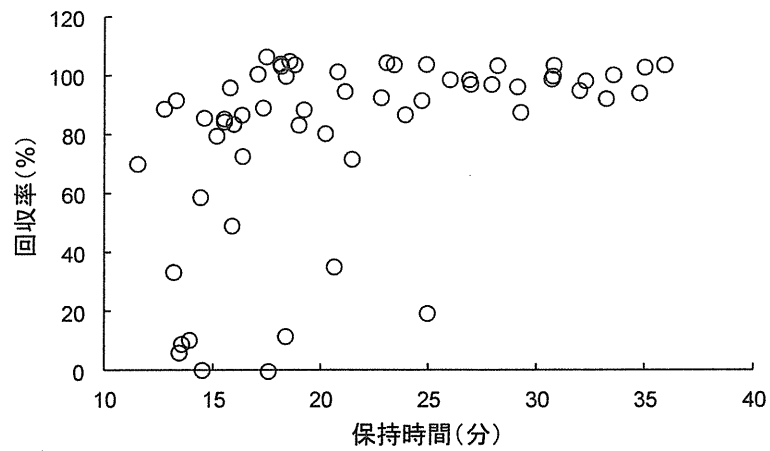


図4 溶出液としてアセトン及びトルエン(9:1)混液を用いた場合の
対象化合物(開発、動物用医薬品)のGCBミニカラムからの
回収率と保持時間の関係

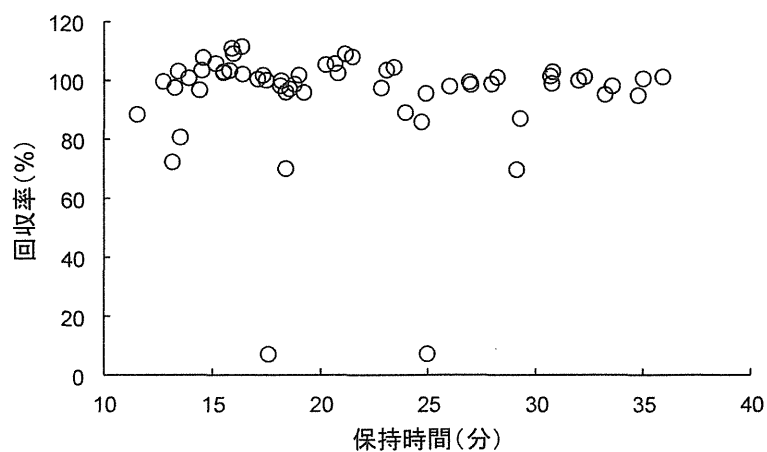


図5 溶出液としてアセトン、トルエン及びメタノール(8:1:1)混液を用いた場合の対象化合物(開発、動物用医薬品)のGCBミニカラムからの回収率と保持時間の関係

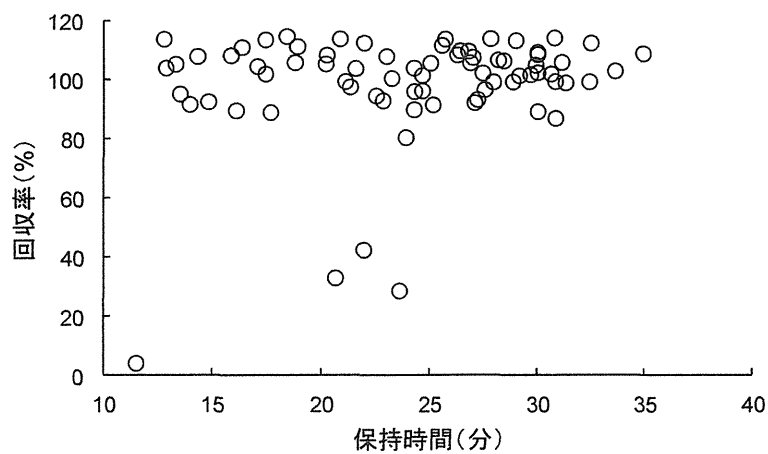


図6 溶出液としてアセトンを用いた場合の対象化合物(開発、農薬)のSIミニカラムからの回収率と保持時間の関係

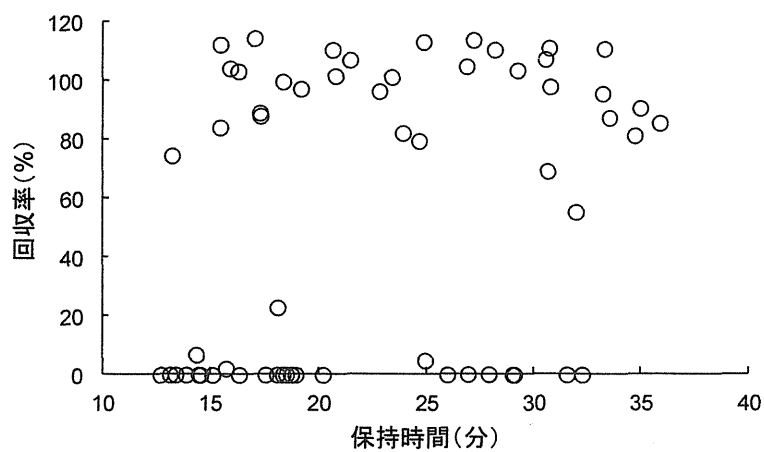


図7 溶出液としてアセトンを用いた場合の対象化合物(開発、動物用医薬品)のSIミニカラムからの回収率と保持時間の関係

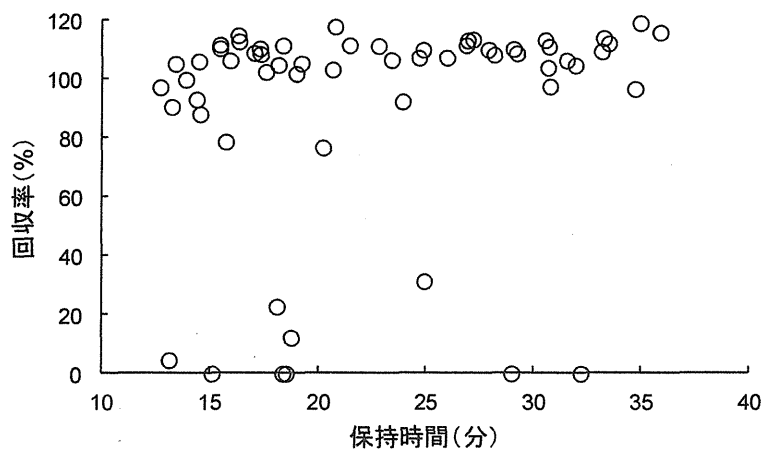


図8 溶出液としてメタノールを用いた場合の対象化合物(開発、動物用医薬品)のSIミニカラムからの回収率と保持時間の関係

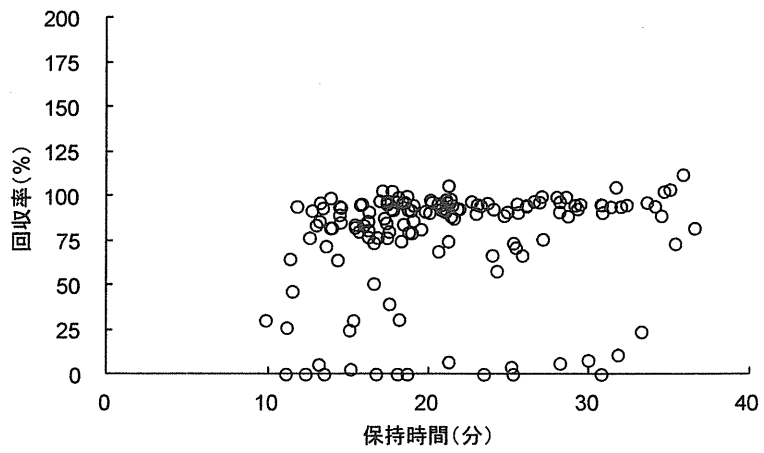
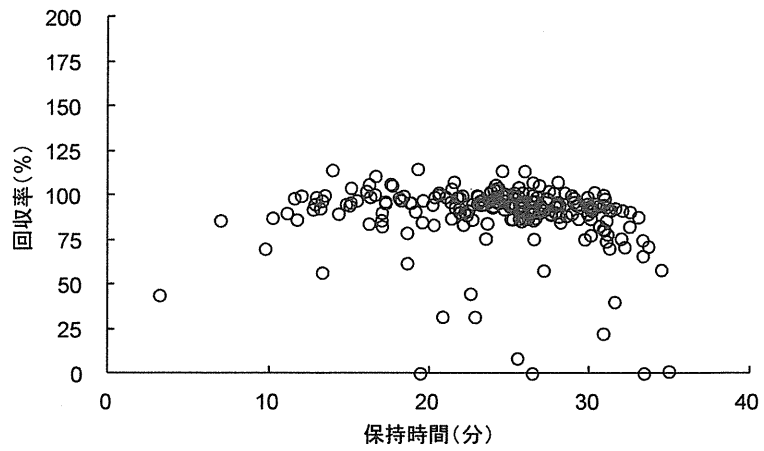


図9 牛の筋肉における対象化合物の回収率と保持時間の関係
上:農薬、下:動物用医薬品

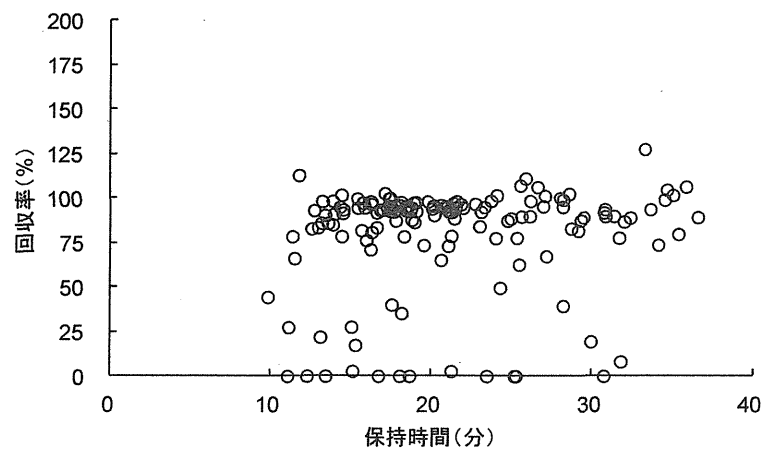
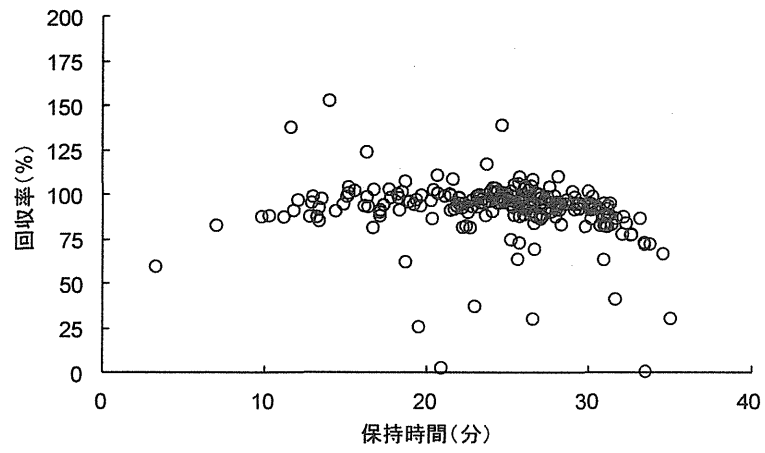


図 10 鶏の筋肉における対象化合物の回収率と保持時間の関係
上:農薬、下:動物用医薬品

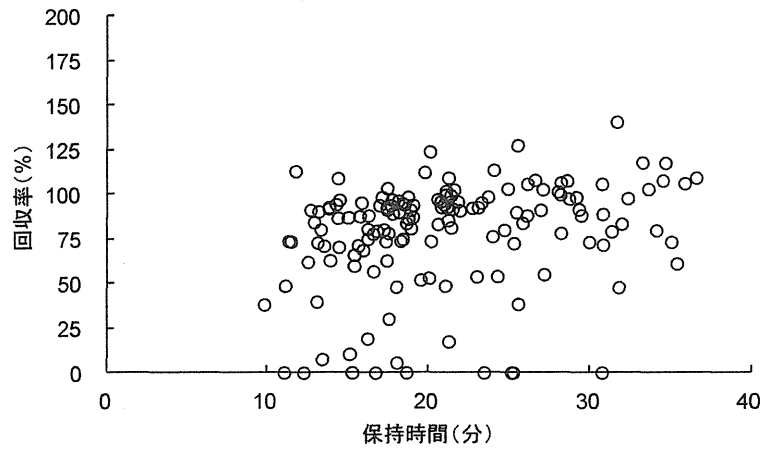
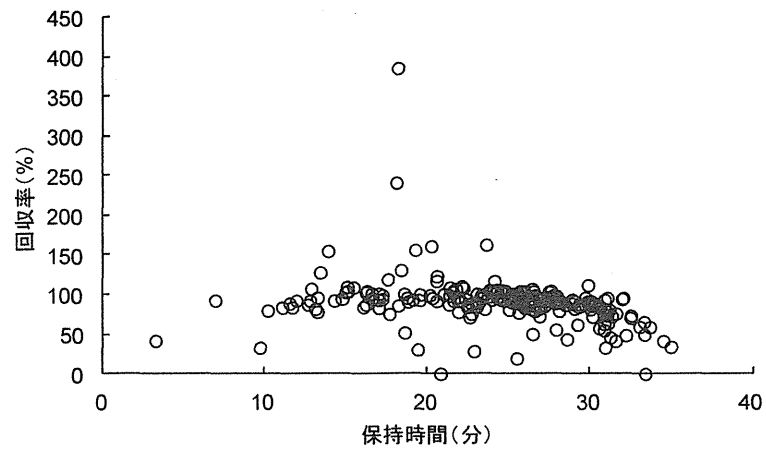


図 11 牛の肝臓における対象化合物の回収率と保持時間の関係
上: 農薬、下: 動物用医薬品

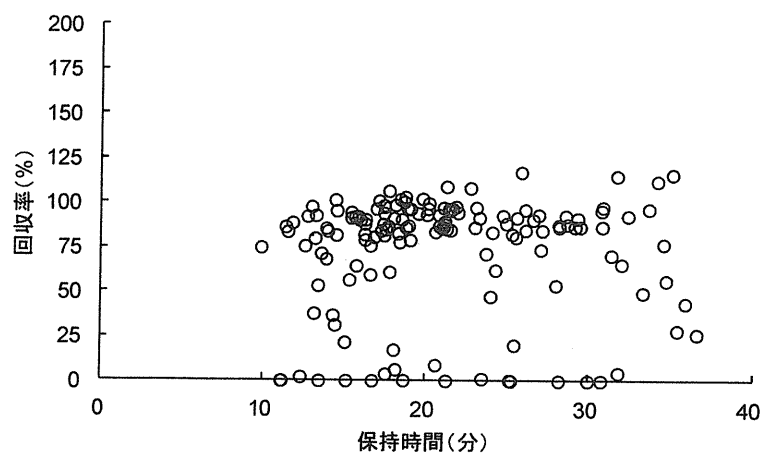
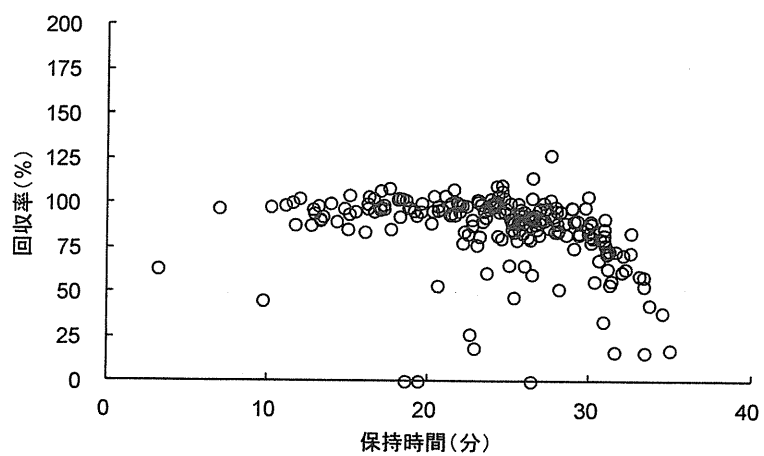


図 12 牛の脂肪における対象化合物の回収率と保持時間の関係
上: 農薬、下: 動物用医薬品