

食安発0613第2号
平成25年6月13日

各 検疫所長 殿

厚生労働省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「アニラジン試験法（農産物）」に係る部分の次に別紙2の「アミスルブロム試験法（農産物）」を、「クロフェンテジン試験法（農産物）」に係る部分の次に別紙3の「クロメプロップ試験法（畜水産物）」を、「セファゾリン、セファピリン、セファレキシム、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）」に係る部分の次に別紙4の「セフキノム試験法（畜水産物）」を、「ミクロブタニル試験法（農産物）」に係る部分の次に別紙5の「ミロサマイシン試験法（畜水産物）」を、「モリネート試験法（農産物）」に係る部分の次に別紙6の「ヨウ化メチル

試験法（農産物）」を加える。

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、「アミ
スルブロム試験法（農産物）」にあつては、玄米、大豆、ほうれんそう、
ばれいしょ、きゅうり、トマト、オレンジ、ぶどう、メロン及び茶につい
て、「クロメプロップ試験法（畜水産物）」にあつては、牛の筋肉・脂肪・
肝臓、牛乳、鶏卵、はちみつ、うなぎ、さけ、ぶり及びしじみについて、
「セフキノム試験法（畜水産物）」にあつては、牛の筋肉・脂肪・肝臓、
豚の腎臓、牛乳、鶏卵、はちみつ、うなぎ、さけ及びしじみについて、「ミ
ロサマイシン試験法（畜水産物）」にあつては、豚の筋肉・脂肪・肝臓、
鶏の筋肉、牛乳、鶏卵、はちみつ、うなぎ、さけ及びしじみについて、「ヨ
ウ化メチル試験法（農産物）」にあつては、玄米、大豆、くり、ほうれん
そう、キャベツ、ばれいしょ、トマト、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。

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）
- ・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、ペンシ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、セファレキシム、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）
- ・トリネキサバックエチル試験法（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）
- ・ピリミジフェン試験法（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）
- ・フルカルバジ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）
- ・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）
- ・メタベン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）
- ・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

アミスルブロム試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

アミスルブロム

2. 装置

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。

アミスルブロム標準品 本品はアミスルブロム95%以上を含む。

4. 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。

これにアセトニトリル及び水（4：1）混液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、アセトニトリル及び水（4：1）混液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ニトリルを加えて正確に200 mLとし、果実及び野菜の場合はこの10 mL、穀類、豆類及び種実類の場合はこの20 mL、茶の場合はこの40 mLを採り、これに水10 mLを加えて、40℃以下で約10 mL（茶の場合は約15 mL）まで濃縮する。

2) 精製

① 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（1,000 mg）にアセトニトリル及び水各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、さらに、アセトニトリル及び水（1：1）混液10 mLを注入し、各流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル及び水（7：3）混液10 mLを注入し、溶出液を採る。

② グラファイトカーボンカラムクロマトグラフィー

グラファイトカーボンミニカラム（500 mg）にアセトニトリル及び水各5 mLを順次注入し、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、さらに、アセトニトリル10 mLを注入し、各流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル及びトルエン（3：1）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。この残留物に酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：19）混液5 mLを加えて溶かす。

③ 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（900 mg）に酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：19）混液5 mLを注入し、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、さらに、酢酸

エチル及び*n*-ヘキサン（1：19）混液5 mLを注入し、各流出液は捨てる。次いで、酢酸エチル及び*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。この残留物を水及びメタノール（1：3）混液に溶解し、正確に2 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

アミスルブロム標準品の水及びメタノール（1：3）混液の溶液を数点調製し、それぞれ10 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。なお、本法に従って試験溶液を調製した場合、定量限界に相当する試験溶液中濃度は0.005 mg/Lである。

6. 定量

試験溶液10 µLをLC-MSに注入し、5の検量線でアミスルブロムの含量を求める。

7. 確認試験

LC-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℃

移動相：0.1 vol%酢酸及び0.1 vol%酢酸・メタノール溶液（1：3）混液で15分間保持した後、（1：19）までの濃度勾配を0.5分間で行い、（1：19）で8分間保持する。

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（*m/z*）：468

保持時間の目安：11分

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

アミスルブロムを試料からアセトニトリル及び水（4：1）混液で抽出し、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム、グラファイトカーボンミニカラム及び合成ケイ酸マグネシウムミニカラムで精製した後、LC-MSで定量及び確認する方法である。

2) 注意点

① 大豆については、「LC-MSによる農薬等の一斉試験法 I（農産物）」が適用できないことが報告されている。

② 大豆などの夾雑物の多い試料では、移動相の洗浄条件が8分間ではイオン化阻害が認められる場合があるので、洗浄時間を15分間に延長するとよい。

1 1. 参考文献

なし

1 2. 類型

C

クロメプロップ試験法（畜水産物）

1. 分析対象化合物

クロメプロップ

代謝物 B [2-(2,4-ジクロロ-*m*-トリルオキシ)プロピオン酸（別名：クロメプロップ酸）]

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。

クロメプロップ標準品 本品はクロメプロップ 97%以上を含む。

クロメプロップ酸標準品 本品はクロメプロップ酸 99%以上を含む。

4. 試験溶液調製法

1) 抽出

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 を量り採る。

これに（はちみつを除く）、アセトン及び *n*-ヘキサン（1：2）混液 100 mL、1 mol/L 塩酸 6 mL 及び塩化ナトリウム 8 g の順に加える。はちみつの場合は、1 mol/L 塩酸 6 mL を加えて溶解した後、アセトン及び *n*-ヘキサン（1：2）混液 100 mL 及び塩化ナトリウム 8 g の順に加える。ホモジナイズした後、毎分 3,000 回転で 5 分間遠心分離し、有機層を採る。残留物及び水層にアセトン及び *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 3,000 回転で 5 分間遠心分離する。得られた有機層を合わせ、アセトン及び *n*-ヘキサン（1：2）混液で正確に 200 mL とする。この 20 mL（脂肪では 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 20 mL を加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル 20 mL ずつで 3 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（1：49）混液 3 mL を加えて溶かす。

2) 精製

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）の下部にエチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラム（500 mg）を接続し、メタノール、アセトン及び *n*-ヘキサン各 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、アセトン及び *n*-ヘキサン（1：49）混液 10 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（3：17）混液 15 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）混液に溶解し、

正確に 2 mL としたものをクロメプロップ試験溶液とする。

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) を取り外し、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) にアセトン及びメタノール各 10 mL を順次注入し、流出液は捨てる。このカラムに 0.4 vol% ギ酸・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、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 2 mL としたものをクロメプロップ酸試験溶液とする。

5. 検量線の作成

クロメプロップ標準品及びクロメプロップ酸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 10 µL 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。なお、本法に従って試験溶液を調製した場合、定量限界に相当する試験溶液中濃度は 0.005 mg/L (クロメプロップとして) である。

6. 定量

試験溶液 10 µL を LC-MS/MS に注入し、5 の検量線でクロメプロップ及びクロメプロップ酸の含量を求める。ただし、クロメプロップ及びクロメプロップ酸をクロメプロップに換算したものの和を求める場合には、次式によりクロメプロップ酸を含むクロメプロップの含量を求める。

クロメプロップ (クロメプロップ酸を含む。) の含量 (ppm) = A + B × 1.302

A : クロメプロップの含量 (ppm)

B : クロメプロップ酸の含量 (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 100 mm、粒子径 3.5 µm

カラム温度 : 40°C

移動相 : 0.01 vol% 酢酸及び 0.01% 酢酸・アセトニトリル溶液の混液 (1 : 1) で 0.5 分間保持した後、(1 : 9) までの濃度勾配を 5.5 分間で行い、2 分間保持する。

イオン化モード : クロメプロップ ESI (+)、クロメプロップ酸 ESI (-)

主なイオン (*m/z*) :

クロメプロップ プリカーサーイオン 326、324、プロダクトイオン 120

クロメプロップ酸 プリカーサーイオン 249、プロダクトイオン 177

プリカーサーイオン 247、プロダクトイオン 175

保持時間の目安 : クロメプロップ 7分、クロメプロップ酸 5分

9. 定量限界

クロメプロップ 0.01 mg/kg

クロメプロップ酸 0.01 mg/kg (クロメプロップとして)

10. 留意事項

1) 試験法の概要

クロメプロップ及び代謝物であるクロメプロップ酸を試料から塩酸酸性及び飽和食塩水存在下、アセトン及び *n*-ヘキサンの混液で抽出し、アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂する。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にエチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラムを連結した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クロメプロップ酸を分析対象化合物としない場合には、4. 試験溶液調製法の2) 精製において、クロメプロップ酸試験溶液の調製に関する操作は実施しなくても良い。

②クロメプロップ及びクロメプロップ酸の 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。

クロメプロップ

定量イオン (*m/z*) : プリカーサーイオン 324、プロダクトイオン 120

定性イオン (*m/z*) : プリカーサーイオン 326、プロダクトイオン 120

クロメプロップ酸

定量イオン (*m/z*) : プリカーサーイオン 247、プロダクトイオン 175

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 177

③鶏卵及び乳では、抽出時に最初に塩酸を添加するとゲル化することがあるので、アセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 2) 混液、1 mol/L 塩酸及び塩化ナトリウムの順に試料に添加する。

④はちみつでは、最初に 1 mol/L 塩酸を添加して溶解してから、アセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 2) 混液及び塩化ナトリウムの順に添加する。

11. 参考文献

なし

12. 類型

C

セフキノム試験法（畜水産物）

1. 分析対象化合物

セフキノム

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。

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10～12 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。

セフキノム硫酸塩標準品 本品はセフキノム硫酸塩 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、魚介類及びはちみつの場合

筋肉、肝臓、腎臓、乳、卵及び魚介類の場合は、試料10.0 gを量り採る。はちみつの場合は、試料10.0 gを量り採り、水70 mLを加えて溶かす。これにアセトニトリル、ギ酸及び水（900：1：100）混液50 mL及び*n*-ヘキサン50 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ニトリル、ギ酸及び水（900：1：100）混液30 mL及び*n*-ヘキサン30 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た後、下層を分取し、アセトニトリル、ギ酸及び水（900：1：100）混液を加えて正確に200 mLとする。この40 mLを採り、40℃以下で、はちみつ以外の場合は4 mL以下まで、はちみつの場合は18 mL以下まで濃縮した後、水20 mLを加え超音波処理を行いよく混合する。

② 脂肪の場合

試料5.00 gにアセトニトリル、ギ酸及び水（900：1：100）混液50 mL及び*n*-ヘキサン50 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ニトリル、ギ酸及び水（900：1：100）混液30 mL及び*n*-ヘキサン30 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た後、下層を分取し、アセトニトリル、ギ酸及び水（900：1：100）混液を加えて正確に200 mLとする。この80 mLを採り、40℃以下で8 mL以下まで濃縮した後、水20 mLを加え超音波処理を行いよく混合する。

2) 精製

スチレンジビニルベンゼ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、水10 mL、アセトニトリル及び水（1：19）混液10 mLを順次注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル及び水（1：4）混液10 mLを注入し、溶出液にギ酸10 µLを加えた後、アセトニトリル及び水（1：4）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

セフキノム標準品のアセトニトリル、ギ酸及び水（200 : 1 : 800）混液の溶液を数点調製し、それぞれ5 μ L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。なお、本法に従って試験溶液を調製した場合、定量限界に相当する試験溶液中濃度は0.002 mg/Lである。

6. 定量

試験溶液5 μ LをLC-MS/MSに注入し、5の検量線でセフキノムの含量を求める。

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3 μ m

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 : 9）から（3 : 7）までの濃度勾配を10分間で行い、（3 : 7）で2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 529、プロダクトイオン 396、134

保持時間の目安：9分

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

セフキノムを試料から n -ヘキサン存在下でアセトニトリル、ギ酸及び水（900 : 1 : 100）混液で抽出する。スチレンジビニルベンゼ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セフキノムはメタノール溶液中で不安定なため留意すること。
- ②セフキノムの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 529、プロダクトイオン 134
確認イオン（ m/z ）：プリカーサーイオン 529、プロダクトイオン 396
- ③抽出において濃縮後に水20 mLを加えて溶解する操作では、食品によっては不溶物が存在するので、セフキノムの溶解を助けるために超音波処理を行いよく混合する。この場合には、スチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラムへの負荷は、懸濁状態で行う。

11. 参考文献

なし

1 2. 類型

C

ミロサマイシン試験法（畜水産物）

1. 分析対象化合物

ミロサマイシン

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。

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（60 mg） 内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管にジビニルベンゼン-*N*-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。

ミロサマイシン標準品 本品はミロサマイシン 95%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

①肉、脂肪、肝臓、腎臓、魚介類、乳及び卵の場合

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 3,500 回転で 5 分間遠心分離し、上澄液を採る。残留物にアセトン 50 mL を加えてホモジナイズした後、毎分 3,500 回転で 5 分間遠心分離し、得られた上澄液を合わせ、アセトンを加えて正確に 200 mL とする。この 10 mL を採り、2-プロパノール 5 mL を加えて 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 3 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。この残留物に水及びメタノール（7：3）混液 10 mL を加えて溶かす。

②はちみつの場合

試料 10.0 g に水 10 mL を加えて溶かした後、アセトン 100 mL を加え、振とう抽出した後、毎分 3,500 回転で 5 分間遠心分離し、上澄液を採る。残留物にアセトン 50 mL を加えてホモジナイズした後、毎分 3,500 回転で 5 分間遠心分離し、得られた上澄液を合わせ、アセトンを加えて正確に 200 mL とする。この 10 mL を採り、2-プロパノール 5 mL を加えて 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 3 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。この残留物に水及びメタノール（7：3）混液 10 mL を加えて溶かす。

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（60 mg）にメタノール 5 mL

及び水及びメタノール (7 : 3) 混液 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、さらに水及びメタノール (7 : 3) 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 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。

5. 検量線の作成

ミロサマイシン標準品の 0.001~0.02 mg/L 溶液 (メタノール) を数点調製し、それぞれ 5 µL 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。

6. 定量

試験溶液 5 µL を LC-MS/MS に注入し、5 の検量線でミロサマイシンの含量を求める。

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 3.5 µm

カラム温度 : 40℃

移動相 : 0.05 vol% ギ酸・アセトニトリル溶液及び 0.05 vol% ギ酸混液 (1 : 4) から (1 : 1) までの濃度勾配を 15 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 728、プロダクトイオン 158、116

保持時間の目安 : 8 分

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

ミロサマイシン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した後、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、LC-MS/MS で定量及び確認する方法である。

2) 注意点

①ミロサマイシンの 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 728、プロダクトイオン 158

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 728、プロダクトイオン 116

- ②遠心分離後の上澄液を採る際に、浮遊物等がある場合には綿栓ろ過を行うと良い。
- ③組織・臓器（肝臓、腎臓など）によっては、特に鮮度が高い場合、試料採取後放置するとミロサマイシンが減少する可能性があることが報告されており、試料採取後速やかに抽出操作を開始することが望ましい。また、必要に応じて、放置中の減少がないことを確認することが望ましい。

1 1. 参考文献

なし。

1 2. 類型

C

ヨウ化メチル試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

ヨウ化メチル

2. 装置

電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフ（GC-ECD）

蒸留装置 図に示すものを用いる。

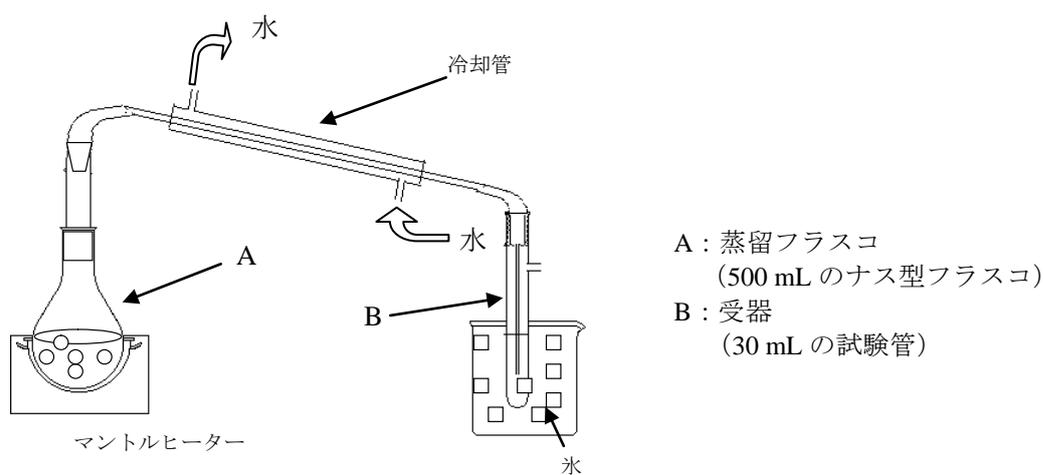


図 蒸留装置の概略

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。

ヨウ化メチル標準品 本品はヨウ化メチル99%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

① 穀類、豆類、種実類、果実及び野菜の場合

試料を冷凍し、約5 mm角以下に細切した後、その40.0 gを蒸留フラスコに量り採り、水200 mL及び*n*-ヘキサン5 mLを加える。これに消泡用シリコンを数滴加えた後、蒸留装置に取り付ける。蒸留フラスコ及び受器を低温循環装置を用いて2°C以下に冷却した冷却管でつなぎ、冷却管の先端を受器の液中に浸し、受器を氷水で冷却する。受器はあらかじめ*n*-ヘキサン4 mLを入れ、氷水で冷却しておく。蒸留フラスコをマンテルヒーターを用いて約20分間加熱し、受器に*n*-ヘキサン及び約1 mLの水を捕集する。捕集した*n*-ヘキサン層を20 mLメスフラスコへ移し、*n*-ヘキサンを加えて正確に20 mLとしたものを試験溶液とする。

② 茶の場合

抹茶以外の茶の場合は、試料を冷凍し、約5 mm角以下に細切した後、その20.0 gを蒸留フラスコに量り採り、水200 mL及び*n*-ヘキサン5 mLを加える。抹茶の場合は、試料20.0 gを蒸留フラスコに量り採り、水200 mL及び*n*-ヘキサン5 mLを加える。これに消泡用シリコンを数滴加えた後、蒸留装置に取り付ける。蒸留フラスコ及び受器を低温循環装置を用いて2°C以下に冷却した冷却管でつなぎ、冷却管の先端を受器

の液中に浸し、受器を氷水で冷却する。受器はあらかじめ*n*-ヘキサン4 mLを入れ、氷水で冷却しておく。蒸留フラスコをマントルヒーターを用いて約20分間加熱し、受器に*n*-ヘキサン及び約1 mLの水を捕集する。捕集した*n*-ヘキサン層を10 mLメスフラスコへ移し、*n*-ヘキサンを加えて正確に10 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ヨウ化メチル標準品の*n*-ヘキサン溶液を数点調製し、それぞれ2 µLをGC-ECD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、定量限界に相当する試験溶液中濃度は0.02 mg/Lである。

6. 定量

試験溶液2 µLをGC-ECDに注入し、5の検量線でヨウ化メチルの含量を求める。

7. 確認試験

GC-ECDにより確認する。

8. 測定条件

(例)

検出器：ECD

カラムA：6%シアノプロピルフェニルーメチルシリコン 内径0.32 mm、長さ30 m、膜厚1.8 µm

カラムB：ポリエチレングリコール 内径0.32 mm、長さ30 m、膜厚0.5 µm

カラム温度：50°C (15分)

注入口温度：250°C

検出器温度：250°C

キャリアーガス：ヘリウム

保持時間の目安：4分 (カラムA)、3分 (カラムB)

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

ヨウ化メチルを密閉状態の蒸留法により試料から*n*-ヘキサン層に捕集し、GC-ECDで定量及び確認する方法である。

2) 注意点

①揮発性が非常に高いため、試料は冷凍状態にて保管し、調製は包丁等を用いた細切とし、発熱の可能性のある方法は避ける。また、試料採取を含む全ての操作は速やかに行う。

②蒸留操作は、蒸留フラスコ内の*n*-ヘキサン5 mL及び水約1 mLが約20分間で受器に捕集できるように加熱調節を行う。

③ヨウ化メチルは非常に揮発性が高く、また、試料中成分と反応する可能性があるため、添加回収試

験を実施する際には、標準品添加後の試料の混合及び放置は避け、添加後直ちに試験操作を開始する。添加用標準溶液の調製にアセトンを使用した場合、標準溶液由来のアセトンが測定を妨害する場合がありますので、調製には n -ヘキサンを使用する。

1 1. 参考文献

なし。

1 2. 類型

C