

食安発第0821004号
平成19年8月21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

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. 目次を別添1のとおり改める。なお、改正部分を下線で示す。
2. 第1章総則の4. 試料採取(3)中「420 μm」を「425 μm」に改める。
3. 第3章個別試験法の「アゾキシストロピン試験法」を「アゾキシストロピン試験法(農産物)」と改め、別添2のとおり「アゾキシストロピン、クミルロン及びシメコナゾール試験法(畜水産物)」及び「メタアルデヒド試験法(農産物)」を加える。

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
- ・ EPTC 試験法
- ・ MCPA 及びジカンバ試験法
- ・ Seebach 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
- ・ 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、エプリノメクチン及びモキシデクチン試験法
- ・ 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
- ・ 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
- ・ オキサリニック酸試験法
- ・ オクスフェンダゾール、フェバンテル及びフェンペンダゾール試験法
- ・ 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、チオフアネート、チオフアネートメチル及びベノミル試験法
- ・ カルボスルフアン、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及びメチレンブルー試験法
- ・ 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
- ・ クロルスルフロロン及びメトスルフロロンメチル試験法
- ・ 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
- ・ シクロスルファムロン試験法
- ・ 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
- ・ 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、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
- ・ 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
- ・ トリネキサパッケチル試験法
- ・ 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
- ・ 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
- ・ 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
- ・ 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 -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

アゾキシストロピン、クミルロン及びシメコナゾール試験法（畜水産物）

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
アゾキシストロピン	アゾキシストロピン
クミルロン	クミルロン
シメコナゾール	シメコナゾール

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。

アゾキシストロピン標準品 本品はアゾキシストロピン 99%以上を含み、融点は 116～118 である。

クミルロン標準品 本品はクミルロン 99%以上を含み、融点は 167～168 である。

シメコナゾール標準品 本品はシメコナゾール 99%以上を含み、融点は 118～121 である。

4．試験溶液の調製

1) 抽出

筋肉、肝臓、腎臓、魚介類、乳、卵及びはちみつの場合は、試料 10.0 g を量り採る。脂肪の場合は、試料 5.00 g を量り採る。

これに 0.01 mol/L 塩酸 10 mL を加え、ホモジナイズした後、アセトニトリル 50 mL、*n*-ヘキサン 25 mL 及びケイソウ土 2 g を加え、さらにホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ液からアセトニトリル層を分取し、残った *n*-ヘキサン層及びろ紙上の残留物に 0.01 mol/L 塩酸 5 mL 及びアセトニトリル 25 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。*n*-ヘキサン層を捨て、得られたアセトニトリル層を合わせ、アセトニトリルを加え正確に 100 mL とする。

この抽出液 20 mL を採り、塩化ナトリウム 3 g を加え、5 分間振とうする。静置した後、分離した水層を捨てる。

2) 精製

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 10 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに上記のアセトニトリル層を注入し、さらに、アセトニトリル 2 mL を注入し、全溶出液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。残留物にアセトン及び *n*-ヘキサン（1：1）混液 2 mL を加えて溶かす。

エチレンジアミン-*N*-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

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）にメタノール 5 mL 次いでアセトン及び *n*-ヘキサン（1：1）混液 10 mL を順次注入し、流出液は捨てる。このカラムに得られた溶液を注入し、さらに、アセトン及び *n*-ヘキサン（1：1）混液 20 mL を注入して、全溶出液を 40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。残留物をメタノールに溶解し、正確に 10 mL（脂肪の場合は 5 mL）としたものを試験溶液とする。

5．検量線の作成

各農薬の標準品について、それぞれのアセトニトリル溶液を調製し、それらを混合した後、0.002～0.04 mg/L（アゾキシストロピンの魚介類、乳及びはちみつの場合は 0.0016～0.04 mg/L）の各農薬を含むメタノール溶液を数点調製する。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 μ L を LC/MS 又は LC/MS/MS に注入し、5 の検量線で各農薬の含量を求める。

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(粒径 3 ~ 3.5 μ m) 内径 2 ~ 2.1 mm、長さ 150 mm

カラム温度：40

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。

移動相流量：0.2 mL/分

A 液：5 mmol/L 酢酸アンモニウム水溶液

B 液：5 mmol/L 酢酸アンモニウム含有メタノール溶液

時間(分)	A 液(%)	B 液(%)
0	85	15
1	60	40
3.5	60	40
6	50	50
8	45	55
17.5	5	95
30	5	95
30	85	15

注入量：5 μ L

保持時間の目安：アゾキシストロピン 15 分

クミルロン 16 分

シメコナゾール 18 分

イオン化モード：

1) LC/MS の場合

アゾキシストロピン及びクミルロン ESI (+)、シメコナゾール ESI (-)

2) LC/MS/MS の場合

ESI (+)

主なイオン (m/z):

1) LC/MS の場合

アゾキシストロピン 404、クミルロン 303、シメコナゾール 352

2) LC/MS/MS の場合

アゾキシストロピン；プリカーサーイオン 404、プロダクトイオン 372、172

クミルロン；プリカーサーイオン 303、プロダクトイオン 185、125

シメコナゾール；プリカーサーイオン 294、プロダクトイオン 73、70

9. 定量限界

アゾキシストロピン 0.01 mg/kg (魚介類、乳及びはちみつの場合は 0.008 mg/kg)

クミルロン 0.01 mg/kg

シメコナゾール 0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

アゾキシストロピン、クミルロン及びシメコナゾールを試料から塩酸、アセトニトリル及び n -

ヘキサンで抽出する。*n*-ヘキサンを分離後、塩析で水を除き、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム及びエチレンジアミン-*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。

2) 注意点

シメコナゾールの LC/MS での測定は ESI (-), m/z : 352 (酢酸付加イオン) を選択しているが、ESI (+), m/z : 294 で測定してもよい。

LC/MS/MS で測定する場合はプロダクトイオンについて、アゾキシストロピンは m/z : 372 を定量イオン、 m/z : 172 を確認イオン、クミルロンは m/z : 185 を定量イオン、 m/z : 125 を確認イオン、シメコナゾールは m/z : 70 を定量イオン、 m/z : 73 を確認イオンとする。

11. 参考文献

なし

12. 類型

C

メタアルデヒド試験法（農産物）

1．分析対象化合物
メタアルデヒド

2．装置
ガスクロマトグラフ・質量分析計（GC/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。
グラファイトカーボンミニカラム（250 mg） 内径9 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250 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。
多孔性ケイソウ土カラム（5 mL保持用） 内径19~20 mmのポリエチレン製のカラム管に、5 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。
メタアルデヒド標準品 本品はメタアルデヒド97%以上を含み、融点は243~246（封管）である。

4．試験溶液の調製

1) 抽出

穀類、豆類及び種実類の場合

試料10.0 gに水20 mLを加え、2時間放置する。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、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に水1 mLを加え、40 以下で約3 mLまで濃縮する。

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、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に水2 mLを加え、40 以下で約3 mLまで濃縮する。

茶の場合

試料5.00 gに水20 mLを加え、2時間放置する。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、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40 mLを40 以下で約4 mLまで濃縮する。

2) 精製

グラファイトカーボンミニカラム（250 mg）及び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（1：9）混液5 mLを注入し、流出液は捨てる。1)で得られた濃縮液を多孔性ケイソウ土カラムに注入し、10分間放置する。多孔性ケイソウ土カラムの下に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を接続する。酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：9）混液30 mLを注入し、溶出液を40 以下で約3 mLまで濃縮する。濃縮液に*n*-ヘキサンを加えて正確に5 mLとしたものを試験溶液とする。

5．検量線の作成

メタルデヒド標準品の0.002～0.04 mg/Lの *n*-ヘキサン溶液を数点調製し、それぞれ1 μLをGC/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1 μLをGC/MSに注入し、5の検量線でメタルデヒドの含量を求める。

7．確認試験

GC/MS又はGC/MS/MSにより確認する。

8．測定条件

GC/MS

カラム：6%シアノプロピルフェニル-メチルシリコン、内径0.25 mm、長さ30 m、膜厚1.4 μm

カラム温度：50（1分）-30 /分-260（3分）

注入口温度：150

キャリアーガス：ヘリウム

イオン化モード（電圧）：EI（70 eV）

主なイオン（*m/z*）：89、45

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

メタルデヒドを試料からアセトンで抽出し、多孔性ケイソウ土カラム、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、GC/MSで測定及び確認する方法である。

2) 注意点

(1) 濃縮時に揮散しやすいため、精製後の濃縮操作においては3 mL程度残すこと。

(2) GC/MS測定時、注入口温度を低めに設定することで感度が向上することから、注入口温度は150 に設定したほうがよい。

11．参考文献

なし

12．類型

C