

食安発0902第1号
平成26年9月2日

各

都道府県知事
保健所設置市長
特別区長

 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「アセキノシル試験法（農産物）」に係る部分の次に別紙2の「アセキノシル試験法（畜水産物）」を、「アセタミプリド試験法（農産物）」に係る部分の次に別紙3の「アセタミプリド試験法（畜水産物）」を、「エンフロキサシン、オキサリニック酸、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）」に係る部分の次に別紙4の「オキサジアルギル試験法（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、「アセ

キノシル試験法（畜水産物）」にあつては、牛の筋肉・脂肪・肝臓、鶏の筋肉、鶏卵、牛乳、はちみつ、うなぎ、さけ及びしじみについて、「アセタミプリド試験法（畜水産物）」にあつては、牛の筋肉・脂肪・肝臓、鶏卵、牛乳、はちみつ、うなぎ、さけ、えび及びしじみについて、「オキサジアルギル試験法（農産物）」にあつては、玄米、大豆、ばれいしょ、キャベツ、ほうれんそう、トマト、いちご、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）
- ・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）
- ・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）
- ・ジクロロ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）
- ・ダズメット、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）
- ・トリネキサパッケチル試験法（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）
- ・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）
- ・ブ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）
- ・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 -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

アセキノシル試験法（畜水産物）

1. 分析対象化合物

アセキノシル

3-ドデシル-2-ヒドロキシ-1,4-ナフトキノン（以下「アセキノシルヒドロキシ体」という。）

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。

アセキノシル標準品 本品はアセキノシル 95%以上を含む。

アセキノシルヒドロキシ体標準品 本品はアセキノシルヒドロキシ体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、卵及び魚介類の場合

試料10.0 gに0.4 mol/L塩酸5 mL及びアセトン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20 mLを採り、10 w/v%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、ろ液を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20 mLを加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル40 mLずつで3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*n*-ヘキサン2 mLを加えて溶かす。

② はちみつの場合

試料10.0 gに水20 mLを加えて溶解する。これに0.4 mol/L塩酸5 mL及びアセトン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20 mLを採り、10 w/v%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、ろ液を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2 mLを加えて溶かす。

③ 脂肪の場合

試料5.00 gに0.4 mol/L塩酸5 mL及びアセトン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、10 w/v%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、ろ液を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20 mLを加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル40 mLずつで3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*n*-ヘキサン2 mLを加えて溶かす。

2) 精製

① 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 (500 mg) に*n*-ヘキサン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、*n*-ヘキサン10 mLを注入し、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。この残留物にアセトニトリル及び水 (1 : 1) 2 mLを加えて溶かす。

② スチレンジビニルベンゼン共重合体カラムクロマトグラフィー

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10 mL、アセトニトリル及び水 (1 : 1) 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、アセトニトリル及び水 (1 : 1) 10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いでアセトニトリル20 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に溶解し、正確に1 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

アセキノシル標準品及びアセキノシルヒドロキシ体標準品をそれぞれアセトンに溶解して500 mg/Lとし標準原液とする。各標準原液を適宜混合してアセトニトリルで希釈した溶液を数点調製し、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0.01 mg/Lである。

6. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、5の検量線でアセキノシル及びアセキノシルヒドロキシ体の含量を求める。アセキノシルヒドロキシ体を含むアセキノシルの含量を求める場合には、次式により求める。

アセキノシル (アセキノシルヒドロキシ体を含む。) の含量 (ppm) = $A + B \times 1.123$

A : アセキノシルの含量 (ppm)

B : アセキノシルヒドロキシ体の含量 (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150 mm、粒子径3 μm

カラム温度 : 40℃

移動相 : アセトニトリル及び0.1 vol%ギ酸混液 (1 : 1) から (19 : 1) までの濃度勾配を10分間で行い、(19 : 1) で10分間保持する。

イオン化モード : APCI (-)

主なイオン (*m/z*)

アセキノシル : プリカーサーイオン 384、プロダクトイオン 342、187

アセキノシルヒドロキシ体 : プリカーサーイオン 341、プロダクトイオン 313、200、186

注入量 : 10 μL

保持時間の目安

アセキノシル：18分

アセキノシルヒドロキシ体：17分

9. 定量限界

各化合物 0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

アセキノシル及びアセキノシルヒドロキシ体を試料から0.4 mol/L塩酸及びアセトンで抽出し、*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（はちみつの場合は省略）した後、シリカゲルミニカラム及び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、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。

2) 注意点

①アセキノシルは、アセキノシル及びアセキノシルヒドロキシ体のそれぞれについて定量を行い、アセキノシルヒドロキシ体については、その含量に係数を乗じてアセキノシルの含量に換算し、これらの和を分析値とすること。

②アセキノシルは光に不安定であるため、試験は遮光条件下で行うこと。本試験法開発時は、ガラス器具は褐色のものをを用いた。

③アセキノシル及びアセキノシルヒドロキシ体の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。

アセキノシル

定量イオン (*m/z*) : プリカーサーイオン384、プロダクトイオン342

定性イオン (*m/z*) : プリカーサーイオン384、プロダクトイオン187

アセキノシルヒドロキシ体

定量イオン (*m/z*) : プリカーサーイオン341、プロダクトイオン186

定性イオン (*m/z*) : プリカーサーイオン341、プロダクトイオン200

定性イオン (*m/z*) : プリカーサーイオン341、プロダクトイオン313

11. 参考文献

なし

12. 類型

C

アセタミプリド試験法（畜水産物）

1. 分析対象化合物

アセタミプリド

代謝物 IM-2-1 (N^1 -[(6-クロロ-3-ピリジル)メチル]- N^2 -シアノアセトアミジン) (以下、IM-2-1 という。)

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。

アセタミプリド標準品 本品はアセタミプリド 98%以上を含み、融点は 98.9°Cである。

IM-2-1 標準品 本品は IM-2-1 98%以上を含む。

4. 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

試料10.0 g (脂肪の場合は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、40°C以下で約20 mLまで濃縮する。これに10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、*n*-ヘキサン50 mLを加えて振とうし、*n*-ヘキサン層を捨てる。残った水層を酢酸エチル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、ろ液に酢酸エチルを加えて正確に200 mLとする。この4 mL (脂肪の場合は8 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 (3 : 17) 混液5 mLを加えて溶かす。

② 乳、卵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及びアセトン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。アセトン及び水混液層を採り、残留物にアセトン50 mL (はちみつの場合は水20 mL及びアセトン50 mL) を加えてホモジナイズし、上記と同様に遠心分離する。得られたアセトン及び水混液層を合わせ、40°C以下で約20 mL (はちみつの場合は約50 mL) まで濃縮する。これに10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、*n*-ヘキサン50 mLを加えて振とうし、*n*-ヘキサン層を捨てる。残った水層を酢酸エチル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、ろ液に酢酸エチルを加えて正確に200 mLとする。この4 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 (3 : 17) 混液5 mLを加えて溶かす。

2) 精製

① 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 (910 mg) にアセトン及び*n*-ヘキサン各 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、アセトン及び*n*-ヘキサン (3 : 17) 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 (1 : 4) 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 (2 : 3) 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。この残留物に水及びメタノール (2 : 3) 混液 5 mL を加えて溶かす。

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 (250 mg) にメタノール及び水各 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、水及びメタノール (2 : 3) 混液 5 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、メタノール 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及び水 (1 : 4) 混液に溶解し、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

アセタミプリド標準品及び IM-2-1 標準品をそれぞれアセトニトリルに溶解して 500 mg/L とし標準原液とする。各標準原液を適宜混合してアセトニトリル及び水 (1 : 4) 混液で希釈した溶液を数点調製し、それぞれ 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。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化合物 0.0005 mg/L (IM-2-1 はアセタミプリド換算) である。

6. 定量

試験溶液を LC-MS 又は LC-MS/MS に注入し、5 の検量線でアセタミプリド及び IM-2-1 の含量を求める。IM-2-1 を含むアセタミプリドの含量を求める場合には、次式により求める。

アセタミプリド (IM-2-1 を含む。) の含量 (ppm) = A + B × 1.067

A : アセタミプリドの含量 (ppm)

B : IM-2-1 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

(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°C

移動相 : アセトニトリル及び 0.01 vol% ギ酸溶液の混液 (1 : 4) から (4 : 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

アセタミプリド : ESI (+)

IM-2-1 : ESI (+)

主なイオン (m/z)

1) LC-MS の場合

アセタミプリド : 223

IM-2-1 : 209

2) LC-MS/MS の場合

アセタミプリド : プリカーサーイオン 223、プロダクトイオン 126

プリカーサーイオン 225、プロダクトイオン 128

IM-2-1 : プリカーサーイオン 209、プロダクトイオン 126

プリカーサーイオン 211、プロダクトイオン 128

注入量 : 4 µL

保持時間の目安

アセタミプリド : 8 分

IM-2-1 : 7 分

9. 定量限界

各化合物 0.01 mg/kg (IM-2-1 はアセタミプリド換算)

10. 留意事項

1) 試験法の概要

アセタミプリド及びIM-2-1を試料からアセトンで抽出し、*n*-ヘキサンで脱脂した後、酢酸エチルに転溶する。合成ケイ酸マグネシウム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又はLC-MS/MSで定量し、LC-MS又はLC-MS/MSで確認する方法である。なお、アセタミプリド及びIM-2-1のそれぞれについて定量を行い、IM-2-1を含むアセタミプリドの含量を求める場合には、IM-2-1の含量に換算係数を乗じてアセタミプリドの含量に変換し、これらの和を分析値とする。

2) 注意点

- ①抽出液を減圧濃縮する際、突沸に注意する。試料によってはグラファイトカーボンミニカラム精製を省略できる。
- ②アセタミプリド及びIM-2-1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。

アセタミプリド

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 223、プロダクトイオン 126

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 225、プロダクトイオン 128

IM-2-1

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン 209、プロダクトイオン 126

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン 211、プロダクトイオン 128

11. 参考文献

なし

12. 類型

C

オキサジアルギル試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

オキサジアルギル

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。

オキサジアルギル標準品 本品はオキサジアルギル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とする。この10 mLを採り、これに水10 mLを加えて、40°C以下で約10 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、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（1：1）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水（7：3）混液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。この残留物に*n*-ヘキサン5 mLを加えて溶かす。

② 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（910 mg）に*n*-ヘキサン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、*n*-ヘキサン5 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：9）混液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。この残留物を水及びメタノール（1：4）混液に溶解し、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。

5. 検量線の作成

オキサジアルギル標準品の水及びメタノール（1：4）混液の溶液を数点調製し、それぞれを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、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の検量線でオキサジアルギルの含量を求める。

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 2.1 mm、長さ150 mm、粒子径5 μm

カラム温度：40°C

移動相：5 mmol/L酢酸アンモニウム溶液及び5 mmol/L酢酸アンモニウム・メタノール溶液（1：4）混液

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（ m/z ）：343、341

注入量：5 μL

保持時間の目安：6分

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

オキサジアルギルを試料からアセトニトリルで抽出し、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精製が不足する場合は、グラファイトカーボンミニカラム（500 mg）による精製を追加するとよい。

操作概要：オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムから得られた溶出液をそのままカラム（アセトニトリル10 mLで洗浄したもの）に負荷した後、アセトニトリル10 mLを流下し、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 n -ヘキサン5 mLを加えて溶かし、以下、合成ケイ酸マグネシウムカラムクロマトグラフィーにより精製する。

②オキサジアルギルの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 ）：341

定性イオン（ m/z ）：343

11. 参考文献

なし

1 2 . 類型

C