

生食発1025第2号
平成30年10月25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。

- ・ E P T C 試験法（畜水産物）
- ・ イプフェンカルバゾン試験法（畜水産物）
- ・ ナラシン試験法（畜産物）
- ・ メタゾスルフロン試験法（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）
- ・ 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、 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）
- ・イブフェンカルバゾン試験法（畜水産物）
- ・イブロジオン試験法（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）
- ・イマゾ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、クロルプロファム、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）

・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）
- ・プ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

EPTC 試験法(畜水産物)

1. 分析対象化合物

EPTC

2. 適用食品

畜水産物

3. 装置

アルカリ熱イオン化検出器付きガスクロマトグラフ (GC-FTD) 又は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ (GC-NPD)

ガスクロマトグラフ・質量分析計 (GC-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。

合成ケイ酸マグネシウムミニカラム (1,000 mg) 内径 12~13 mm のポリエチレン製の
カラム管に、合成ケイ酸マグネシウム 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。

EPTC 標準品 本品は EPTC を 98%以上含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 筋肉、脂肪、肝臓、腎臓及び魚介類の場合

脂肪以外の場合は試料 20.0 g を量り採る。脂肪の場合は、5.00 g を量り採る。

これに水 20 mL を加え、ホモジナイズした後、アセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 2) 混液 100 mL を加え、さらにホモジナイズした後、毎分 2,500 回転で 5 分間遠心分離し、有機層を採る。残留物に *n*-ヘキサン 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。得られた有機層を合わせ、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する。ろ液に 2 vol% ジエチレングリコール・アセトン溶液 2 mL を加え、40°C 以下で約 2 mL まで濃縮する。窒素気流下で溶媒を除去した後、残留物の重量を測定し、これを抽出脂肪重量とする。

脂肪以外の場合は残留物をアセトン及びシクロヘキサン (1 : 4) 混液に溶かし、正確に 20 mL とする。(抽出脂肪重量が 2.0 g を超える場合は、溶液の抽出脂肪濃度が 0.10 g/mL 以下となるように液量を増やす。) 脂肪の場合は、残留物に溶液の抽出脂肪濃度が 0.10 g/mL 以下となるようにアセトン及びシクロヘキサン (1 : 4) 混液を加えて溶かす。

② 乳及び卵の場合

試料 20.0 g にアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 2) 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、有機層を採る。残留物に、卵は *n*-ヘキサン 50 mL、乳の場合はアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 4) 混液 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。得られた有機層を合わせ、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する。ろ液に 2 vol% ジエチレングリコール・アセトン溶液 2 mL を加え、40°C 以下で約 2 mL まで濃縮する。窒素気流下で溶媒を除去した後、残留物の重量を測定し、これを抽出脂肪重量とする。残留物をアセトン及びシクロヘキサン (1 : 4) 混液に溶かし、正確に 20 mL とする。(抽出脂肪重量が 2.0 g を超える場合は、溶液の抽出脂肪濃度が 0.10 g/mL 以下となるように液量を増やす。)

③ はちみつの場合

試料 20.0 g に水 20 mL を加えて溶かす。これにアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 2) 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、有機層を採る。残留物に *n*-ヘキサン 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。得られた有機層を合わせ、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する。ろ液を 40°C 以下で約 2 mL まで濃縮し、*n*-ヘキサンで正確に 20 mL とする。

2) 精製

① 筋肉、脂肪、肝臓、腎臓、魚介類、乳及び卵の場合

a ゲル浸透クロマトグラフィー

1) で得られた溶液を毎分 3,000 回転で 5 分間遠心分離し、その上澄液 5.0 mL をゲル浸透クロマトグラフィー用カラム (スチレンジビニルベンゼン共重合体カラム) に注入し、アセトン及びシクロヘキサン (1 : 4) 混液で溶出する。アクリナトリンの保持時間からトリシクラゾールの溶出終了までの溶出液を採り、40°C 以下で約 2 mL まで濃縮し、*n*-ヘキサン 5 mL を加えて混和する。

b 合成ケイ酸マグネシウムカラムクロマトグラフィー

合成ケイ酸マグネシウムミニカラム (1,000 mg) にエーテル 5 mL 及び *n*-ヘキサン 15 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに a で得られた溶液を注入した後、さらにエーテル及び *n*-ヘキサン (3 : 7) 混液 5 mL を注入し、全溶出液を 40°C 以下で約 1 mL まで濃縮し、アセトンで正確に 5 mL としたものを試験溶液とする。

② はちみつの場合

合成ケイ酸マグネシウムミニカラム (1,000 mg) にエーテル 5 mL 及び *n*-ヘキサン 15 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに 1) で得られた溶液から正確に 5 mL を分取して注入した後、さらにエーテル及び *n*-ヘキサン (3 : 7) 混液 5 mL を注入し、全溶出液を 40°C 以下で約 1 mL まで濃縮し、アセトンで正確に 5 mL としたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

EPTC 標準品のアセトン溶液を数点調製し、それぞれ GC-FTD 又は GC-NPD 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 (脂肪等を除く) 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 GC-FTD 又は GC-NPD に注入し、6 の検量線で EPTC の含量を求める。

8. 確認試験

GC-MS により確認する。

9. 測定条件

(例)

GC

検出器 : NPD

カラム : 5%フェニル-メチルシリコン 内径 0.25 mm、長さ 30 mm、膜厚 0.25 µm

カラム温度 : 60°C (2分) -15°C/分-200°C (2分) -5°C/分-280°C (10分)

注入口温度 : 250°C

検出器温度 : 300°C

キャリアーガス : ヘリウム

注入量 : 1 µL

保持時間の目安 : 10分

GC-MS

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*) : 189、160、132、128

注入量：1 μ L

保持時間の目安：8分

10. 定量限界

0.01 mg/kg (脂肪の場合は 0.02 mg/kg)

11. 留意事項

1) 試験法の概要

EPTC を試料からアセトン及び *n*-ヘキサン (1:2) 混液で抽出し、ゲル浸透クロマトグラフィー及び合成ケイ酸マグネシウムカラム (はちみつの場合はゲル浸透クロマトグラフィーを省略する) で精製した後、GC-FTD 又は GC-NPD で定量し、GC-MS で確認する方法である。

2) 注意点

- ① EPTC は蒸気圧が高いので濃縮時に揮散しやすい。抽出後の減圧濃縮ではキーパーとしてジエチレングリコールを加え、溶媒を約 2 mL 残し、窒素気流を用いて穏やかに溶媒を除去する。精製操作後の減圧濃縮では乾固をしないよう十分注意する。
- ② 5. 2) ① b で、a で得られた溶液をカラムに注入するときは、a の容器を *n*-ヘキサン 1 mL で 2 回洗い込む。
- ③ ゲル浸透クロマトグラフィー条件の例を以下に示す。

カラム：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) に
ガードカラムとして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 100 mm) を接続したもの、又は同等品

移動相：アセトン及びシクロヘキサン (1:4) 混液

流速：5 mL/min

カラム温度：40°C

注入量：5.0 mL

モニター波長：254 nm

分取範囲：次の方法によりあらかじめ決定しておく。

アクリナトリン及びトリシクラゾールの 5 mg/L 混合溶液を移動相で調製し、その 5.0 mL をゲル浸透クロマトグラフィー用カラムに注入して 254 nm でモニターし、溶出位置を確認する。溶出液を適当な間隔で分取して GC 又は GC-MS で測定するなど他の適切な方法を用いてもよい。

分取範囲 (アクリナトリンの保持時間からトリシクラゾールの溶出が終了するまで) の例を図 1 に示した。

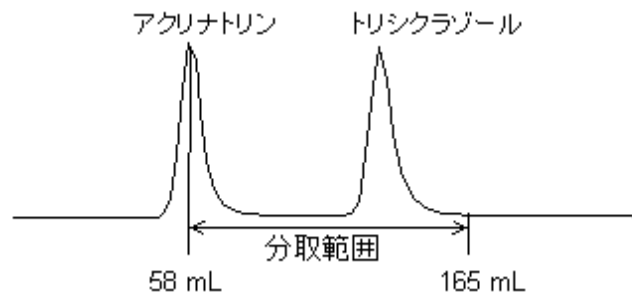


図1 分取範囲の例
(例) 58~165 mL (合計 107 mL)

- ④ 脂肪含有量が高い試料では、試験溶液の濃縮倍率が低くなる。その際、目標の測定感度が得られない場合には、抽出脂肪を用いてゲル浸透クロマトグラフィー以降の操作を複数回繰り返し、合成ケイ酸マグネシウムミニカラム精製後の溶出液を合わせて試験溶液とする。また必要に応じて、適宜、試験溶液の濃縮倍率を調整する。例えば、脂肪の場合は抽出脂肪重量が 4 g を超えるので、重量測定後、残留物をアセトン及びシクロヘキサン (1 : 4) 混液に溶かし、正確に 50 mL とする。この溶液についてゲル浸透クロマトグラフィー以降の操作を 2 回繰り返し、合成ケイ酸マグネシウムミニカラム精製後の溶出液を合わせる。
- ⑤ 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、豚の筋肉、さけ、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

イプフェンカルバゾン試験法（畜水産物）

1. 分析対象化合物

イプフェンカルバゾン

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。

イプフェンカルバゾン標準品 本品はイプフェンカルバゾン 98 %以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 筋肉、脂肪、内臓、卵、乳及び魚介類の場合

脂肪以外の場合は試料 10.0 g を、脂肪の場合は試料 5.00 g を量り採り、アセトン及び *n*-ヘキサン（1：2）混液 70 mL を加え、ホモジナイズする。毎分 3,000 回転で 5 分間遠心分離し、有機層を採る。残留物にアセトン及び *n*-ヘキサン（1：2）混液 30 mL を加え、ホモジナイズした後、同様に遠心分離する。有機層を先の有機層に合わせ、アセトン及び *n*-ヘキサン（1：2）混液を加えて正確に 100 mL とする。この溶液から、脂肪以外の場合は正確に 10 mL を、脂肪の場合は正確に 20 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 20 mL を加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル 20 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及び *n*-ヘキサン（1：9）混液 5 mL を加えて溶かす。

② はちみつの場合

試料 10.0 g に水 6 mL を加えて溶かした後、アセトン及び *n*-ヘキサン（1：2）混液 70 mL を加え、ホモジナイズする。毎分 3,000 回転で 5 分間遠心分離し、有機層を採る。残留物にアセトン及び *n*-ヘキサン（1：2）混液 30 mL を加え、ホモジナイズした後、同様に遠心分離する。有機層を先の有機層に合わせ、アセトン及び *n*-ヘキサン（1：2）混液を加えて正確に 100 mL とする。この溶液から正確に 10 mL を分取し、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン及び *n*-ヘキサン（1：9）混液 5 mL を

加えて溶かす。

2) 精製

① 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、アセトン及び *n*-ヘキサン各 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、アセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 9) 混液 5 mL を注入し、負荷液を含む全溶出液を採り、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル及び水 (3 : 7) 混液 5 mL を加えて溶かす。

② 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 (500 mg) に、アセトニトリル及び水各 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、アセトニトリル及び水 (3 : 7) 混液 5 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、溶出液をアセトニトリル及び水 (3 : 21) 混液で正確に 10 mL としたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

イプフェンカルバゾン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 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の検量線でイプフェンカルバゾンの含量を求める。

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 100 mm、粒子径 3.5 µm

カラム温度 : 40°C

移動相 : 0.01 vol% 酢酸・アセトニトリル溶液及び 0.01 vol% 酢酸の混液 (1 : 1) で 0.5 分間保持した後、(4 : 1) までの濃度勾配を 7.5 分間で行い 4 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 427、プロダクトイオン 198
プリカーサーイオン 429、プロダクトイオン 198

注入量 : 5 μ L

保持時間の目安 : 6 分

10. 定量限界

0.01 mg/kg

11. 留意事項

1) 試験法の概要

イプフェンカルバゾンを試料からアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 2) 混液で抽出し、アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂し、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及び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 イプフェンカルバゾンの 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 427、プロダクトイオン 198

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 429、プロダクトイオン 198

- 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、鶏卵、はち

みつ、うなぎ及びしじみ

12. 参考文献

なし

13. 類型

C

ナラシン試験法（畜産物）

1. 分析対象化合物

ナラシン A

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。

ナラシン A 標準品 本品はナラシン A85%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料 10.0 g を量り採る。これにメタノール 50 mL を加え、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、メタノール層を採る。残留物にメタノール 30 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。メタノール層を採り、先のメタノール層と合わせ、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この溶液から正確に 5 mL を分取し、水 1 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) にメタノール 5 mL、水及びメタノール (1 : 9) 混液 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、水及びメタノール (1 : 9) 混液 5 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、水及びメタノール (1 : 19) 混液 10 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

ナラシン A 標準品のアセトニトリ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 0.005 mg/kg に相当する試験溶液中の濃度は 0.0025 mg/L である。

7. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、6 の検量線でナラシン A 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：オクチ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：0.1 vol% ギ酸・アセトニトリル溶液及び 0.1 vol% ギ酸の混液 (4 : 1) から (19 : 1) までの濃度勾配を 5 分間で行う。

イオン化モード：ESI (－)

主なイオン (m/z)：プリカーサーイオン 764、プロダクトイオン 255、87

注入量：5 μL

保持時間の目安：3 分

10. 定量限界

0.005 mg/kg

11. 留意事項

1) 試験法の概要

ナラシン A を試料からメタノールで抽出する。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 ナラシン A 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 764、プロダクトイオン 87

定性イオン (m/z)：プリカーサーイオン 764、プロダクトイオン 255

② 試験法開発時に検討した食品：牛の筋肉、牛の脂肪及び牛の肝臓

③ 試験法開発時には、ナラシン A 標準品は高純度の標準品が入手できなかったため、4. 試薬、試液では「ナラシン A 標準品 本品はナラシン A 85%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ことが望ましい。

12. 参考文献

なし

13. 類型

C

メタゾスルフロン試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

メタゾスルフロン

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。

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 のポリプロピ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各 500 mg 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。

メタゾスルフロン標準品 本品はメタゾスルフロン 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 を量り採る。穀類、豆類及び種実類の場合は試料 10.0 g、茶の場合は試料 5.00 g にそれぞれ水 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 10 mL を分取し、2 mol/L 塩酸 0.2 mL 及び飽和塩化ナトリウム溶液 10 mL を加え、*n*-ヘキサン 10 mL で振とう抽出した後、毎分 3,000 回転で 5 分間遠心分離し、有機層を採る。水層に *n*-ヘキサン 10 mL を加えて振とう抽出し、上記と同様に遠心分離し、有機層を採り、得られた有機層を先の有機層に合わせる。

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）にアセトン及び *n*-ヘキサン各 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、5 vol% ギ酸・アセトン溶液 10 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、果実及び野菜の場合は正確に10 mL、穀類、豆類及び種実類の場合は正確に5 mL、茶の場合は正確に2.5 mLとしたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

メタゾスルフロン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の検量線でメタゾスルフロンの含量を求める。

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100 mm、粒子径3 µm

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル、2 vol%酢酸及び水（10：1：9）混液で0.5分間保持した後、

（18：1：1）までの濃度勾配を9.5分間で行い3分間保持する

または、0.1 vol%酢酸及び0.1 vol%酢酸・アセトニトリル溶液（1：1）混液で

0.5分間保持した後、（1：9）までの濃度勾配を9.5分間で行い3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 476、プロダクトイオン 182

プリカーサーイオン 478、プロダクトイオン 182

注入量：5 µL

保持時間の目安：9分

10. 定量限界

0.01 mg/kg

11. 留意事項

1) 試験法の概要

メタゾスルフロンを試料からアセトンで抽出し、塩酸酸性下*n*-ヘキサンに転溶した後、グラファイカーボン/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。

2) 注意点

- ① メタゾスルフロンの LC-MS/MS の測定で、試験法開発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 476、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 478、プロダクトイオン 182

- ② 試験法開発時に検討した食品：玄米、大豆、ほうれんそう、キャベツ、ばれいしょ、オレンジ、りんご、茶

12. 参考文献

なし

13. 類型

C