

食安発0919第2号
平成25年9月19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1章総則を別紙2のとおり改める。なお、改正部分を下線で示す。
3. 第3章個別試験法中「ピリミジフェン試験法（農産物）」に係る部分の次に別紙3の「ピリミスルファン試験法（農産物）」を、「フェンヘキサミド試験法（農産物）」に係る部分の次に別紙4の「フェンヘキサミド試験法（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「ミルベメクチン及びレピメクチン試験法（農産物）」を、「ラクトパミン試験法（畜水産物）」に係る部分の次に別紙6の「ラフォキサ

ニド試験法（畜水産物）」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、「ピリミスルファン試験法（農産物）」にあつては、玄米、大豆、ごま、ばれいしょ、ほうれんそう、キャベツ、りんご、オレンジ、コーヒー豆（生）及び茶について、「フェンヘキサミド試験法（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、さけ、うなぎ、えび及びしじみについて、「ミルベメクチン及びレピメクチン試験法（農産物）」にあつては、玄米、大豆、ばれいしょ、ほうれんそう、キャベツ、ねぎ、りんご、オレンジ、コーヒー豆（生）及び茶について、「ラフォキサニド試験法（畜水産物）」にあつては、牛の筋肉・脂肪・肝臓・腎臓、牛乳、鶏卵、はちみつ、さけ、うなぎ及びしじみについて、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、ブロモホス、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）
- ・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、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、チオベンカルブ、ピリプ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、オキシロニック酸、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）
- ・オキシポコナゾールフマル酸塩試験法（農産物）
- ・オキシロニック酸試験法（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、フルジオキサニル、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（農産物）
- ・カルベンダジム、チオフアネート、チオフア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（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ィソゾール試験法（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）
- ・テプ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）
- ・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）
- ・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 -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

第 1 章 総則

1. 用語

- (1) 「分析対象化合物」とは、第2章及び第3章に規定する試験法によって分析する化合物であって、食品、添加物等の規格基準（昭和34年厚生省告示第370号。以下「告示」という。）の第1食品の部A食品一般の成分規格の6の(1)の表の第1欄若しくは7の(1)の表の第1欄若しくは9の(1)の表の第1欄に掲げる農薬、飼料添加物又は動物用医薬品（以下「農薬等」という。）の成分である物質（その物質が化学的に変化して生成した物質を含む。）及びその類似物質（例えば、塩や光学異性体など）をいう。
- (2) 「分析値」とは、告示に定める食品に残留する農薬等の成分である物質の量の限度（以下「基準値」という。）と比較する値をいう。
- (3) 「種実類」とは、オイルシード、ナッツ類、カカオ豆及びコーヒー豆をいう。
- (4) 「定量限界」とは、適切な精確さをもって定量できることが確認された分析対象化合物の最低量又は濃度をいう。
- (5) 「類型」とは、当該試験法の由来をいい、以下のとおり分類している。
 - A：公定法（乳及び乳製品の成分規格等に関する省令（昭和26年厚生省令第52号）、告示及び通知に定めてきたもののうち、Cを除く。）
 - B：諸外国の政府機関等が定めている試験法（Aを除く。）
 - C：有識者からなる検討会によって作成された試験法
 - D：文献から引用した試験法（A～Cを除く。）

2. 装置

第2章及び第3章に規定する試験法によって試験を実施する場合の装置について、「ガスクロマトグラフ・質量分析計を用いる」と規定している場合は、GC-MS及びGC-MS/MSいずれの使用も可能である。また、「液体クロマトグラフ・質量分析計を用いる」と規定している場合は、LC-MS及びLC-MS/MSいずれの使用も可能である。

3. 試薬・試液

第2章及び第3章に規定する試験法によって試験を実施する場合の試薬・試液は、同章において個別に示すもののほか、告示の第2 添加物の部 C 試薬・試液等の1. に掲げるもの又は別紙に掲げるものとする。

なお、「(特級)」と記載したものは、日本工業規格試薬の特級の規格に適合するものであることを示す。

4. 試料採取

第2章及び第3章に規定する試験法によって試験を実施する場合の試料採取は、

別に規定する場合を除き、以下の方法に従って行う。

- (1) 穀類、豆類及び種実類の場合は、検体を $425\ \mu\text{m}$ の標準網ふるいを通るように粉砕し均一化する。ただし、粉砕中にペースト状になるなど粉砕が困難な食品の場合には、 $1\sim 3\text{mm}$ のふるいを通るように粉砕し、次いで $425\ \mu\text{m}$ の標準網ふるいを通るように再度粉砕し均一化する。それでもなお粉砕が困難な場合には、 $1\sim 3\text{mm}$ のふるいを通るように粉砕してよく均一化したものを試験に用いることができるが、その場合は必ずホモジナイズ抽出する。
- (2) 果実、野菜及びハーブの場合は、検体約 1kg を精密に量り、必要に応じて適量の水を量って加え、細切均一化する。
- (3) 茶及びホップの場合は、検体を $425\ \mu\text{m}$ の標準網ふるいを通るよう^に粉砕し均一化する。ただし、抹茶以外の茶にあつて、熱湯浸出法により試験する場合は、粉砕せずによく混合して均一化する。
- (4) スパイスの場合は、その食品成分（脂肪含量や水分含量など）に応じて、種実類又は果実の場合に準ずる。
- (5) 筋肉の場合は、可能な限り脂肪層を除き、細切均一化する。
- (6) 脂肪の場合は、可能な限り筋肉層を除き、細切均一化する。
- (7) 肝臓、腎臓及びその他の食用部分の場合は、細切均一化する。
- (8) 乳の場合は、よく混合して均一化する。
- (9) はちみつの場合は、必要に応じて加温（概ね 40°C 以下）して溶かしてから、よく混合して均一化する。加温が適さない場合には、必要に応じて適量の水を量って加え溶解してから、よく混合して均一化する。
- (10) 魚類の場合は、可食部を細切均一化する。
- (11) 貝類の場合は、殻を除去し、細切均一化する。
- (12) 甲殻類の場合は、小型のものは全部位を、大型のものは外側の殻を除去し、細切均一化する。
- (13) 卵の場合は、殻を除去し、卵白と卵黄を合わせてよく混合し均一化する（卵白中又は卵黄中に残留基準が設けられている場合を除く）。
- (14) 乾燥野菜及び乾燥果実については、必要に応じて適量の水を量って加え、細切均一化する。

5. 分析上の留意事項

- (1) 第2章及び第3章に規定する試験法以外の方法によって試験を実施しようとする場合には、同章に規定する試験法と比較して、選択性、真度、精度及び定量限界において、同等又はそれ以上の性能を有すると認められる方法によって実施するものとする。
- (2) 分析値を求める際には、基準値より1けた多く求め、その多く求めた1けたについて四捨五入するものとする。

(3) 個別試験法に示す定量限界は通知された方法により試験を実施した場合の一般的な定量限界値を示すものである。試験の対象となる食品の残留基準（食品衛生法第11条第3項に定める人の健康を損なうおそれのない量として厚生労働大臣が薬事・食品衛生審議会の意見を聴いて定める量を含む）に相当する濃度を測定することが困難な場合には、機器の測定条件（例えば、カラムの種類、カラム温度、移動相の流速及び組成、キャリアーガスの流速、質量分析の場合には測定モード、測定イオン、電圧）を変更する、機器への試験溶液注入量を増やす、試験溶液を濃縮する、精製を追加してノイズを減らす、試料量を増やすことなどにより対応する必要がある。また、一斉試験法など、他の試験法が通知されている場合には、その採用についても検討することとする。

(4) 第2章及び第3章に規定する試験法によって試験を実施する際に、試験溶液の調製において、試験法を適用する食品を「穀類及び豆類の場合」、「果実及び野菜の場合」あるいは「茶の場合」などのように分けて記載してある場合、試料の食品成分（脂肪含量や水分含量など）によっては、適切な調製法を選択することが必要である。

(5) 第2章及び第3章に規定する試験法において、抹茶以外の茶の方法が示されている場合、茶の基準値が設定されていない農薬等にあつては、抹茶以外の茶を粉碎したもの（試料採取法が別に規定されている場合を除く）について、抹茶の方法により試験を実施する。

(別紙)

アクリルアミド共重合体結合グリセリルプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (360mg)

内径8～9 mmのポリエチレン製のカラム管に、アクリルアミド共重合体結合グリセリルプロピルシリル化シリカゲル 360 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 アセトニトリル 300 mLをすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、アセトニトリルを除去する。この残留物を *n*-ヘキサン 5 mLに溶かし、その5 μLを電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の *n*-ヘキサン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} gのγ-BHCが示すピークの高さ以下でなければならない。

アセトン アセトン 300 mLをすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、アセトンを除去する。この残留物を *n*-ヘキサン 5 mLに溶かし、その5 μLを電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の *n*-ヘキサン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} gのγ-BHCが示すピークの高さ以下でなければならない。

アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (360mg) 内径8～9 mmのポリエチレン製のカラム管に、アミノプロピルシリル化シリカゲル 360 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。

アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (500mg) 内径8～9 mmのポリエチレン製のカラム管に、アミノプロピルシリル化シリカゲル 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。

アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000mg) 内径12～13 mmのポリエチレン製のカラム管に、アミノ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。

亜硫酸ナトリウム 亜硫酸ナトリウム (特級)

亜硫酸カリウム 亜硫酸カリウム (特級)

アルゴン 純度 99.998v/v%以上のものを用いる。

イソプロピルエーテル イソプロピルエーテル (特級)

エタノール エタノール 300 mLをすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、エタノールを除去する。この残留物を *n*-ヘキサン 5 mLに溶かし、その5 μLを電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の *n*-ヘキサン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} gのγ-BHCが示すピークの高さ以下でなければならない。

エチルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000mg) 内径12～13 mmのポリエチレン製のカラム管に、エチ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。

3 mol/L エチルマグネシウムブロミド・エーテル溶液 3 mol/L エチルマグネシウムブロミド・エーテル溶液

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 (500mg) 内径8～9 mmのポリエチレン製のカラム管に、エチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲル 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。

エーテル エチルエーテル 300 mLをすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、エチルエーテルを除去する。この残留物を *n*-ヘキサン 5 mLに溶かし、その5 μLを電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の *n*-ヘキサン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} gのγ-BHCが示すピークの高さ以下でなければならない。

塩化第一鉄 塩化第一鉄 (特級)

塩化ナトリウム 塩化ナトリウム (特級)。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含む場合には、*n*-ヘキサン等の溶媒で洗浄したものを用いる。

塩基性アルミナミニカラム(1,710mg) 内径8~9mmのポリエチレン製のカラム管に、塩基性アルミナ1,710mg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。

塩酸グアニジン 塩酸グアニジン (特級)

塩酸ピリジン 塩酸ピリジン (特級)。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含む場合には、*n*-ヘキサン等の溶媒で洗浄したものを用いる。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム(360mg) 内径8~9mmのポリエチレン製のカラム管に、オクタデシルシリル化シリカゲル360mg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。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム(500mg) 内径8~9mmのポリエチレン製のカラム管に、オクタデシルシリル化シリカゲル500mg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。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム(850mg) 内径8~9mmのポリエチレン製のカラム管に、オクタデシルシリル化シリカゲル850mg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。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム(1,000mg) 内径12~13mmのポリエチレン製のカラム管に、オクタデシルシリル化シリカゲル1,000mg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。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム(遮光、1,000mg) 光の透過を防ぐ包装を施した内径12~13mmのポリエチレン製のシリンジ型カラム管に、オクタデシルシリル化シリカゲル1,000mg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。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム(5,000mg) 内径19mmのポリエチレン製のシリンジ型カラム管に、オクタデシルシリル化シリカゲル5,000mg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。

オルトギ酸トリメチル オルトギ酸トリメチル (1級)

オルト酢酸トリメチル 純度98%以上の試薬を用いる。

過塩素酸ナトリウム 過塩素酸ナトリウム (特級)

過酸化ナトリウム 過酸化ナトリウム (特級)

活性炭 活性炭 (クロマトグラフ用)

ガラス繊維ろ紙 化学分析用ガラス繊維ろ紙

カラムクロマトグラフィー用アルミナ(塩基性) カラムクロマトグラフィー用に製造したアルミナ (塩基性、粒径50~200 μ m)を用いる。

カラムクロマトグラフィー用アルミナ(中性) カラムクロマトグラフィー用に製造した活性アルミナ (中性、粒径63~200 μ m)を用いる。

カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム カラムクロマトグラフィー用に製造した合成ケイ酸マグネシウム(粒径150~250 μ m)を130°Cで12時間以上加熱した後、デシケーター中で放冷する。

カラムクロマトグラフィー用シリカゲル(粒径63~200 μ m) カラムクロマトグラフィー用に製造したシリカゲル (粒径63~200 μ m)を130°Cで12時間以上加熱した後、デシケーター中で放冷する。

カラムクロマトグラフィー用シリカゲル(粒径150~425 μ m) カラムクロマトグラフィー用に製造したシリカゲル (粒径150~425 μ m)を130°Cで12時間以上加熱した後、デシケーター中で放冷する。

カラム担体 ガスクロマトグラフィー用に製造したケイソウ土(粒径 150~177 μm)を酸処理及びシラン処理したものをを用いる。

カルボキシジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム (150mg)

内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラムにカルボキシジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体 150mg 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を用いる。

カルボキシメチルシリル化シリカゲルミニカラム(1,000mg) 内径 10~12 mm のポリエチレン製のカラム管に、カルボキシメチ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を用いる。

クエン酸アンモニウム クエン酸アンモニウム (第二) (特級)

クエン酸三カリウム クエン酸三カリウム (特級)

グラファイトカーボンミニカラム(500mg) 内径 12~13 mm のポリエチレン製のカラム管に、グラファイトカーボン 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を用いる。

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(500mg/500mg)

内径 12~13 mm のポリエチレン製のカラムに、グラファイトカーボン及びアミノプロピルシリル化シリカゲル各 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を用いる。

グリセリルプロピルシリル化シリカゲルミニカラム(360mg) 内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、グリセリルプロピルシリル化シリカゲル 360 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を用いる。

β -グルコシダーゼ 1 mg 当たり 37°C、pH5.0 で 1 分間にサリシンからグルコースを 4~12 μmol 遊離させる力価のものをを用いる。

m-クロロ過安息香酸 純度 70%以上の試薬を用いる。

クロロホルム クロロホルム 300 mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、クロロホルムを除去する。この残留物を *n*-ヘキサン 5 mL に溶かし、その 5 μL を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の *n*-ヘキサン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} g の γ -BHC が示すピークの高さ以下でなければならない。

ケイソウ土 化学分析用ケイソウ土を用いる。

高純度窒素 純度 99.999v/v%以上のものをを用いる。

合成ケイ酸マグネシウムミニカラム(900mg) 内径 8~9 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 900 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を用いる。

合成ゼオライト 細孔径 0.3 nm の合成ゼオライトを用いる。

酢酸アンモニウム 純度 97%以上の試薬を用いる。

酢酸エチル 酢酸エチル 300 mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、酢酸エチルを除去する。この残留物を *n*-ヘキサン 5 mL に溶かし、その 5 μL を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の *n*-ヘキサン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} g の γ -BHC が示すピークの高さ以下でなければならない。

三フッ化ホウ素エーテル錯体 純度 99%以上の試薬を用いる。

ジエチレングリコール 純度 98%以上の試薬を用いる。

ジエチレングリコールモノエチルエーテル 純度 99%以上の試薬を用いる。

シクロヘキシルシリル化シリカゲルミニカラム(遮光、1,000mg) 光の透過を防ぐ包装を施した内径 12~13 mm のポリエチレン製のカラム管に、シクロヘキシ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を用いる。

シクロヘキシルシリル化シリカゲルミニカラム (2,000mg) 内径 15~16 mm のポリエチレン製のカラム管に、シクロヘキシルシリル化シリカゲル 2,000 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。

シクロヘキシルシリル化シリカゲルミニカラム(遮光、2,000mg) 光の透過を防ぐ包装を施した内径 15~16 mm のポリエチレン製のカラム管に、シクロヘキシルシリル化シリカゲル 2,000 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。

ジクロロメタン ジクロロメタン 300 mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、ジクロロメタンを除去する。この残留物を *n*-ヘキサン 5 mL に溶かし、その 5 μ L を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の *n*-ヘキサン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} g の γ -BHC が示すピークの高さ以下でなければならない。

ジクロロメタン(特級) ジクロロメタン (特級)

ジクロロジメチルシラン 純度 98%以上の試薬を用いる。

ジブチルヒドロキシトルエン ジブチルヒドロキシトルエン (特級)

***p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド** *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド (特級)

消泡用シリコン シリコンを消泡用に製造したのものを用いる。

シリカゲルミニカラム (500mg) 内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、カラムクロマトグラフィー用に製造したシリカゲル 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。

シリカゲルミニカラム (690mg) 内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、カラムクロマトグラフィー用に製造したシリカゲル 690 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。

シリカゲルミニカラム(遮光、690mg) 光の透過を防ぐ包装を施した内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、カラムクロマトグラフィー用に製造したシリカゲル 690 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。

シリカゲルミニカラム (1,000mg) 内径 8~9 mm のポリエチレン製のカラム管に、カラムクロマトグラフィー用に製造したシリカゲル 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。

水酸化ホウ素ナトリウム 純度 98%以上の試薬を用いる。

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 のステンレス製のカラム管に、ゲル浸透クロマトグラフィー用に製造したスチレンジビニルベンゼン共重合体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。

スチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラム (265mg) 内径 8~9 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 265 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。

スルファミン酸 スルファミン酸 (特級)

セルラーゼ 1 mg 当たり 37°C、pH5.0 で 1 分間にセルロースからグルコースを 29 μ molL 遊離させる力価のものを用いる。

多孔性ケイソウ土カラム (20mL 保持用) 内径 20~30 mm のポリエチレン製のカラム管に、20 mL を保持することができる量のカラムクロマトグラフィー用に製造した顆粒状多孔性ケイソウ土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。

中性アルミナミニカラム (1,710mg) 内径 9~10 mm のポリエチレン製のカラム管に、中性アルミナ 1,710 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。

テトラヒドロフラン テトラヒドロフラン (特級)

ドデシル硫酸ナトリウム 純度 85%以上の試薬を用いる。

トリエチルアミン トリエチルアミン (特級)

トリナトリウムペンタンシアノアミンフェロエート トリナトリウムペンタンシアノアミンフェロエート (特級)

2, 2, 2-トリフルオロエタノール 2, 2, 2-トリフルオロエタノール (特級)

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(500mg) 内径8~9mmのポリエチレン製のカラム管に、トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル 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。

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(1, 000mg) 内径6~9mmのポリエチレン製のカラム管に、トリメチルアミノ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。

トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル及びベンゼンスルホン酸シリル化シリカゲル混合ミニカラム(200mg) 内径8~9mmのポリエチレン製のカラム管に、トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル及びベンゼンスルホン酸シリル化シリカゲルの混合物 200 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。

ナトリウムベンゼンチオラート 純度 98%以上の試薬を用いる。

o-ニトロベンズアルデヒド o-ニトロベンズアルデヒド (特級)

乳酸 乳酸 (特級)

フェノールフタレイン試液 フェノールフタレイン 1 g をエタノール 100 mL に溶かす。

o-フタルアルデヒド 純度 99%以上の試薬を用いる。

フッ化カリウム フッ化カリウム (特級)

プロピルスルホニルシリル化シリカゲルミニカラム(1, 000mg) 内径12~13 mmのポリエチレン製のカラム管に、プロピルスルホニ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。

フルオレスカミン 純度 98%以上の試薬を用いる。

9-フルオレニルメチルクロロホルマート 9-フルオレニルメチルクロロホルマート (特級)

n-ヘキサン n-ヘキサン 300 mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて 5 mL に濃縮し、この 5 μ L を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の n-ヘキサン以外のピークの高さは、 2×10^{-11} g の γ -BHC が示すピークの高さ以下でなければならない。

ヘプタフルオロ酪酸 ヘプタフルオロ-n-酪酸

ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム (特級)

ペルオキシ二硫酸カリウム ペルオキシ二硫酸カリウム (1級)

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(500mg) 内径8~9mm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 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。

3-ペンタノン 3-ペンタノン (特級)

n-ペンタン 純度 99%以上の試薬を用いる。

水 蒸留水を用いる。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含む場合には、n-ヘキサン等の溶媒で洗浄したものを用いる。

無水クロロ酢酸 純度 99%以上の試薬を用いる。

無水フルオロ酢酸 純度 99%以上の試薬を用いる。

無水硫酸ナトリウム 無水硫酸ナトリウム (特級)。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含む場合には、n-ヘキサン等の溶媒で洗浄したものを用いる。

メタノール メタノール 300 mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて濃縮し、メタノールを除去する。この残留物を n-ヘキサン 5 mL に溶かし、その 5 μ L を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入して試験するとき、ガスクロマトグラム上の n-ヘキサン以外のピ

ークの高さは、 2×10^{-11} g の γ -BHC が示すピークの高さ以下でなければならない。

メチルイソブチルケトン メチルイソブチルケトン (特級)

1-メチルイミダゾール 純度 99%以上の試薬を用いる。

メチルオレンジ試液 メチルオレンジ 0.1 g を水 100 mL に溶かす。

N-メチル-N-ニトロソ-p-トルエンスルホンアミド 純度 98%以上の試薬を用いる。

N-メチルビストリフルオロアセトアミド 純度 95%以上の試薬を用いる。

2-メルカプトエタノール 純度 99%以上の試薬を用いる。

3-メルカプトプロピオン酸 純度 98%以上の試薬を用いる。

モノエタノールアミン モノエタノールアミン (特級)

モレキュラーシーブス 天然のアルカリ金属ケイ酸ナトリウム又はアルカリ度類金属ケイ酸ナトリウム

ヨウ化カリウム・デンブン紙 ヨウ化カリウム・デンブン紙

ヨードトリメチルシラン 純度 95%以上の試薬を用いる。

四ホウ酸ナトリウム 四ホウ酸ナトリウム (特級)

ラウリル硫酸ナトリウム ラウリル硫酸ナトリウム (特級)

リン酸水素一カリウム リン酸水素一カリウム (特級)

リン酸水素二カリウム リン酸水素二カリウム (特級)

リン酸テトラ-n-ブチルアンモニウム リン酸テトラ-n-ブチルアンモニウム (特級)

ピリミルスルファン試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

ピリミルスルファン

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。

シリカゲルミニカラム（800 mg） 内径8～9 mmのポリエチレン製のカラム管に、カラムクロマトグラフィー用に製造したシリカゲル800 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。

ピリミルスルファン標準品 本品はピリミルスルファン 98%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

①穀類、豆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た後、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせて、アセトンを加え正確に200 mLとする。この20 mLを採り、40℃以下で約2 mLまで濃縮し、0.05 vol%ギ酸10 mLを加える。

②果実及び野菜の場合

試料20.0 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た後、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせて、アセトンを加え正確に200 mLとする。この10 mLを採り、40℃以下で約1 mLまで濃縮し、0.05 vol%ギ酸10 mLを加える。

③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た後、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせて、アセトンを加え正確に200 mLとする。

2) 精製

①グラファイトカーボンカラムクロマトグラフィー（茶の場合のみ）

グラファイトカーボンミニカラム（500 mg）にアセトン5 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに1) ③で得られた溶液20 mLを注入した後、アセトン10 mLを注入する。全溶出液を40℃以下で約2 mLまで濃縮し、0.05 vol%ギ酸10 mLを加える。

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 (1,000 mg) にアセトニトリル及び0.05 vol% ギ酸各5 mLを順次注入し、流出液は捨てる。このカラムに穀類、豆類、種実類、果実及び野菜の場合は1) で得られた溶液を、茶の場合は2) ①で得られた溶液を注入した後、アセトニトリル及び0.05 vol% ギ酸 (3 : 7) 混液10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いでアセトニトリル及び0.05 vol% ギ酸 (3 : 2) 混液10 mLを注入し、溶出液にアセトニトリル及び0.05 vol% ギ酸 (3 : 2) 混液を加えて正確に10 mLとする。この5 mLを採り、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン1 mLを加えて溶解した後、*n*-ヘキサン19 mLを加える。

③シリカゲルカラムクロマトグラフィー

シリカゲルミニカラム (800 mg) にアセトン及び*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) ②で得られた溶液を注入し、流出液は捨てる。次いでアセトン及び*n*-ヘキサン (3 : 7) 混液 20 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0.05 vol% ギ酸 (3 : 2) 混液に溶解し、穀類、豆類、種実類、果実及び野菜の場合は正確に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。

5. 検量線の作成

ピリミルスルファン標準品のアセトニトリル及び0.05 vol% ギ酸 (3 : 2) 混液の溶液を数点調製し、それぞれ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、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。

6. 定量

試験溶液をLC-MSに注入し、5の検量線でピリミルスルファンの含量を求める。

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3 µm

カラム温度：40°C

移動相：アセトニトリル及び0.05 vol% ギ酸 (1 : 3) から (3 : 1) までの濃度勾配を15分間で行い、(3 : 1) で3分間保持する。

イオン化モード：ESI (-)、ESI (+)

主なイオン (*m/z*) : 418 [ESI (-)]、420 [ESI (+)]

注入量：5 µL

保持時間の目安：15分

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

ピリミスルファンを試料からアセトンで抽出し、グラファイトカーボンミニカラム（茶の場合のみ）、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム及びシリカゲル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ピリミスルファンは*n*-ヘキサンへの溶解性が低いため、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム精製後の残留物を溶解する際には、アセトンに溶解した後に*n*-ヘキサンを加える。このとき溶解が不十分であると、回収率が低下したりばらつくことがあるので、溶解の際に超音波処理をすると良い。

②ピリミスルファンのLC-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*) : 418 [ESI (-)]

定性イオン (*m/z*) : 420 [ESI (+)]

また、LC-MS/MS測定の例を以下に示す。

イオン化モード : ESI (+)

主なイオン (*m/z*) : プリカーサーイオン 420、プロダクトイオン 370、255

③ピリミスルファンの*n*-ヘキサン溶液あるいは酢酸エチル溶液では、無水硫酸ナトリウムによるピリミスルファンの損失が報告されている。

11. 参考文献

なし

12. 類型

C

フェンヘキサミド試験法（畜水産物）

1. 分析対象化合物

フェンヘキサミド

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。

フェンヘキサミド標準品 本品はフェンヘキサミド98%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

試料10.0 gに1.5 mol/Lリン酸30 mLを加え、混合する。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た後、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせて、アセトンで正確に200 mLとする。この4 mLを採り、1 vol%ギ酸16 mLを加える。

②脂肪の場合

試料5.00 gに1.5 mol/Lリン酸30 mLを加え、混合する。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た後、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせて、アセトンで正確に200 mLとする。この8 mLを採り、1 vol%ギ酸20 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（1,000 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。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、流出液は捨てる。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムに1) で得られた溶液を注入した後、1 vol%ギ酸・アセトニトリル及び水（3：7）溶液10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、このカラムの下部にグラファイトカーボンミニカラムを接続し、1 vol%ギ酸・アセトニトリル及び水（7：3）溶液10 mLを注入し、流出液は捨てる。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムを除去した後、グラファイトカーボンミニカラムに1 vol%ギ酸・アセトニトリル溶液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としたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

フェンヘキサミド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。

6. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、5の検量線でフェンヘキサミドの含量を求める。

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2.0 mm、長さ150 mm、粒子径5 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 (3 : 7) から (9 : 1) までの濃度勾配を10分間で行い、(9 : 1) で5分間保持する。

イオン化モード：ESI (-) 又はESI (+)

主なイオン (m/z) : ESI (-) ; プリカーサーイオン 300、プロダクトイオン 264
ESI (+) ; プリカーサーイオン 302、プロダクトイオン 97

注入量：5 µL

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

フェンヘキサミドを試料から酸性下アセトンで抽出し、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム及びグラファイトカーボン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

①pH 3未満の条件下で抽出を行う必要があること。

②フェンヘキサミドの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。

定量用イオン (m/z) : ESI (-) ; プリカーサーイオン 300、プロダクトイオン 264

定性用イオン (m/z) : ESI (+) ; プリカーサーイオン 302、プロダクトイオン 97

また、そのほかのイオンの例を以下に示す。

ESI (-) ; プリカーサーイオン 300、プロダクトイオン 249

11. 参考文献

なし

1 2 . 類型

C

ミルベメクチン及びレピメクチン試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

農薬等の成分である物質	分析対象化合物
ミルベメクチン	ミルベメクチンA3 (10E,14E,16E,22Z)-(1R,4S,5'S,6R,6'R,8R,13R,20R,21R,24S)-21,24-ジヒドロキシ-5',6',11,13,22-ペンタメチル-3,7,19-トリオキサテトラシクロ[15.6.1.1 ^{4,8} .0 ^{20,24}]ペンタコサ-10,14,16,22-テトラエン-6-スピロ-2'-テトラヒドロピラン-2-オン
	ミルベメクチンA4 (10E,14E,16E,22Z)-(1R,4S,5'S,6R,6'R,8R,13R,20R,21R,24S)-6'-エチル-21,24-ジヒドロキシ-5',11,13,22-テトラメチル-3,7,19-トリオキサテトラシクロ[15.6.1.1 ^{4,8} .0 ^{20,24}]ペンタコサ-10,14,16,22-テトラエン-6-スピロ-2'-テトラヒドロピラン-2-オン
レピメクチン	L.A3（レピメクチンA3） (10E,14E,16E)-(1R,4S,5'S,6R,6'R,8R,12R,13S,20R,21R,24S)-21,24-ジヒドロキシ-5',6',11,13,22-ペンタメチル-2-オキソ-3,7,19-トリオキサテトラシクロ[15.6.1.1 ^{4,8} .0 ^{20,24}]ペンタコサ-10,14,16,22-テトラエン-6-スピロ-2'-テトラヒドロピラン-12-イル(Z)-2-メトキシイミノ-2-フェニルアセタート
	L.A4（レピメクチンA4） (10E,14E,16E)-(1R,4S,5'S,6R,6'R,8R,12R,13S,20R,21R,24S)-6'-エチル-21,24-ジヒドロキシ-5',11,13,22-テトラメチル-2-オキソ-3,7,19-トリオキサテトラシクロ[15.6.1.1 ^{4,8} .0 ^{20,24}]ペンタコサ-10,14,16,22-テトラエン-6-スピロ-2'-テトラヒドロピラン-12-イル(Z)-2-メトキシイミノ-2-フェニルアセタート

2. 装置

蛍光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ（HPLC-FL）

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。

無水トリフルオロ酢酸 無水トリフルオロ酢酸（特級）

ミルベメクチンA3標準品 本品はミルベメクチンA3 95%以上を含む。

ミルベメクチンA4標準品 本品はミルベメクチンA4 95%以上を含む。

レピメクチン標準品 本品はレピメクチン 97%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 穀類、豆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た後、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせて、アセトンで正確に200 mLとする。この20 mLを採り、40°C以下で濃縮し、アセトンを除去する。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 : 4) 混液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 : 19) 混液5 mLを加えて溶かす。

② 果実及び野菜の場合

試料20.0 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た後、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせて、アセトンで正確に200 mLとする。この10 mLを採り、40°C以下で濃縮し、アセトンを除去する。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 : 4) 混液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及び*n*-ヘキサン (1 : 19) 混液5 mLを加えて溶かす。

③ 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た後、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせて、アセトンで正確に200 mLとする。この40 mLを採り、40°C以下で濃縮し、アセトンを除去する。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 : 4) 混液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及び*n*-ヘキサン (1 : 19) 混液5 mLを加えて溶かす。

2) 精製

グラファイトカーボンミニカラム (500 mg) の下にシリカゲルミニカラム (690 mg) を連結し、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 : 19) 混液15 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 : 7) 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。この残留物にトルエン1 mLを加えて溶かす。

3) 蛍光誘導体化

2) で得られた溶液にトリエチルアミン0.05 mL及び無水トリフルオロ酢酸0.1 mLを加えて密栓し、40°Cで30分間緩やかに振とう後、トリエチルアミン0.05 mLを加え、窒素気流下で溶

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

1) ミルベメクチンについて

ミルベメクチンA3標準品及びミルベメクチンA4標準品の混合標準溶液（各2 mg/Lアセトニトリル溶液）を調製する。混合標準溶液1 mLを採り窒素気流下で溶媒を除去した後、トルエン1 mLを加えて溶かし、4. 試験溶液の調製 3) 蛍光誘導体化と同様の操作を行い、蛍光誘導体の検量線用メタノール溶液を調製する。この溶液を希釈してメタノール溶液を数点調製し、それぞれHPLC-FLに注入し、ピーク高法もしく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0.002 mg/Lである。

2) レピメクチンについて

レピメクチン標準品の2 mg/Lアセトニトリル溶液を調製し、その1 mLを採り窒素気流下で溶媒を除去した後、トルエン1 mLを加えて溶かし、4. 試験溶液の調製 3) 蛍光誘導体化と同様の操作を行い、蛍光誘導体の検量線用メタノール溶液を調製する。この溶液を希釈してメタノール溶液を数点調製し、それぞれHPLC-FLに注入し、レピメクチンA3及びレピメクチンA4の両ピークの高さ又は面積の合計を用いて、ピーク高法もしく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0.002 mg/Lである。

6. 定量

試験溶液をHPLC-FLに注入し、5の検量線でミルベメクチンA3、ミルベメクチンA4及びレピメクチンの含量を求める。

7. 確認試験

HPLC-FLにより確認する。

8. 測定条件

(例)

検出器：FL（励起波長368 nm、蛍光波長460 nm）

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル、内径4.6 mm、長さ150 mm、粒子径5 µm

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル及び水（9：1）混液

注入量：20 µL

保持時間の目安：ミルベメクチンA3；14分

ミルベメクチンA4；18分

レピメクチンA3；13分

レピメクチンA4；15分

9. 定量限界

0.01 mg/kg

1 0. 留意事項

1) 試験法の概要

ミルベメクチン（ミルベメクチンA3及びミルベメクチンA4）及びレピメクチン（レピメクチンA3及びレピメクチンA4）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（1：4）混液で転溶した後、穀類、豆類及び種実類はアセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂する。グラファイトカーボン/シリカゲル連結ミニカラムで精製した後、蛍光誘導体化しHPLC-FLで定量及び確認する方法である。

2) 注意点

①蛍光誘導体化において、30分間振とう後に添加するトリエチルアミンは、誘導体化反応を停止するために加える。誘導体化後に溶媒を除去した後、残留物が0.1～0.2 mL程度残る。また、蛍光誘導体は不安定であることから、蛍光誘導体化後の操作は速やかに行い、測定まで即日で行うと良い。

②確認条件

検出器：蛍光光度型検出器（励起波長368 nm、蛍光波長460 nm）

カラム：フェニル結合型シリカゲル、内径4.6 mm、長さ250 mm、粒子径5 μm

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル及び水の混液（3：1）

保持時間の目安：ミルベメクチンA3；13分

ミルベメクチンA4；15分

レピメクチンA3；16分

レピメクチンA4；18分

なお、試験法開発時にLC-MS/MSでの確認条件も検討したが、十分な感度が得られなかった。

③試験法開発時には、レピメクチンA3及びレピメクチンA4それぞれの標準品を入手できなかったため、両者の混合標準品（それぞれの割合はレピメクチンA3が20%以下、レピメクチンA4が80%以上のもの）を用いて両ピークの合計値で定量を行った。レピメクチンA3及びレピメクチンA4の各標準品が入手可能な場合には、それぞれの含量を求めその和を分析値とする。

1 1. 参考文献

旧環境省告示ミルベメクチン試験法

1 2. 類型

C

ラフォキサニド試験法（畜水産物）

1. 分析対象化合物

ラフォキサニド

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。

ラフォキサニド標準品 本品はラフォキサニド 97%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

試料10.0 gにアセトン100 mL（はちみつの場合は水20 mLを加えて溶解後アセトン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（はちみつの場合は水10 mLを加えて溶解後アセトン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て、アセトンを加えて正確に200 mLとする。この2 mLを採り、水2 mLを加える。

② 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、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て、アセトンを加えて正確に200 mLとする。この4 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ン2 mLを加えて溶かした後、水2 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（1,000 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た後、アセトニトリル及び水（7：3）混液10 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°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4 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ラフォキサニド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0.01 mg/kgに相当する試験溶液中濃度は0.00025 mg/Lである。

6. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、5の検量線でラフォキサニドの含量を求める。

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5 μm

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル及び0.1 vol%ギ酸 (17 : 3) 混液

イオン化モード：ESI (-)

主なイオン (m/z) : プリカーサーイオン 624、プロダクトイオン 345、127

注入量：4 μL

保持時間の目安：10分

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

ラフォキサニドを試料からアセトンで抽出する。アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂（脂肪の場合のみ）、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 ラフォキサニドはオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムの種類により溶出状況が大きく異なるため注意する。
- ② ラフォキサニドの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 624、プロダクトイオン 127
定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 624、プロダクトイオン 345

11. 参考文献

なし

12. 類型

C