

生食発0615第3号  
平成30年6月15日

各 検疫所長 殿

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た。

関係者へ周知するとともに、その運用に遺漏なきよう取り計らわたい。

#### 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、「エチプロール試験法（水産物）」を廃止し、以下に掲げる3つの試験法を「第3章 個別試験法」に追加すること。

- ・エチプロール試験法（畜水産物）
- ・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）

## 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）
- ・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）
- ・イマズスルフロロン及びベンスルフロロンメチル試験法（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（水産物）~~
- ・**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）
- ・オキスポコナゾールフマル酸塩試験法（農産物）

- ・オキシソリニック酸試験法（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）
- ・トルフェンピラト試験法（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）
- ・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）
- ・ヘキサジノン試験法（畜産物）
- ・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
- ・  $\alpha$ -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

## エチプロール試験法（畜水産物）

## 1. 分析対象化合物

エチプロール

## 2. 適用食品

畜水産物

## 3. 装置

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

## 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。

エチプロール標準品 本品はエチプロール 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 10.0 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。この溶液から正確に 40 mL を分取し、40°C以下で約 2 mL まで濃縮する。これに 10 w/v%塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン（1：1）混液 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 *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ニトリルを加えて溶かし、正確に 6 mL とする。この溶液から正確に 3 mL を分取し、さらに水 7 mL を加える。

## ② はちみつの場合

試料 10.0 g に水 10 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。この溶液から正確に 40 mL を分取し、40°C以下で約 2 mL まで濃縮する。これに 10 w/v%塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン（1：1）混液 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を加えて溶かし、正確に 6 mL とする。この溶液から正確に 3 mL を分取し、さらに水 7 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 (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。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（1：1）混液 10 mL を注入し、溶出液にアセトニトリル及び水（1：1）混液を加えて正確に 10 mL としたものを試験溶液とする。

## 6. 検量線の作成

エチプロール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 又は LC-MS/MS に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。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 又は LC-MS/MS に注入し、6 の検量線でエチプロールの含量を求める。

## 8. 確認試験

LC-MS 又は LC-MS/MS により確認する。

## 9. 測定条件

（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 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混液（3：7）から（9：1）までの濃度勾配を 22 分間で行い、（9：1）で 3 分間保持する。

イオン化モード

1) LC-MS の場合 ESI（-）、ESI（+）

2) LC-MS/MS の場合 ESI（-）

主なイオン ( $m/z$ )

1) LC-MS の場合：395（-）、397（+）

2) LC-MS/MS の場合：プリカーサーイオン 395、プロダクトイオン 330、262、250

注入量：5 µL

保持時間の目安：14 分

## 10. 定量限界

0.01 mg/kg

## 11. 留意事項

### 1) 試験法の概要

エチプロール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（1：1）混液に転溶する。アセトニトリル/ヘキサン分配により脱脂した後、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 又は LC-MS/MS で定量及び確認する方法である。

### 2) 注意点

- ① エチプロールの LC-MS 又は 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。

LC-MS の場合

定量イオン ( $m/z$ )：395（-）

定性イオン ( $m/z$ )：397（+）

LC-MS/MS の場合

定量イオン ( $m/z$ )：プリカーサーイオン 395、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 395、プロダクトイオン 262、250

- ② LC-MS の場合、主なイオンの他に確認できるイオンとして、ESI（-）においては  $m/z$  397 が、ESI（+）においては  $m/z$  399 がある。

- ③ 使用する機種によって ESI ポジティブモードでの感度が低い場合がある。その場合、以下の条件を用いるとエチプロールを感度良く測定できることがある。

#### 測定条件

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・メタノール溶液混液（7：3）から（1：99）までの濃度勾配を 15 分間で行い、（1：99）で 5 分間保持する。

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（ $m/z$ ）

i) LC-MS の場合：399、397

ii) LC-MS/MS の場合：プリカーサーイオン 397、プロダクトイオン 351、255

注入量：5  $\mu$ L

保持時間の目安：14 分

- ④ 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、はちみつ、うなぎ、さけ及びしじみ

#### 12. 参考文献

厚生労働省食安全部 食安発第 0124004 号「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」（エチプロール試験法）（平成 17 年 1 月 24 日）

#### 13. 類型

C

## ピラスルホトール試験法（農産物）

## 1. 分析対象化合物

ピラスルホトール

(5-ヒドロキシ-3-メチル-1*H*-ピラゾール-4-イル) [2- (メチルスルホニル) -4- (トリフルオロメチル) フェニル] メタノン (以下、「代謝物M1」という。)

3-メチル-4-{ [2- (メチルスルホニル) -4- (トリフルオロメチル) フェニル] カルボニル }-1*H*-ピラゾール-5-イル D-グルコピラノシド (以下「代謝物M2」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。

ピラスルホトール標準品 本品はピラスルホトール 98%以上を含む。

代謝物M1標準品 本品は代謝物M1 98%以上を含む。

## 5. 試験溶液の調製

## 1) 抽出

## ① 穀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。これにアセトニトリル、水及び塩酸 (10 : 5 : 1) 混液100 mLを加え、ホモジナイズした後、毎分2,500回転で5分間遠心分離し、上澄液を採る。残留物にアセトニトリル、水及び塩酸 (10 : 5 : 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。上澄液を採り、先の上澄液に合わせた後、アセトニトリル、水及び塩酸 (10 : 5 : 1) 混液を加えて正確に200 mLとする。

この溶液から正確に10 mLを分取し、60°Cの水浴中で30分間加熱した後、10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mL、塩酸5 mL及び*n*-ヘキサン50 mLを加え、振とうし、ヘキサン層を除去する。

水層を酢酸エチル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ン5 mLを加えて溶かす。

## ② 豆類の場合

試料10.0 gに水20 mLを加え、30分間放置する。これにアセトニトリル、水及び塩酸 (10 : 5 : 1) 混液100 mLを加え、ホモジナイズした後、毎分2,500回転で5分間遠心分離し、上澄液を採る。残留物にアセトニトリル、水及び塩酸 (10 : 5 : 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。上澄液を採り、先の上澄液に合わせた



後、アセトニトリル、水及び塩酸（10：5：1）混液を加えて正確に200 mLとする。

この溶液から正確に2 mLを分取し、60°Cの水浴中で30分間加熱した後、10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mL、塩酸5 mL及び*n*-ヘキサン50 mLを加え、振とうし、ヘキサン層を除去する。

水層を酢酸エチル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ン5 mLを加えて溶かす。

### ③ 果実及び野菜の場合

試料20.0 gにアセトニトリル、水及び塩酸（10：5：1）混液100 mLを加え、ホモジナイズした後、毎分2,500回転で5分間遠心分離し、上澄液を採る。残留物にアセトニトリル、水及び塩酸（10：5：1）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。上澄液を採り、先の上澄液に合わせた後、アセトニトリル、水及び塩酸（10：5：1）混液を加えて正確に200 mLとする。

この溶液から正確に5 mLを分取し、60°Cの水浴中で30分間加熱した後、10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mL、塩酸5 mL及び*n*-ヘキサン50 mLを加え、振とうし、ヘキサン層を除去する。

水層を酢酸エチル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ン5 mLを加えて溶かす。

### ④ 茶の場合

試料5.00 gに水20 mLを加え、30分間放置する。これにアセトニトリル、水及び塩酸（10：5：1）混液100 mLを加え、ホモジナイズした後、毎分2,500回転で5分間遠心分離を行い、上澄液を採る。残留物にアセトニトリル、水及び塩酸（10：5：1）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。上澄液を採り、先の上澄液に合わせた後、アセトニトリル、水及び塩酸（10：5：1）混液を加えて正確に200 mLとする。

この溶液から正確に4 mLを分取し、60°Cの水浴中で30分間加熱した後、10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mL、塩酸5 mL及び*n*-ヘキサン50 mLを加え、振とうし、ヘキサン層を除去する。

水層を酢酸エチル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ン5 mLを加えて溶かす。

## 2) 精製

グラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム（500 mg/500 mg）にメタノール及びアセトン各10 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、アセトン10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いでメタノール及び塩酸（99：1）混液 30 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解し、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

ピラスルホトール標準品及び代謝物M1標準品をそれぞれアセトンに溶かして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、豆類及び茶以外にあつては試料中0.01 mg/kgに相当する試験溶液中濃度は各化合物0.001 mg/Lである。豆類及び茶にあつては、試料中0.05 g/kgに相当する試験溶液中濃度は各化合物0.001 mg/Lである。

## 7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6の検量線でピラスルホトール及び代謝物M1（代謝物M2を含む）の含量を求める。代謝物M1を含むピラスルホトールの含量を求める場合には、次式により求める。

ピラスルホトール（代謝物M1を含む。）の含量（ppm）=A+B×1.040

A：ピラスルホトールの含量（ppm）

B：代謝物M1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2.1 mm、長さ150 mm、粒子径5 µm

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（17：3）から（1：1）までの濃度勾配を14分間で行った後、（1：19）までの濃度勾配を0.1分間で行い、（1：19）で5分間保持する。

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（*m/z*）

ピラスルホトール：プリカーサーイオン 363、プロダクトイオン 251、144

代謝物M1：プリカーサーイオン 349、プロダクトイオン 251、144

注入量：5 µL

保持時間の目安

ピラスルホトール：12分

代謝物M1：11分

## 10. 定量限界

ピラスルホトール：0.01 mg/kg（豆類及び茶以外）、0.05 mg/kg（豆類及び茶）

代謝物M1：0.01 mg/kg（豆類及び茶以外）、0.05 mg/kg（豆類及び茶）

## 11. 留意事項

### 1) 試験法の概要

ピラسلホトール、代謝物M1及び代謝物M2を試料からアセトニトリル、水及び塩酸(10:5:1)混液で抽出した後、加熱して代謝物M2を代謝物M1に加水分解する。*n*-ヘキサンで洗浄した後、酢酸エチルに転溶する。グラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムで精製した後、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。なお、ピラسلホトール及び代謝物M1(代謝物M2を含む。)のそれぞれについて定量を行い、代謝物M1を含むピラسلホトールの含量を求める場合には、代謝物M1の含量に換算係数を乗じてピラسلホトール含量に変換し、これらの和を分析値とする。

### 2) 注意点

① ピラسلホトール及び代謝物M1はケイソウ土への吸着があるため、抽出後はケイソウ土を用いた吸引ろ過を避け、また、試料によってはケイソウ土を使用しないと目詰まりすることもあるため、遠心分離後に上澄液上清を分取する方法とした。

② LC-MS/MS測定で、試験法開発時に使用したのイオンを以下に示す。

ピラسلホトール

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 251

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 144

代謝物M1

定量イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 349、プロダクトイオン 251

定性イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 349、プロダクトイオン 144

③ ESI (-) モードでの測定条件

LC-MS/MS測定で、試験法開発時に検討したESI (-) モードでのイオンを以下に示す。

主なイオン ( $m/z$ )

ピラسلホトール : プリカーサーイオン361、プロダクトイオン79

代謝物M1 : プリカーサーイオン347、プロダクトイオン267、64

④ 定量限界について

試験法開発時に玄米、大豆、ばれいしょ、ほうれんそう、キャベツ、りんご、オレンジ、茶(煎茶)、小麦、ライ麦及びごまについて検討した。これらの農産物の中で大豆及び茶(煎茶)では、0.01 mg/kg相当添加時の真度が目標値に達しなかった。0.05 mg/kg相当添加時の真度は目標値に達していたため、豆類及び茶の定量限界は0.05 mg/kgに設定した。

⑤ 試験法開発時に検討した食品 : 玄米、大豆、ばれいしょ、ほうれんそう、キャベツ、りんご、オレンジ、茶、小麦、ライ麦及びごま

## 12. 参考文献

なし

13. 類型

C

## ピラスルホトール試験法（畜水産物）

## 1. 分析対象化合物

ピラスルホトール

(5-ヒドロキシ-3-メチル-1*H*-ピラゾール-4-イル) [2- (メチルスルホニル) -4- (トリフルオロメチル) フェニル] メタノン (以下「代謝物M1」という。)

## 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。

ピラスルホトール標準品 本品はピラスルホトール 98%以上を含む。

代謝物M1標準品 本品は代謝物M1 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、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、毎分2,500回転で5分間遠心分離し、アセトン層を採る。残留物にアセトン50 mLを加えてホモジナイズした後、上記と同様に遠心分離する。アセトン層を採り、先のアセトン層と合わせた後、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10 mLを分取し、10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mL、塩酸5mL及び*n*-ヘキサン50 mLを加え、5分間振とうし、ヘキサン層を除去する。

水層を酢酸エチル100 mL及び50 mLで2回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン5 mLを加えて溶かす。

## ② はちみつの場合

試料10.0 gに水20 mLを加えて溶かす。これにアセトン100 mLを加え、ホモジナイズした後、毎分2,500回転で5分間遠心分離し、アセトン層を採る。残留物にアセトン50 mLを加えてホモジナイズした後、上記と同様に遠心分離する。アセトン層を採り、先のアセトン層と合わせた後、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10 mLを分取し、10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mL、塩酸5mL及び*n*-ヘキサン50 mLを加え、5分間振とうし、ヘキサン層を除去する。

水層を酢酸エチル100 mL及び50 mLで2回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウ

ムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン5 mLを加えて溶かす。

### 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、毎分2,500回転で5分間遠心分離し、アセトン層を採る。残留物にアセトン50 mLを加えてホモジナイズした後、上記と同様に遠心分離する。アセトン層を採り、先のアセトン層と合わせた後、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20 mLを分取し、10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mL、塩酸5mL及び*n*-ヘキサン50 mLを加え、5分間振とうし、ヘキサン層を除去する。

水層を酢酸エチル100 mL及び50 mLで2回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン5 mLを加えて溶かす。

## 2) 精製

グラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム (500 mg/500 mg) にメタノール及びアセトン各10 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、アセトン10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いでメタノール及び塩酸 (99 : 1) 混液 30 mL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

ピラスルホトール標準品及び代謝物M1標準品をそれぞれアセトンに溶かして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0.01 mg/kgに相当する試験溶液中濃度は各化合物0.001 mg/Lである。

## 7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6の検量線でピラスルホトール及び代謝物M1の含量を求める。代謝物M1を含むピラスルホトールの含量を求める場合には、次式により求める。

ピラスルホトール (代謝物M1を含む。) の含量 (ppm) =A+B×1.040

A : ピラスルホトールの含量 (ppm)

B : 代謝物M1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2.1 mm、長さ150 mm、粒子径5  $\mu\text{m}$

カラム温度：40°C

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（17：3）から（1：1）までの濃度勾配を14分間で行った後、（1：19）までの濃度勾配を0.1分間で行い、（1：19）で5分間保持する。

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（ $m/z$ ）

ピラスルホトール：プリカーサーイオン 363、プロダクトイオン 251、144

代謝物M1：プリカーサーイオン 349、プロダクトイオン 251、144

注入量：5  $\mu\text{L}$

保持時間の目安

ピラスルホトール：12分

代謝物M1：11分

## 10. 定量限界

ピラスルホトール：0.01 mg/kg

代謝物M1：0.01 mg/kg

## 11. 留意事項

### 1) 試験法の概要

ピラスルホトール及び代謝物M1を試料からアセトンで抽出し、*n*-ヘキサンで洗浄した後、酢酸エチルに転溶する。グラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムで精製した後、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。なお、ピラスルホトール及び代謝物M1のそれぞれについて定量を行い、代謝物M1を含むピラスルホトールの含量を求める場合には、代謝物M1の含量に換算係数を乗じてピラスルホトール含量に変換し、これらの和を分析値とする。

### 2) 注意点

① ピラスルホトール及び代謝物M1はケイソウ土への吸着があるため、抽出後はケイソウ土を用いた吸引ろ過を避け、また、試料によってはケイソウ土を使用しないと目詰まりすることもあるため、遠心分離後に上澄液を分取する方法とした。

② LC-MS/MS測定で、試験法開発時に使用したのイオンを以下に示す。

ピラスルホトール

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 251

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 144

代謝物M1

定量イオン（ $m/z$ ）：プリカーサーイオン 349、プロダクトイオン 251

定性イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 349、プロダクトイオン 144

③ ESI (-) モードでの測定条件

LC-MS/MS測定で、試験法開発時に検討したESI (-) モードでのイオンを以下に示す。

主なイオン ( $m/z$ )

ピラスルホトール : プリカーサーイオン361、プロダクトイオン79

代謝物M1 : プリカーサーイオン347、プロダクトイオン267、64

④ 試験法開発時に検討した食品 : 牛の筋肉、鶏の筋肉、牛の脂肪、牛の肝臓、サケ、うなぎ、しじみ、牛乳、鶏卵及びはちみつ

12. 参考文献

なし

13. 類型

C