

食安発第0626002号
平成21年6月26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. 目次を別紙1のとおり改める。なお、改正部分を下線で示す。
2. 第3章個別試験法中「エチプロール試験法」に係る部分の次に別紙2の「エチプロール試験法（水産物）」を加える。また、「エチプロール試験法」の標題を「エチプロール試験法（農産物）」（別紙3）に改める。なお、「エチプロール試験法（水産物）」の開発に当たっては、1機関の結果であるが、うなぎ、さけ及びしじみについて、本試験法が適用可能であることが確認されており、本試験法の実施に際しては、参考とされたい。

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、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
- ・ 2,4-D、2,4-DB 及びクロプロロップ試験法
- ・ 2,2-DPA 試験法
- ・ DCIP 試験法
- ・ DBEDC 試験法
- ・ 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、フェニトロチオン、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
- ・ EPTC 試験法

- ・ MCPA及びジカンバ試験法
- ・ Seepチルアミン試験法
- ・ 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、ピフェントリン、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
- ・ アシベンゾラルSメチル試験法
- ・ 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
- ・ アシュラム試験法
- ・ アセキノシル試験法
- ・ アセタミプリド試験法
- ・ アセフェート、オメトエート及びメタミドホス試験法
- ・ 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
- ・ アミトラズ試験法
- ・ 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
- ・ アラニカルブ試験法
- ・ アルジカルブ、アルジカルブスルホキシド、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、フェノブカルブ及びベンダイオカルブ試験法
- ・ 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
- ・ アンプロリウム及びデコキネート試験法
- ・ 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
- ・ 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
- ・ イソフェンホス試験法
- ・ イソメタミジウム試験法
- ・ イナベンフィド試験法
- ・ イプロジオン試験法
- ・ 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
- ・ イマザリル試験法
- ・ イマズスルフロン及びベンスルフロンメチル試験法
- ・ イミノクタジン試験法
- ・ イミベンコナゾール試験法
- ・ インダノファン試験法
- ・ ウニコナゾールP試験法
- ・ 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
- ・ エチクロゼート試験法
- ・ 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
- ・ エトキサゾール試験法
- ・ エトキシキン試験法
- ・ エトフェンプロックス試験法
- ・ エトベンザニド試験法
- ・ エマメクチン安息香酸塩試験法
- ・ 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
- ・ オキサジクロメホン及びフェノキサニル試験法
- ・ 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
- ・ オキスポコナゾールフマル酸塩試験法
- ・ オキシリニック酸試験法
- ・ 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
- ・ オリサストロビン試験法
- ・ オルトフェニルフェノール及びジフェニル試験法
- ・ 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
- ・ 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
- ・ カルタップ、ベンスルタップ及びチオシクラム試験法
- ・ カルプロパミド試験法

- ・ 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
- ・ 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
- ・ カンタキサンチン試験法
- ・ キザロホップエチル試験法
- ・ キノメチオネート試験法
- ・ 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
- ・ キンクロラック試験法
- ・ クミルロン試験法
- ・ 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）
- ・ グリホサート試験法
- ・ グルホシネート試験法
- ・ クレトジム試験法
- ・ クロサンテル試験法
- ・ クロジナホッププロパルギル試験法
- ・ クロチアニジン試験法
- ・ クロピラリド試験法
- ・ クロフェンテジン試験法
- ・ クロリムロンエチル及びトリベヌロンメチル試験法
- ・ クロルスルフロン及びメトスルフロンメチル試験法
- ・ クロルフェナピル及びビフェノックス試験法
- ・ 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
- ・ クロルメコート試験法
- ・ ゲンタマイシン試験法
- ・ 酸化フェンブタスズ試験法
- ・ 酸化プロピレン試験法
- ・ シアゾファミド試験法
- ・ シアナジン試験法
- ・ ジアフェンチウロン試験法
- ・ シアン化水素試験法
- ・ ジクラズリル及びナイカルバジン試験法
- ・ シクロキシジム試験法
- ・ ジクロシメット試験法
- ・ シクロスルファミロン試験法
- ・ ジクロフルアニド及びトリルフルアニド試験法

- ジクロベニル試験法
- ジクロメジン試験法
- ジクロルボス及びトリクロルホン試験法
- ジクワット、パラコート及びメピコートクロリド試験法
- ジチアノン試験法
- ジチオピル及びチアゾピル試験法
- ジノカップ試験法
- ジノテフラン試験法
- シハロホップブチル及びジメテナミド試験法
- 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
- ジフェンゾコート試験法
- ジフルフェニカン試験法
- シフルメトフェン試験法（農産物）
- シプロジニル試験法
- ジメチピン試験法
- 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
- 臭素試験法
- シラフルオフエン試験法
- 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
- スピノサド試験法
- スピラマイシン試験法
- 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
- スルファジミジン試験法
- セトキシジム試験法
- セファゾリン、セファピリン、セファレキシシ、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

- ・ セフチオフル試験法
- ・ ゼラノール試験法
- ・ ダイムロン試験法
- ・ 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
- ・ ターバシル試験法
- ・ チアジニル試験法
- ・ 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
- ・ チオジカルブ及びメソミル試験法
- ・ チルミコシン試験法
- ・ ツラスロマイシン試験法
- ・ テクロフトラム試験法
- ・ デスメディファム試験法
- ・ テプラロキシジム試験法
- ・ テレフタル酸銅試験法
- ・ トリクラベンダゾール試験法
- ・ トリクラミド試験法
- ・ トリクロロ酢酸ナトリウム塩試験法
- ・ トリシクラゾール試験法
- ・ トリネキサパックエチル試験法
- ・ トリフルミゾール試験法
- ・ トリブロムサラン及びビチオノール試験法
- ・ 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
- ・ 鉛試験法
- ・ ニコチン試験法
- ・ ニテンピラム試験法
- ・ ノバルロン試験法
- ・ バミドチオン試験法
- ・ バリダマイシン試験法
- ・ ビオレスメトリン試験法
- ・ ピクロラム試験法
- ・ ビスピリバックナトリウム塩試験法
- ・ ヒ素試験法

- ・ ビフェナゼート試験法
- ・ ヒメキサゾール試験法
- ・ ピメトロジン試験法
- ・ ピラクロストロビン試験法
- ・ ピラクロニル試験法（農産物）
- ・ ピラゾキシフェン試験法
- ・ ピラフルフェンエチル試験法
- ・ ピリダベン試験法
- ・ ピリダリル試験法
- ・ ピリチオバックナトリウム塩試験法
- ・ ピリデート試験法
- ・ ピリフェノックス試験法
- ・ ピリミジフェン試験法
- ・ ピリメタニル試験法
- ・ ピルリマイシン試験法
- ・ ファモキサドン試験法
- ・ フィプロニル試験法
- ・ フェノキサプロップエチル試験法
- ・ フェンアミドン試験法
- ・ フェントラザミド試験法
- ・ フェンピロキシメート試験法
- ・ フェンヘキサミド試験法
- ・ フェンチン試験法
- ・ ブチレート試験法
- ・ プラジクアンテル試験法（畜水産物）
- ・ フラメトピル試験法
- ・ フルアジナム試験法
- ・ フルアジホップ試験法
- ・ フルオピコリド試験法（農産物）
- ・ フルオルイミド試験法
- ・ フルカルバゾンナトリウム塩試験法
- ・ フルシラゾール試験法
- ・ フルスルファミド試験法
- ・ フルベンジアミド試験法
- ・ フルベンダゾール試験法

- ・ フルミオキサジン試験法
- ・ プロクロラズ試験法
- ・ プロシミドン試験法
- ・ フロニカミド試験法
- ・ プロパモカルブ試験法
- ・ プロヒドロジャスモン試験法
- ・ プロヘキサジオンカルシウム塩試験法
- ・ ヘキシチアゾクス試験法
- ・ ペンシクロン試験法
- ・ ベンジルペニシリン試験法
- ・ ベンゾビシクロン試験法
- ・ ペンタゾン試験法
- ・ ベンチアバリカルブイソプロピル試験法（農産物）
- ・ ペントキサゾン試験法
- ・ ベンフレセート試験法
- ・ 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
- ・ マレイン酸ヒドラジド試験法
- ・ ミクロブタニル試験法
- ・ メタアルデヒド試験法（農産物）
- ・ メタベンズチアズロン試験法
- ・ メタミトロン試験法
- ・ メチオカルブ試験法
- ・ メトコナゾール試験法
- ・ メトプレン試験法
- ・ メトリブジン試験法
- ・ メパニピリム試験法
- ・ モリネート試験法
- ・ ラクトパミン試験法
- ・ リン化水素試験法（農産物）
- ・ レバミゾール試験法

（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
- アミトロール試験法
- 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 -ートレンボロン及び β -ー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

エチプロール試験法（水産物）

1. 分析対象化合物

エチプロール

2. 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）

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。

エチプロール標準品 本品はエチプロール 98%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

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 40 mL を採り、40°C以下で約 2 mL まで濃縮する。これに 10%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 3 mL を採り、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。

5. 検量線の作成

エチプロール標準品の 0.001~0.02 mg/L 溶液（アセトニトリル及び水（1：1）混液）を数点調製し、それぞれ 5 µL を LC-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。

6. 定量

試験溶液 5 μL を LC-MS に注入し、5 の検量線でエチプロールの含量を求める。

7. 確認試験

LC-MS 又は LC-MS/MS により確認する。

8. 測定条件

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径 2 mm、長さ 150 mm、粒子径 5 μm

カラム温度：40°C

移動相：A 液及び B 液について下表の濃度勾配で送液する。

A 液：2 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液

B 液：アセトニトリル

| 時間 (分) | A 液 (%) | B 液 (%) |
|--------|---------|---------|
| 0 | 70 | 30 |
| 22 | 10 | 90 |
| 25 | 10 | 90 |
| 25 | 70 | 30 |

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 (-) (定量用)

397 (+) (確認用)

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

保持時間の目安：14 分

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 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、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 で定量し、LC-MS 又は LC-MS/MS で確認する方法である。

2) 注意点

①本試験法は、水産物（魚介類）に適用できる。なお、畜産物（牛、豚及び鶏等）に対

する検討は実施していない。

②LC-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。

1 1 . 参考文献

厚生労働省食安全部長通知 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)

1 2 . 類型

C

エチプロール試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

エチプロール

2. 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ（HPLC（UV））

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC/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。

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 12~13 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。

アセトニトリル 高速液体クロマトグラフ用に製造されたもの
エチプロール標準品 本品はエチプロール 98%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

穀類の場合は、試料 10.0 g を量り採り、これに水 20 mL を加え、2 時間放置する。茶の場合は、試料 5.0 g を量り採り、上記と同様に処理する。果実の場合は、試料 20.0 g を量り採る。

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。得られたろ液にアセトンを加えて正確に 200 mL とする。穀類及び果実の場合は、この 100 mL を採り、40°C 以下で約 15 mL まで濃縮する。茶の場合は、この 40 mL を採り、40°C 以下で約 5 mL まで濃縮する。これに 10% 塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、酢酸エチル・*n*-ヘキサン混液（1:1）100 mL 及び 50 mL で 2 回振とう抽出する。抽出液を液相分離ろ紙を用いてろ過した後、ろ液を 40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に酢酸エチル・*n*-ヘキサン混液（1:1）5 mL を加えて溶かす。

2) 精製

(1) 活性炭カラムクロマトグラフィー

活性炭ミニカラム（500 mg）に酢酸エチル・*n*-ヘキサン混液（1:1）10 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、

酢酸エチル・*n*-ヘキサン混液（1：1） 10 mL を注入する。全溶出液を 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・*n*-ヘキサン混液（1：9） 5 mL を加えて溶かす。

(2) 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（360 mg） にアセトン・*n*-ヘキサン混液（1：9） 10 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、流出液は捨てる。さらに、アセトン・*n*-ヘキサン混液（1：9） 5 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトン・*n*-ヘキサン混液（1：4） 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。この残留物に酢酸エチル 5 mL を加えて溶かす。

(3) ベンゼンスルホニル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

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） にアセトン 10 mL 及び酢酸エチル 10 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに（2）で得られた溶液を注入し、流出液は捨てる。さらに、酢酸エチル 5 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトン 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・水混液（1：1）に溶解し、正確に 4 mL（穀類の場合は 2 mL、茶の場合は 1 mL）としたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

エチプロール標準品の 0.05~1 mg/L アセトニトリル・水混液（1：1） 溶液を数点調製し、それぞれ 40 μ L を HPLC 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。

6. 定量

試験溶液 40 μ L を HPLC に注入し、5 の検量線でエチプロールの含量を求める。

7. 測定条件

1) HPLC

検出器： UV（波長 275 nm）

カラム： オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径 5 μ m）、内径 4~4.6 mm、長さ 250 mm

カラム温度： 40°C

移動相： アセトニトリル・水混液（1：1）

保持時間の目安： 9 分

2) LC/MS

カラム： オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径 5 μm ）、内径 2 mm、長さ 150 mm

移動相： 水・アセトニトリル混液（1：1）

イオン化モード： ESI

主なイオン (m/z)： 正イオンモード 397、399、 負イオンモード 395、397

注入量： 4 μL

保持時間の目安： 7分

8. 定量限界

0.02 mg/kg（茶にあつては 0.05 mg/kg）

9. 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・*n*-ヘキサン混液（1：1）に転溶する。活性炭ミニカラム、アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム及び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により精製した後、HPLC(UV)で測定し、LC/MSで確認する方法である。

2) 注意点

(1) 転溶溶媒を脱水するために、液相分離ろ紙の代わりに無水硫酸ナトリウムを使用した場合は、回収率の大幅な低下を招く。

(2) 転溶操作時にエマルジョンが生成する場合がある。代替法としては、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（1,000 mg）を利用する方法がある。[操作概要： 試料抽出液（できるだけ溶媒を除去した状態）をカラム（アセトニトリル 5mL 及び水 5mL で順次洗浄したもの）に負荷した後、アセトニトリル・水混液（7：13） 10 mL で洗浄、アセトニトリル・水混液（3：2） 10 mL 又はアセトニトリル 10 mL で溶出する。]

(3) ベンゼンスルホニル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は、夾雑物の少ない試料では、省略することも可能である。

10. 参考文献

なし

11. 類型

C