

食安発 0406 第 2 号  
平成 22 年 4 月 6 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「フェノキサプロップエチル試験法」に係る部分の次に別紙 2 の「フェリムゾン試験法 (水産物)」を加える。なお、「フェリムゾン試験法 (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、 $\gamma$ -BHC、DDT、アルドリ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
- ・ 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
- ・ MCPA 及びジカンバ試験法
- ・ Seebach 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、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（農産物）
- ・ 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（農産物）
- ・ アセキノシル試験法
- ・ 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）
- ・ アミトラズ試験法（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、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（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、ピラズスルフロンエチル、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
- ・ 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
- ・ 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（農産物）
- ・ 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
- 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
- オキシ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
- 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
- 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）
- 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
- 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（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
- 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（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
- 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（農産物）
- ・ シアゾファミド試験法（農産物）
- ・ 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（農産物）
- ・ 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（農産物）
- ・ ジクロベニル試験法（農産物）
- ・ 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（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
- ・ 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（畜水産物）
- ・ 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（農産物）
- ・ ターバシル試験法
- ・ 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
- ・ 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
- ・ ツラスロマイシン試験法（畜水産物）
- ・ 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（農産物）
- ・ 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（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
- ・ 鉛試験法
- ・ ニコチン試験法（農産物）
- ・ 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（農産物）
- ・ 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（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
- ・ 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
- ・ 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（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
- ・ 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
- ・ 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（農産物）
- ・ 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（農産物）
- ・ 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（農産物）
- ・ 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（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
- ・ 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（農産物）
- ・ 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（農産物）
- ・ メチオカルブ試験法
- ・ 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
- ・ 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
- ・  $\alpha$ -トレンボロン及び $\beta$ -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
- ・ ニトロフランチン、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

## フェリムゾン試験法（水産物）

## 1. 分析対象化合物

フェリムゾン（E体）

フェリムゾン（Z体）

## 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。

フェリムゾン（E体）標準品 本品はフェリムゾン（E体）99%以上を含み、融点は109～113℃である。

フェリムゾン（Z体）標準品 本品はフェリムゾン（Z体）98%以上を含み、融点は174～178℃である。

## 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 10 mL を採り、10%塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、*n*-ヘキサン 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 *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℃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

合成ケイ酸マグネシウムミニカラム（910 mg）にアセトン及び *n*-ヘキサン（1：9）混液 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、アセトン及び *n*-ヘキサン（1：9）混液 5 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトン及び *n*-ヘキサン（1：4）混液 10 mL を注入し、溶出液を 40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトニトリル及び水（1：1）混液に溶解し、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

フェリムゾン (E 体) 及びフェリムゾン (Z 体) 標準品の各 0.001~0.01 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 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。

## 6. 定量

試験溶液 5 µL を LC-MS 又は LC-MS/MS に注入し、5 の検量線でフェリムゾン (E 体) 及びフェリムゾン (Z 体) の含量を求める。次式により、フェリムゾンの含量を求める。

$$\text{フェリムゾンの含量 (ppm)} = A + B$$

A : フェリムゾン (E 体) の含量 (ppm)

B : フェリムゾン (Z 体) の含量 (ppm)

## 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 : トリアコンチ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 : A 液及び B 液について下の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
20	10	90
25	10	90
25	70	30

イオン化モード : ESI (+)

主なイオン ( $m/z$ ) :

1) LC-MS の場合 255

2) LC-MS/MS の場合 プリカーサーイオン 255、プロダクトイオン 132、91

保持時間の目安 : フェリムゾン (Z 体) 11 分、フェリムゾン (E 体) 12 分

## 9. 定量限界

0.01 mg/kg (フェリムゾン (E 体) 及びフェリムゾン (Z 体) とも)

## 10. 留意事項

### 1) 試験法の概要

フェリムゾン (*E* 体) 及びフェリムゾン (*Z* 体) を試料からアセトンで抽出し、*n*-ヘキサンに転溶する。アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂し、合成ケイ酸マグネシウムミニカラムで精製した後、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 アセトニトリル/ヘキサン分配を行う際、転溶後、濃縮乾固した残留物が *n*-ヘキサンに対して溶解が不十分なことがある。分液漏斗に移す際、*n*-ヘキサンのみならず *n*-ヘキサン飽和アセトニトリルでも洗い込みを行うことで、回収率の低下を防ぐことが出来る。

② LC の分離カラムについては、フェリムゾン (*E* 体) 及びフェリムゾン (*Z* 体) がオクタデシルシリル化シリカゲル (C<sub>18</sub>) カラムでは十分に分離しなかったため、トリアコンチルシリル化シリカゲル (C<sub>30</sub>) カラムを用いている。

③ LC-MS/MS の場合、主なイオンの他に観察されるプロダクトイオンとして、*m/z* 124 及び *m/z* 117 がある。

## 11. 参考文献

環境省告示第 71 号「フェリムゾン試験法」(平成 3 年 11 月 1 日)

## 12. 類型

C