

食安発0502第2号
平成26年5月2日

各 検疫所長 殿

医薬食品局食品安全部長
(公 印 省 略)

食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法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号当職通知。以下「試験法通知」という。）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、改正後の試験法を実施するに際しては、試験法通知別添の第1章総則部分を参考とされたい。

記

1. 第1章総則の3. 試薬・試液の別紙を別紙1のとおり改める。
2. 目次を別紙2のとおり改める。なお、改正部分を下線で示す。
3. 第3章個別試験法中「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）」に係る部分の次に別紙3の「カフェンストロール試験法（畜水産物）」を、「ピリフェノックス試験法（農産物）」に係る部分の次に別紙4の「ピリフルキナゾン試験法（農産物）」を、「フルシラゾール試験法（農産物）」に係る部分の次に別紙5

の「フルシラゾール試験法（畜水産物）」を加え、「イミノクタジン試験法（農産物）」を別紙6のとおり改定する。

なお、各試験法の開発に当たっては、1機関の結果ではあるが、「カフェンストロール試験法（畜水産物）」にあつては、分析対象化合物のうちカフェンストロールでは、牛の筋肉・脂肪・肝臓・腎臓、鶏卵、牛乳、はちみつ、うなぎ、さけ及びしじみについて、3-(2,4,6-トリメチルフェニルスルホニル)-1,2,4-トリアゾールでは、うなぎ、さけ及びしじみについて、「フルシラゾール試験法（畜水産物）」にあつては、牛の筋肉・脂肪・肝臓・腎臓、鶏卵、牛乳、はちみつ、うなぎ、さけ及びしじみについて、「ピリフルキナゾン試験法（農産物）」にあつては、玄米、大豆、コーヒー生豆、キャベツ、なす、ばれいしょ、ほうれんそう、オレンジ、りんご及び茶について、各試験法が適用可能であることが確認されており、各試験の実施に際しては参考とされたい。

3. 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。

(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 (360 mg)	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	当該農薬等の成分である物質の分析の妨害となる物質を含まないものを用いる。
アセトン	当該農薬等の成分である物質の分析の妨害となる物質を含まないものを用いる。
アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (360 mg)	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 (500 mg)	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 (1,000 mg)	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。
アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (遮光、1,000 mg)	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、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。

アルミナ（塩基性）ミニカラム（1,710 mg）	内径 8～9 mm のポリエチレン製のカラム管に、アルミナ（塩基性）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。
アルミナ（酸性）ミニカラム（1,710 mg）	内径 8～9 mm のポリエチレン製のカラム管に、アルミナ（酸性）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。
アルミナ（酸性）ミニカラム（1,850 mg）	内径 8～9 mm のポリエチレン製のカラム管に、アルミナ（酸性）1,850 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。
アルミナ（中性）ミニカラム（500 mg）	内径 8～9 mm のポリエチレン製のカラム管に、アルミナ（中性）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。
アルミナ（中性）ミニカラム（1,710 mg）	内径 8～9 mm のポリスチレン製のカラム管に、アルミナ（中性）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。
アルミナ（中性）ミニカラム（1,850 mg）	内径 8～9 mm のポリエチレン製のカラム管に、アルミナ（中性）1,850 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。
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 99.998 v/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	当該農薬等の成分である物質の分析の妨害となる物質を含まないものを用いる。
エチルシリル化シリカゲルミニカラム（1,000 mg）	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	エチルマグネシウムブロミド（39%エチルエーテル溶液、約 3 mol/L）
エチレンジアミントリ酢酸- <i>N</i> -プロピルシリル化シリカゲルミニカラム（1,000 mg）	内径 12～13 mm のポリエチレン製のカラム管に、エチレンジアミントリ酢酸- <i>N</i> -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。

エチレンジアミン- <i>N</i> -プロピルシリル化シリカゲルミニカラム (500 mg)	内径 8～9 mm のポリエチレン製のカラム管に、エチレンジアミン- <i>N</i> -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	ジエチルエーテル。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害となる物質を含まないものを用いる。
塩化第一鉄	塩化第一鉄 (特級)
塩化ナトリウム	当該農薬等の成分である物質の分析の妨害となる物質を含まないものを用いる。
塩酸グアニジン	塩酸グアニジン (特級)
塩酸ピリジン	当該農薬等の成分である物質の分析の妨害となる物質を含まないものを用いる。
オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (360 mg)	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 (500 mg)	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 (850 mg)	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 (1,000 mg)	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、1,000 mg)	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、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 (2,000 mg)	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 2,000 mg を充てんしたもの又はこれと同等の分離性能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 (5,000 mg)	内径 19 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 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)
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°C 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°C 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°C 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 μm）を用いる。
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を用いる。
カルボキシエチルシリル化シリカゲルミニカラム（1,000 mg）	内径 10～12 mm のポリエチレン製のカラム管に、カルボキシ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を用いる。
カルボキシジビニルベンゼン- <i>N</i> -ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（150 mg）	内 8～9 mm のポリエチレン製のカラムにカルボキシジビニルベンゼン- <i>N</i> -ビニルピロリドン共重合体 150 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。
カルボキシメチル基結合型弱酸性陽イオン交換樹脂ミニカラム（250 mg）	内径 12～13 mm のポリプロピレン製のカラム管に、カルボキシメチル基結合型弱酸性陽イオン交換樹脂 250 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。
強塩基性陰イオン交換樹脂	カラムクロマトグラフィー用に製造した強塩基性陰イオン交換樹脂をその樹脂の 5 倍の体積の 1 mol/L 塩酸を用いて 2 回洗い、次いで水を用いて洗液の pH が中性になるまで洗う。さらにその樹脂の 5 倍の体積の 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液を用いて 2 回洗い、次いで水を用いて洗液の pH が中性になるまで洗ったものを水に懸濁して冷暗所に保管する。
強塩基性陰イオン交換樹脂ミニカラム（150 mg）	内径 12～13 mm のポリエチレン製のカラム管に、強塩基性陰イオン交換樹脂 150 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。
強塩基性陰イオン交換体ミニカラム（360 mg）	内径 8～9 mm のポリエチレン製のカラム管に、強塩基性陰イオン交換体 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を用いる。
強酸性陽イオン交換樹脂	カラムクロマトグラフィー用に製造した強酸性陽イオン交換樹脂（粒径 75～150 μm）をその樹脂の 5 倍の体積の 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液を用い

	て2回洗い、次いで水を用いて洗液の pH が中性になるまで洗う。さらに、その樹脂の5倍の体積の3 mol/L 塩酸を用いて2回洗い、次いで水を用いて洗液の pH が中性になるまで洗ったものを水に懸濁して冷暗所に保管する。
強酸性陽イオン交換体ミニカラム (500 mg)	内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、プロピルベンゼンスルホン酸シリル化シリカゲル (別名: 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。
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ミニカラム (250 mg)	内径 8~9 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 250 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。
グラファイトカーボンミニカラム (500 mg)	内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、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。
グラファイトカーボンミニカラム (1,000 mg)	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 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。
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)	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、下層にアミノ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。
グリセリルプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (360 mg)	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。
β -グルコシダーゼ	1 mg 当たり 37°C、pH 5.0 で1分間にサリシンからグルコースを 4~12 μ mol 遊離させる力価のものを用いる。

<i>m</i> -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	当該農薬等の成分である物質の分析の妨害となる物質を含まないものを用いる。
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 99.999 v/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 (900 mg 又は 910 mg)	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 (又は 910 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	当該農薬等の成分である物質の分析の妨害となる物質を含まないものを用いる。
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 (1,000 mg)	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 (遮光、1,000 mg)	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 (2,000 mg)	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、2,000 mg)	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	当該農薬等の成分である物質の分析の妨害となる物質を含まないものを用いる。
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。
ジビニルベンゼン- <i>N</i> -ビニルピロリドン共重合体ミニカラム (60 mg)	内径 8~13 mm のポリエチレン製のカラム管に、ジビニルベンゼン- <i>N</i> -ビニルピロリドン共重合体 60 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。
ジビニルベンゼン- <i>N</i> -ビニルピロリドン共重合体ミニカラム (200 mg)	内径 12~13 mm のポリエチレン製のカラム管に、ジビニルベンゼン- <i>N</i> -ビニルピロリドン共重合体 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用いる。
ジビニルベンゼン- <i>N</i> -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、ジビニルベンゼン- <i>N</i> -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。
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)
<i>p</i> -ジメチルアミノベンズアルデヒド	<i>p</i> -ジメチルアミノベンズアルデヒド (特級)
弱塩基性陰イオン交換体ミニカラム (500 mg)	内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、ジエチルアミノプロピル化弱塩基性陰イオン交換体 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。
弱酸性陽イオン交換樹脂	カラムクロマトグラフィー用に製造した弱酸性陽イオン交換樹脂を 1 mol/L 塩酸で洗い、次いで 2.8%アンモニア水を用いて洗う。さらに 1 mol/L 塩酸を用いて洗い、次いで水を用いて洗液の pH が中性になるまで洗う。
消泡用シリコン	シリコンを消泡用に製造したものを用いる。

シリカゲルミニカラム (500 mg)	内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、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。
シリカゲルミニカラム (690 mg)	内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、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用いる。
シリカゲルミニカラム (遮光、690 mg)	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、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用いる。
シリカゲルミニカラム (800 mg)	内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、シリカゲル 800 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。
シリカゲルミニカラム (1,000 mg)	内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、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。
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用いる。
スチレンジビニルベンゼン共重合体吸着剤	スチレンジビニルベンゼン共重合体（無極性、粒径 250~600 μm 、平均孔径 30 nm）をアセトンを用いて十分洗い、アセトン中に保存する。
スチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラム (265 mg)	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用いる。
スチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラム (500 mg)	内径 8~13 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 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。
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℃、pH 5.0 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用いる。
多孔性ケイソウ土カラム (5 mL 保持用)	内径 19~20 mm のポリエチレン製のカラム管に、5 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用いる。
多孔性ケイソウ土カラム (20 mL 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用いる。
多孔性ケイソウ土カラム (50 mL 保持用)	内径約 40 mm のポリエチレン製のカラム管に、50 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 (500 mg)	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 (1,000 mg)	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 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。
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 (5,000 mg)	内径 19~20 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 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。
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ジルスルホニルプロピルシリル化シリカゲル混合ミニカラム (200 mg)	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ニルプロピル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ジルスルホニルプロピルシリル化シリカゲル混合ミニカラム (600 mg)	内径 12～13 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ニルプロピルシリル化シリカゲルの混合物 600 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。
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。
<i>o</i> -ニトロベンズアルデヒド	<i>o</i> -ニトロベンズアルデヒド (特級)
乳酸	乳酸 (特級)
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 μm) を用いる。
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。
<i>o</i> -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 (500 mg)	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 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。
プロピルスルホニルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000 mg)	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)

<i>n</i> -ヘキサン	当該農薬等の成分である物質の分析の妨害となる物質を含まないものを用いる。
ヘプタフルオロ酪酸	ヘプタフルオロ- <i>n</i> -酪酸
ヘプタンスルホン酸ナトリウム	1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム (特級)
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 (500 mg)	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。
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 (1,000 mg)	内径 8~13 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 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-ペンタノン	3-ペンタノン (特級)
<i>n</i> -ペンタン	純度 99%以上の試薬を用いる。
水	蒸留水、精製水あるいは純水などの化学分析に適したものを用いる。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、 <i>n</i> -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	当該農薬等の成分である物質の分析の妨害となる物質を含まないものを用いる。
メタノール	当該農薬等の成分である物質の分析の妨害となる物質を含まないものを用いる。
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土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)

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（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）
- ・2,2-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）
- ・Sec-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）
 - ・アセタミプリド試験法（農産物）
 - ・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）
 - ・イマザモックス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、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）
- ・エトフェンブロックス試験法（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）
- ・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）
- ・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、フルジオキシソニル、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ロラム試験法（農産物）
- ・カルプロパミド試験法（農産物）
- ・カルベンダジム、チオフアネート、チオフアネートメチル及びベノミル試験法（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）
- ・カンタキサンチン試験法（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）
- ・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）
- ・ジチオピル及びチアゾピル試験法（農産物）
- ・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）
- ・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ィソゾール試験法（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（畜水産物）

- ・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）
- ・テレフタル酸銅試験法（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）
- ・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）
- ・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）
- ・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）
- ・フルアジホップ試験法（農産物）
- ・フルオピコリド試験法（農産物）
- ・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）
- ・フルセトスルフロニ試験法（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）
- ・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）

- ・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）
- ・ミルバ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）
- ・メタルデヒド試験法（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）
- ・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）
- ・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
- ・ アゾシクロチン及びシヘキサチン試験法
- ・ 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
- ・ α -トレンボロン及び β -トレンボロン試験法
- ・ 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
- ・ プロファム試験法
- ・ マラカイトグリーン試験法

カフェンストロール試験法（畜水産物）

1. 分析対象化合物

カフェンストロール

3- (2,4,6-トリメチルフェニルスルホニル) -1,2,4-トリアゾール（以下「代謝物」という。）

2. 装置

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3に示すものを用いる。

カフェンストロール標準品 本品はカフェンストロール95%以上を含む。

代謝物標準品 本品は代謝物95%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 筋肉、肝臓、腎臓、乳、卵及び魚介類の場合

試料10.0 gに0.1 mol/L塩酸20 mLを加える。これにアセトン100 mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトンを加えて正確に200 mLとする。この4 mLを採り、水16 mLを加える。

② はちみつの場合

試料10.0 gに0.1 mol/L塩酸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、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4 mLを採り、水16 mLを加える。

③ 脂肪の場合

試料5.00 gに0.1 mol/L塩酸20 mLを加える。これにアセトン100 mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトンを加えて正確に200 mLとする。この8 mLを採り、40°C以下で濃縮し、アセトン除去する。この残留物に*n*-ヘキサン30 mLを加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30 mLずつで2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン4 mLを加えて溶かし、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。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水（1：4）混液10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル及び水（3：2）混液10 mLを注入し、流出液をアセトニトリル及び水（3：2）混液で正確に10 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

カフェンストロール標準品及び代謝物標準品のアセトニトリル及び水（3：2）混合の溶液を数点調製し、それぞれをLC-MS/MSに注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。本法に従って試

験溶液を調製した場合、試料中0.01 mg/kgに相当する試験溶液中濃度は各化合物とも0.0002 mg/Lである。なお、代謝物については、カフェンストロールに換算した値である。

6. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、5の検量線でカフェンストロール及び代謝物の含量を求める。代謝物を含むカフェンストロールの含量を求める場合には、次式により求める。

カフェンストロール（代謝物を含む。）の含量（ppm） $=A+B\times 1.395$

A：カフェンストロールの含量（ppm）

B：代謝物の含量（ppm）

7. 確認試験

LC-MS/MSにより確認する。

8. 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5 μm

カラム温度：40°C

移動相：アセトニトリル及び5 mmol/L酢酸アンモニウムの混液（1：4）から（19：1）までの濃度勾配を15分間で行い、（19：1）で5分間保持する。

イオン化モード

カフェンストロール：ESI（+）

代謝物：ESI（-）

主なイオン（ m/z ）

カフェンストロール：プリカーサーイオン 351、プロダクトイオン 100、72

代謝物：プリカーサーイオン 250、プロダクトイオン 186、131

注入量：5 μL

保持時間の目安

カフェンストロール：17分

代謝物：10分

9. 定量限界

各化合物 0.01 mg/kg（代謝物はカフェンストロール換算）

10. 留意事項

1) 試験法の概要

カフェンストロール及び代謝物を試料から塩酸酸性下でアセトンで抽出し、アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂（脂肪の場合のみ）する。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムで精製した後、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。

2) 注意点

① 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知 食安発第0604002号（平成21年6月4日）により、今回残留基準を設定するカフェンストロールとは、魚介類においては、カフェンストロール及び3-（2,4,6-トリメチルフェニル）スルホニル）-1,2,4-トリアゾールをカフェンストロール含量に換算したものの和をいい、

その他の食品については、カフェンストロールのみをいうこととされたため、魚介類についてはカフェンストロール及び代謝物について、その他の食品についてはカフェンストロールについて定量する。

- ② 代謝物は減圧濃縮時に損失しやすいため、約1 mLまで減圧濃縮した後、窒素ガスを緩やかに送って溶媒を除去する。
- ③ カフェンストロールは、メタノール又は水を含む溶媒中で室温放置すると減少する傾向がある。標準原液の調製にはこれらを含まない溶媒（アセトニトリル等）を用いる。なお、検量線用標準溶液は用時調製が望ましいが、保存する場合は冷蔵すること。また、試験溶液を保存する場合も冷蔵すること。
- ④ カフェンストロール及び代謝物の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。

カフェンストロール

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 351、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 351、プロダクトイオン 72

代謝物

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 250、プロダクトイオン 186

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 250、プロダクトイオン 131

1 1. 参考文献

なし

1 2. 類型

C

ピリフルキナゾン試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

ピリフルキナゾン

1,2,3,4-テトラヒドロ-3-[(3-ピリジルメチル)アミノ]-6-[1,2,2,2-テトラフルオロ-1-(トリフルオロメチル)エチル]キナゾリン-2-オン（以下「代謝物B」という。）

2. 装置

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3に示すものを用いる。

ピリフルキナゾン標準品 本品はピリフルキナゾン95%以上を含む。

代謝物B標準品 本品は代謝物B 95%以上を含む。

4. 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、アセトンを加えて正確に200 mLとする。この10 mLを採り、水20 mLを加える。

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、アセトンを加えて正確に200 mLとする。この5 mLを採り、水10 mLを加える。

③ 茶の場合

試料5.00 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、アセトンを加えて正確に200 mLとする。この10 mLを採り、水20 mLを加える。

2) 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 (500 mg) にアセトニトリル及び水各10 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、アセトニトリル及び水 (3 : 7) 混液10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル及び水 (1 : 1) 混液10 mLを注入し、溶出液をアセトニトリル及び水 (1 : 1) 混液で正確に10 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ピリフルキナゾン標準品及び代謝物B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、それぞれをLC-MS/MSに注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。本法に従って試験溶液を調製した場合、穀類、豆類、種実類、果実及び野菜では試料中0.01 mg/kgに相当する試験溶液中濃度は各化合物とも0.0005 mg/Lであり、茶では試料中0.02 mg/kgに相当する試験溶液中濃度は各化合物とも0.0005 mg/Lである。なお、代謝物Bについては、ピリフルキナゾンに換算した値である。

6. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、5の検量線でピリフルキナゾン及び代謝物Bの含量を求める。代謝物Bを含むピリフルキナゾンの含量を求める場合には、次式により求める。

ピリフルキナゾン（代謝物Bを含む。）の含量（ppm） = $A+B \times 1.100$

A：ピリフルキナゾンの含量（ppm）

B：代謝物Bの含量（ppm）

7. 確認試験

LC-MS/MSにより確認する。

8. 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5 mmol/L酢酸アンモニウム溶液（1：1）混液

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（*m/z*）

ピリフルキナゾン：プリカーサーイオン 465、プロダクトイオン 423、107、93、92

代謝物B：プリカーサーイオン 423、プロダクトイオン 107、93、92

注入量：10 μL

保持時間の目安

ピリフルキナゾン：8分

代謝物B：6分

9. 定量限界

各化合物 0.01 mg/kg（代謝物Bはピリフルキナゾン換算）

茶の場合は、各化合物 0.02 mg/kg（代謝物Bはピリフルキナゾン換算）

10. 留意事項

1) 試験法の概要

ピリフルキナゾン及び代謝物Bを試料からアセトンで抽出し、ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラムで精製した後、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。

2) 注意点

① メタノールの使用により、ピリフルキナゾンの一部が代謝物Bに変換される可能性がある。

② ピリフルキナゾン及び代謝物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。

ピリフルキナゾン

定量イオン（*m/z*）：プリカーサーイオン 465、プロダクトイオン 92

定性イオン（*m/z*）：プリカーサーイオン 465、プロダクトイオン 423、107、93

代謝物B

定量イオン（*m/z*）：プリカーサーイオン 423、プロダクトイオン 92

定性イオン（*m/z*）：プリカーサーイオン 423、プロダクトイオン 107、93

1 1. 参考文献

なし

1 2. 類型

C

フルシラゾール試験法（畜水産物）

1. 分析対象化合物

フルシラゾール

[ビス（4-フルオロフェニル）メチル] シラノール（以下「代謝物D」という。）

2. 装置

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3に示すものを用いる。

フルシラゾール標準品 本品はフルシラゾール98%以上を含む。

代謝物D標準品 本品は代謝物D 90%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 筋肉、肝臓、腎臓、乳、卵及び魚介類の場合

試料10.0 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、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20 mLを採り、40°C以下で約4 mLまで濃縮した後、水10 mLを加える。

② はちみつの場合

試料10.0 gに水20 mLを加え溶解する。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。ろ紙上の残留物に水10 mL及びアセトン50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトンを加えて正確に200 mLとする。この20 mLを採り、40°C以下で約4 mLまで濃縮した後、水10 mLを加える。

③ 脂肪の場合

試料5.00 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、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40 mLを採り、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に*n*-ヘキサン30 mLを加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30 mLずつで2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン4 mLを加えて溶かした後、水10 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。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水（2：3）混液10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル及び水（3：2）混液10 mLを注入し、流出液をアセトニトリル及び水（3：2）混液で正確に10 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

フルシラゾール標準品及び代謝物D標準品のアセトニトリル及び水（3：2）混液の溶液を数点調製し、それぞれをLC-MS/MSに注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。本法に従って試験溶

液を調製した場合、試料中0.01 mg/kgに相当する試験溶液中濃度は各化合物とも0.001 mg/Lである。なお、代謝物Dについては、フルシラゾールに換算した値である。

6. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、5の検量線でフルシラゾール及び代謝物Dの含量を求める。代謝物Dを含むフルシラゾールの含量を求める場合には、次式により求める。

フルシラゾール（代謝物Dを含む。）の含量（ppm）＝A+B×1.260

A：フルシラゾールの含量（ppm）

B：代謝物Dの含量（ppm）

7. 確認試験

LC-MS/MSにより確認する。

8. 測定条件

（例）

カラム：1-ジイソプロピルシリル-3-ミリスチルアミデートシリカゲル 内径2.1 mm、長さ150 mm、
粒子径5 μm

カラム温度：40°C

移動相：アセトニトリル及び5 mmol/L酢酸アンモニウムの混液（3：7）から（19：1）までの濃度勾配を15分間で行う。

イオン化モード

フルシラゾール：ESI（+）

代謝物D：ESI（-）

主なイオン（*m/z*）

フルシラゾール：プリカーサーイオン 316、プロダクトイオン 247、165

代謝物D：プリカーサーイオン 249、プロダクトイオン 153、173

注入量：10 μL

保持時間の目安

フルシラゾール：9分

代謝物D：10分

9. 定量限界

各化合物0.01 mg/kg（代謝物Dはフルシラゾール換算）

10. 留意事項

1) 試験法の概要

フルシラゾール及び代謝物D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（脂肪の場合のみ）する。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムで精製した後、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。

2) 注意点

① 代謝物Dは減圧濃縮時に損失しやすいため、約1 mLまで減圧濃縮した後、窒素ガスを緩やかに送って溶媒を除去する。

② フルシラゾール及び代謝物D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。

フルシラゾール

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 316、プロダクトイオン 247

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 316、プロダクトイオン 165

代謝物D

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 249、プロダクトイオン 153

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 249、プロダクトイオン 173

③ 試験法開発時には、代謝物Dは純度90%以上の標準品のみが入手可能であったため、3の試薬、試液では、「代謝物D標準品 本品は代謝物D 90%以上を含む。」とされたが、入手可能な場合には純度95%以上の標準品を試験に用いるのが望ましい。

1 1. 参考文献

なし

1 2. 類型

C

イミノクタジン試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

イミノクタジン

イミノクタジン三酢酸塩

イミノクタジンアルベシル酸塩

2. 装置

ポストカラム反応蛍光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ (HPLC-FL (ポストカラム))

3. 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。

0.1 mol/L 塩酸・メタノール溶液 塩酸 10 mL にメタノールを加えて 1,000 mL とする。

トリエチルアミン溶液 水酸化ナトリウム 40.0 g 及びトリエチルアミン 0.75 mL に水を加えて 1,000 mL とする。

発蛍光液 ニンヒドリン 3 g に水を加えて 1,000 mL とする。

リン酸緩衝液 (pH 6) 第1液：リン酸一カリウム 2.713 g を量り、水を加えて溶かして 1,000 mL とする。第2液：0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液を用いる。第1液 400 mL と第2液 7 mL を混和し、両液を用いて pH を 6 に調整する。

イミノクタジン三酢酸塩標準品 本品はイミノクタジン三酢酸塩 98%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 穀類、豆類、種実類、果実、野菜及び抹茶の場合

穀類、豆類及び種実類の場合は、試料 20.0 g に塩酸グアニジン 5 g、トリエチルアミン溶液 20 mL 及び水 20 mL を加え、30 分間放置する。

果実及び野菜の場合は、検体約 100 g を精密に量り、塩酸グアニジン 25 g 及びトリエチルアミン溶液 100 mL を加え、細切均一化した後、検体 20.0 g に相当する量を量り採る。

抹茶の場合は、試料 2.00 g に塩酸グアニジン 5 g、トリエチルアミン溶液 20 mL 及び水 20 mL を加え 30 分間放置する。

これに塩化ナトリウム 5 g 並びに *n*-ブタノール及び *n*-ヘキサン (1:1) 混液 100 mL を加えてホモジナイズした後、毎分 3,000 回転で 10 分間遠心分離し、上澄液をあらかじめトリエチルアミン溶液 50 mL を入れた分液漏斗に移す。残留物に *n*-ブタノール及び *n*-ヘキサン (1:1) 混液 50 mL 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。得られた上澄液を合わせ、軽く振り混ぜた後、静置し、水層を捨てる。

これに水 30 mL 及び 1 mol/L 硫酸 2 mL を加え、振とうした後、静置し、水層をとる。*n*-ブ

タノール及び *n*-ヘキサン混液層に水 20 mL 及び 1 mol/L 硫酸 0.5 mL を加え、上記と同様に操作する。得られた水層を合わせ、50°C以下で約 2 mL に濃縮する。これにリン酸緩衝液 (pH 6) 5 mL を加えた後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液を加えて pH 6 に調整する。

② 抹茶以外の茶の場合

試料 9.00 g を 100°Cの水 540 mL に浸し、室温で 5 分間放置した後、ろ過し、冷後ろ液 120 mL をあらかじめトリエチルアミン溶液 100 mL を入れた分液漏斗に移す。これに塩化ナトリウム 20 g、塩酸グアニジン 1 g 並びに *n*-ブタノール及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液 100 mL を加え、振とうした後、静置し、*n*-ブタノール及び *n*-ヘキサン混液層をあらかじめトリエチルアミン溶液 50 mL を入れた分液漏斗に移す。水層に *n*-ブタノール及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液 50 mL を加え、上記と同様に操作する。*n*-ブタノール及び *n*-ヘキサン混液層を合わせ、軽く振り混ぜた後、静置し、水層を捨てる。

これに水 30 mL 及び 1 mol/L 硫酸 2 mL を加え、振とうした後、静置し、水層をとる。*n*-ブタノール及び *n*-ヘキサン混液層に水 20 mL 及び 1 mol/L 硫酸 0.5 mL を加え、上記と同様に操作する。得られた水層を合わせ、50°C以下で約 2 mL に濃縮する。これにリン酸緩衝液 (pH 6) 5 mL を加えた後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液を加えて pH 6 に調整する。

2) 精製

カルボキシエチルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000 mg) に、メタノール及び水各 10 mL を順次注入し、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、リン酸緩衝液 (pH 6) 5 mL を注入し、流出液は捨てる。0.1 mol/L 塩酸・メタノール溶液 10 mL を注入し、溶出液を 40°C以下で濃縮し、塩酸及びメタノールを除去する。この残留物を 8. 測定条件の移動相に溶解し、正確に 5 mL としたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

イミノクタジン三酢酸塩標準品を 8. 測定条件の移動相で調製した溶液を数点調製し、それぞれ HPLC-FL (ポストカラム) 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、穀類、豆類、種実類、果実及び野菜では試料中 0.02 mg/kg に相当する試験溶液中濃度は 0.08 mg/L であり、茶では試料中 0.2 mg/kg に相当する試験溶液中濃度は 0.08 mg/L である。

6. 定量

試験溶液を HPLC-FL (ポストカラム) に注入し、5. の検量線でイミノクタジン三酢酸塩の含量を求め、次式により、イミノクタジンの含量を求める。

$$\text{イミノクタジンの含量 (ppm)} = \text{イミノクタジン三酢酸塩の含量 (ppm)} \times 0.6637$$

7. 確認試験

HPLC-FL (ポストカラム) により確認する。

8. 測定条件

(例)

検出器：FL (励起波長 395 nm、蛍光波長 500 nm)

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 150 mm、粒子径 5 μm

カラム温度：50℃

移動相：過塩素酸ナトリウム 14.1 g、水酸化ナトリウム 400 mg 及び乳酸 1.8 mL に水を加えて 1,000 mL とする。この溶液 850 mL にアセトニトリル 250 mL を加える。

蛍光反応槽：移動相に対し 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム溶液及び発蛍光液を注入する。注入量を一定に保つ。

蛍光反応槽温度：60℃

注入量：20 μL

保持時間の目安：約 11 分

9. 定量限界

0.02 mg/kg (茶の場合は 0.2 mg/kg)

10. 留意事項

1) 試験法の概要

イミノクタジンを試料からトリエチルアミン塩基性下で *n*-ブタノール及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液で抽出し、カルボキシエチルシリル化シリカゲルミニカラムで精製した後、HPLC-FL (ポストカラム) で定量及び確認する方法である。

2) 注意点

- ① イミノクタジンは、イミノクタジン三酢酸塩の定量を行い、これに係数を乗じてイミノクタジンの含量に換算した値を分析値とする。イミノクタジンの分析値には、イミノクタジン、イミノクタジン三酢酸塩及びイミノクタジンアルベシル酸塩が含まれる。
- ② イミノクタジンは塩基性状態でガラスに吸着されやすいため、抽出及び洗浄の操作時に、あらかじめトリエチルアミン溶液を添加してガラス器具のシラノール基を隠蔽しておく必要がある。また、植物成分への吸着を防止するため、検体の細切均一化時に塩酸グアニジンを追加する。
- ③ *n*-ブタノール及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液は比較的粘度が高いため、ホモジナイザーを用いて 3 分以上ホモジナイズする。特に果実試料の場合は混ざりにくいので注意する。
- ④ 蛍光強度は発蛍光液の流速によって変動するので、最適な流速を選択し一定に保つ。

1 1. 参考文献

なし

1 2. 類型

A