



食安発第1130004号

平成18年11月30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

食品、添加物等の規格基準の一部を改正する件（平成18年厚生労働省告示第645号）が本日公布され、その内容については本日付け食安発第1130001号当職通知をもって通知したところである。

これに関連して、「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2章一斉試験法の「HPLCによる動物用医薬品等の一斉試験法I（畜水産物）」の別表を別紙2のとおり改める。なお、改正部分を下線で示す。
3. 第3章個別試験法の「サラフロキサシン及びダノフロキサシン試験法」を削除し、別紙3に示す「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）」及び「ツラスロマイシン試験法（畜水産物）」を加える。

4. 新たに試験法を定めたシプロフロキサシン、オルビフロキサシン、ジフロキサシン及びノルフロキサシンについては、今回の改正の適用期日を別紙4のとおりとする。

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）

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、ペ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、テトラクロロビンホス、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
- ・ Sec-ブチルアミン試験法
- ・ 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、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
- ・ 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
- ・ アニラジン試験法
- ・ アミトラス試験法
- ・ 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、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、エタメツルスルフロンメチル、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
- ・ 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
- ・ オキシ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ベンダゾール試験法
- ・ オリサストロビン試験法
- ・ 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
- ・ 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、チオファネート、チオファ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
- ・ 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
- ・ 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
- ・ 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
- ・ テクロフタラム試験法

- ・ デスメディファム試験法
- ・ テブ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
- ・ 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
- ・ 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
- ・ フルカルバズ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
- ・ 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 -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
- ニトロフラン類試験法
- プロファム試験法
- マラカイトグリーン試験法

(別表)HPLCによる動物用医薬品等の一斉試験法 I (畜水産物)

品目名	分析対象化合物名	測定波長 (nm)	測定イオン (m/z)	定量限界 (mg/kg)
アクロミド	アクロミド		199	0.5
アザベロン	アザベロン		328	0.01
2-アセチルアミノ-5-ニトロアゾール	2-アセチルアミノ-5-ニトロアゾール		186	0.01
アレスリン	アレスリン		303	0.01
アンブロリウム	アンブロリウム	245	243	0.01
エトパベート	エトパベート		238	0.01
エプリノメクチン	エプリノメクチンB1a		914	0.03
エマメクチン安息香酸	エマメクチンB1a		886	0.003
エリスロマイシン	エリスロマイシン		716	0.01
エンフロキサシン	エンフロキサシン	280	360	0.01
	シプロフロキサシン	280	332	0.01
オキサシリン	オキサシリン		402	0.4
オキシリニック酸	オキシリニック酸	260	262	0.01
オフロキサシン	オフロキサシン		362	0.01
オラキンドックス	オラキンドックス	260	264	0.01
オルビフロキサシン	オルビフロキサシン		396	0.01
オルメプリム	オルメプリム	230	275	0.02
オレアンドマイシン	オレアンドマイシン		688	0.01
キシラジン	キシラジン		221	0.001
クレンブテロール	クレンブテロール		277	0.001
クロキサシリン	クロキサシリン		436	0.1
クロピドール	クロピドール	230	192	0.01
クロルスロン	クロルスロン		380	0.01
クオルヘキシジン	クオルヘキシジン		506	0.01
サラフロキサシン	サラフロキサシン		386	0.01
ジアベリジン	ジアベリジン		261	0.02
ジクラズリル	ジクラズリル	275	382	0.01
ジシクラニル	ジシクラニル		191	0.01
ジフルベンズロン	ジフルベンズロン		311	0.03
ジフロキサシン	ジフロキサシン		400	0.01
スルファキノキサリン	スルファキノキサリン	270	301	0.01
スルファグアニジン	スルファグアニジン		215	0.01
スルファクロルピリダジン	スルファクロルピリダジン		285	0.01
スルファジアジン	スルファジアジン		251	0.01
スルファジミジン	スルファジミジン	270	279	0.01
スルファジメトキシシ	スルファジメトキシシ	275	311	0.01
スルファセタミド	スルファセタミド		215	0.01
スルファチアゾール	スルファチアゾール		256	0.01
スルファドキシシ	スルファドキシシ		311	0.01
スルファニトラン	スルファニトラン		336	0.01
スルファピリジン	スルファピリジン		250	0.01
スルファベンズアミド	スルファベンズアミド		277	0.01
スルファメキサゾール	スルファメキサゾール		254	0.01
スルファメキシピリダジン	スルファメキシピリダジン		281	0.01
スルファメラジン	スルファメラジン	270	265	0.01
スルファモノメトキシシ	スルファモノメトキシシ	275	281	0.01
タイロシン	タイロシン		916	0.01
ダノフロキサシン	ダノフロキサシン		358	0.01
チアベンダゾール	チアベンダゾール	300	202	0.01
	5-ヒドロキシチアベンダゾール	300	218	0.01
チアムリン	チアムリン		494	0.05
チアンフェニコール	チアンフェニコール	225	354*	0.01
チルミコシン	チルミコシン	235	870	0.05 (筋肉、脂肪、 内臓) 0.01 (乳)
デキサメタゾン	デキサメタゾン		393	0.01
テメホス	テメホス		467	0.05
トリクロルホン	トリクロルホン		258	0.1
トリベレナミン	トリベレナミン		256	0.002-0.02
トリメプリム	トリメプリム	230	291	0.02
トルフェナム酸	トルフェナム酸		261	0.005
酢酸トレンボロン	α -トレンボロン(肝臓)	340	271	0.002
	β -トレンボロン(筋肉)	340	271	0.002
ナフシリン	ナフシリン		447	0.01
ナリジクス酸	ナリジクス酸	260	233	0.01
ニトロキシニル	ニトロキシニル		291	0.05
ハロフジノン	ハロフジノン	245		0.01
ナイカルバジン	N,N'-ビス(4-ニトロフェニル)ウレア	350	303	0.02
ヒドロコルチゾン	ヒドロコルチゾン		405	0.01

品目名	分析対象化合物名	測定波長 (nm)	測定イオン (m/z)	定量限界 (mg/kg)
ピランテル	ピランテル		207	0.01
ピリメタミン	ピリメタミン	230	249	0.02
ファミフル	ファミフル		326	0.02
フェノキシメチルペニシリン	フェノキシメチルペニシリン		383	0.02
フェノブカルブ	フェノブカルブ		208	0.01
フルニキシム	フルニキシム		297	0.005
フルベンダゾール	フルベンダゾール	315	314	0.01
フルメキン	フルメキン		282	0.01
ブレドニゾロン	ブレドニゾロン		361	0.002
プロチゾラム	プロチゾラム		395	0.0005
5-プロピルホルニル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン	5-プロピルホルニル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン	300	240	0.01
フロルフェニコール	フロルフェニコール		356	0.01
マルボフロキサシン	マルボフロキサシン		363	0.01
ミロキサシン	ミロキサシン		264	0.01
メチルブレドニゾロン	メチルブレドニゾロン		375	0.01
メベンダゾール	メベンダゾール		296	0.01
モネンシン	モネンシン		679	0.001
モランテル	モランテル		221	0.01
ラサロシド	ラサロシド		613	0.01
リファキシミン	リファキシミン		786	0.01
リンコマイシン	リンコマイシン		407	0.05
レバミゾール	レバミゾール	220	205	0.01
ロベニジン	ロベニジン		334	0.01

◎化合物名の五十音順に示した。

◎測定波長は紫外分光光度型検出器又は多波長検出器付き高速液体クロマトグラフによるものを示す。

◎5-プロピルホルニル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン及びチアベンダゾールについては蛍光検出器付き高速液体クロマトグラフ(ex 300 nm、em 370 nm)による測定も可能である。

◎測定イオンはLC/MSIによるもので、ESIポジティブ測定によるものを示す(*チアンフェニコールのみESIネガティブ測定)。

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）

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
エンロフロキサシン	エンロフロキサシン、シプロフロキサシン
オキシリニック酸	オキシリニック酸
オフロキサシン	オフロキサシン
オルビフロキサシン	オルビフロキサシン
サラフロキサシン	サラフロキサシン
ジフロキサシン	ジフロキサシン
ダノフロキサシン	ダノフロキサシン
ナリジクス酸	ナリジクス酸
ノルフロキサシン	ノルフロキサシン
フルメキン	フルメキン

2. 装置

蛍光検出器付き高速液体クロマトグラフ（HPLC-FL）

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2に示すものを用いる。

アセトニトリル 液体クロマトグラフ用に製造したのものを用いる。

水 液体クロマトグラフ用に製造したのものを用いる。

メタノール 液体クロマトグラフ用に製造したのものを用いる。

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 12～13 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。

エンロフロキサシン標準品 本品はエンロフロキサシン 98%以上を含み、融点は 219～225℃である。

シプロフロキサシン標準品 本品はシプロフロキサシン 98%以上を含み、融点は 255～257℃である。

オキシリニック酸標準品 本品はオキシリニック酸（オキシリン酸）99%以上を含み、融点は 314～316℃である。

オフロキサシン標準品 本品はオフロキサシン 98%以上を含み、融点は 250～257℃である。

オルビフロキサシン標準品 本品はオルビフロキサシン 95%以上を含み、分解点は 263℃である。

塩酸サラフロキサシン標準品 本品は塩酸サラフロキサシン 95%以上を含み、融点は 200°Cである。

塩酸ジフロキサシン標準品 本品は塩酸ジフロキサシン 95%以上を含み、融点は 275°C以上である。

メシル酸ダノフロキサシン標準品 本品はメシル酸ダノフロキサシン 95%以上を含み、融点は 328°Cである。

ナリジクス酸標準品 本品はナリジクス酸 99%以上を含み、融点は 225~230°Cである。

ノルフロキサシン標準品 本品はノルフロキサシン 98%以上を含み、融点は 220~221°Cである。

フルメキン標準品 本品はフルメキン 99%以上を含み、融点は 253~255°Cである。

4. 試験溶液調製

1) 抽出

試料 5.00 g を量り採り、アセトニトリル及び 0.2% メタリン酸溶液 (2 : 3) 混液 100 mL を加えて細砕した後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトニトリル及び 0.2% メタリン酸溶液 (2 : 3) 混液 20 mL を加えてかき混ぜた後、上記と同様に操作して、ろ液を合わせ、40°C 以下で約 30 mL に濃縮する。

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 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 5 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムにメタノール 5 mL を注入し、溶出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40°C 以下でメタノールを除去する。この残留物に水及びメタノール (7 : 3) 混液 1.0 mL を加えて溶かし、これを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

各標準品の 10 mg/100 mL メタノール溶液を調製し、水及びメタノール (7 : 3) 混液で希釈して 0.05~5 mg/L の標準溶液を数点調製する。それぞれ HPLC 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

試験溶液を HPLC に注入し、5 の検量線で各物質の含量を求める。

なお、エンロフロキサシンについては、その代謝物のシプロフロキサシンとの和を分析値とする。

7. 確認試験

LC/MS により確認する。

8. 測定条件

HPLC

検出器 : FL

エンロフロキサシン、シプロフロキサシン、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、ダノフロキサシン及びノルフロキサシン：
励起波長 290 nm、蛍光波長 450 nm

オキシリニック酸、ナリジクス酸及びフルメキン：励起波長 325 nm、蛍光波長 365 nm

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径 2.0～6.0 mm、長さ 100～250 mm、
粒子径 2～5 μm

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル及び 0.1%ギ酸溶液の混液（1：99）から（1：0）までの
濃度勾配を 35 分間で行い、（1：0）で 5 分間保持する。

保持時間の目安：20 分（エンロフロキサシン）

9. 定量限界

各分析対象化合物について 0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

エンロフロキサシン、シプロフロキサシン、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を試料からアセトニトリル及び 0.2%メタリン酸溶液の混液で抽出し、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た後、HPLC-FL で測定し、LC/MS で確認する方法である。

2) 注意点

- ① HPLC-FL 及び LC/MS における標準溶液及び試験溶液の標準的な注入量は、内径 3.0 mm のカラムにおいて 10 μL であるが、カラム及び装置により最適な注入量が異なる場合があるので、必要に応じて最適注入量を検討すること。
- ② LC/MS における測定条件は用いる装置により、最適なイオン化方法、生成するイオンが異なる場合があるので、装置ごとに最適条件を検討すること。

11. 参考文献

堀江ら、食品衛生学雑誌、36, 62(1995)

12. 類型

C

ツラスロマイシン試験法（畜水産物）

1. 分析対象化合物

ツラスロマイシン

2. 装置

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC/MS 又は LC/MS/MS）

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の2に示すものを用いる。

水 液体クロマトグラフ用に製造したものを用いる。

メタノール 液体クロマトグラフ用に製造したものを用いる。

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 12～13 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。

ツラスロマイシン標準品 本品はツラスロマイシン 97%以上を含み、融点は 190～192℃である。

4. 試験溶液調製

1) 抽出

① 筋肉、肝臓、腎臓及びその他の食用部分の場合

試料 5.00 g を量り採り、メタノール及び 0.2% メタリン酸溶液（3 : 7）混液 100 mL を加えて細砕した後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にメタノール及び 0.2% メタリン酸溶液（3 : 7）20 mL を加えてかき混ぜた後、上記と同様に操作して、ろ液を合わせ、40℃以下で約 30 mL に濃縮する。

② 脂肪の場合

試料 5.00 g を量り採り、*n*-ヘキサン 30 mL 及び 0.2% メタリン酸溶液 70 mL を加えて細砕した後、毎分 3,000 回転で 5 分間遠心分離する。*n*-ヘキサン層を捨て、残りの層を吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にメタノール及び 0.2% メタリン酸溶液（3 : 7）混液 20 mL を加えてかき混ぜた後、上記と同様に操作して、ろ液を合わせ、40℃以下で約 30 mL に濃縮する。

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 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 5 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムにメタノール 5 mL を注入し、溶出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40℃以下でメタノールを除去する。この残留物にアセトニトリル及び 0.05% トリフルオロ酢酸溶液（1 : 3）混液 1.0 mL を加えて溶かし、これを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ツラスロマイシン標準品の 10 mg/100 mL メタノール溶液を調製し、アセトニトリル及び 0.05% トリフルオロ酢酸溶液（1 : 3）混液で希釈して 0.5～50 mg/L の標準溶液を

数点調製する。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。

6. 定量

試験溶液を LC/MS に注入し、5 の検量線でツラスロマイシンの含量を求める。

7. 確認試験

LC/MS 又は LC/MS/MS により確認する。

8. 測定条件

LC/MS

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径 2.0～6.0 mm、長さ 100～250 mm

粒子径 2～5 μm

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル及び 0.05% トリフルオロ酢酸溶液（1：3）混液

イオン化モード：ESI(+)

主なイオン (m/z)：577、807

保持時間の目安：4～6 分

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

ツラスロマイシンを試料からメタノール及び 0.2% メタリン酸溶液の混液で抽出し、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た後、LC/MS 又は LC/MS/MS で測定及び確認する方法である。

2) 注意点

- ① LC/MS における標準溶液及び試験溶液の標準的な注入量は、内径 3.0 mm のカラムにおいて 10 μL であるが、カラム及び装置により最適な注入量が異なる場合があるので、必要に応じて最適注入量を検討すること。
- ② LC/MS における測定条件は用いる装置により、最適なイオン化方法、生成するイオンが異なる場合があるので、装置ごとに最適条件を検討すること。主なモニターイオン 577 (m/z) は、ツラスロマイシンの代謝物からも生成する場合があるので、他のイオンでも確認すること。

11. 参考文献

なし

12. 類型

C

食品名	シプロフロキサシン	オルビフロキサシン	ジフロキサシン	ノルフロキサシン
牛の筋肉	○	○	○	●
豚の筋肉	○	○	○	○
その他の陸棲哺乳類に属する動物 ^(注1) の筋肉	●	●	○	●
牛の脂肪	○	○	○	●
豚の脂肪	○	○	○	○
その他の陸棲哺乳類に属する動物の脂肪	●	●	○	●
牛の肝臓	○	○	○	●
豚の肝臓	○	○	○	○
その他の陸棲哺乳類に属する動物の肝臓	●	●	○	●
牛の腎臓	○	○	○	●
豚の腎臓	○	○	○	○
その他の陸棲哺乳類に属する動物の腎臓	●	●	○	●
牛の食用部分 ^(注2)	○	○	○	●
豚の食用部分	○	○	○	○
その他の陸棲哺乳類に属する動物の食用部分	●	●	○	●
乳	○	○	●	●
鶏の筋肉	○	●	○	○
その他の家きん ^(注3) の筋肉	●	●	○	○
鶏の脂肪	○	●	○	○
その他の家きんの脂肪	●	●	○	○
鶏の肝臓	○	●	○	○
その他の家きんの肝臓	●	●	○	○
鶏の腎臓	○	●	○	○
その他の家きんの腎臓	●	●	○	○
鶏の食用部分	○	●	○	○
その他の家きんの食用部分	●	●	○	○
魚介類(さけ目魚類に限る。)	●	●	○	●
魚介類(うなぎ目魚類に限る。)	●	●	○	●
魚介類(すずき目魚類に限る。)	●	●	○	●
魚介類(その他の魚類 ^(注4) に限る。)	●	●	○	●
魚介類(貝類に限る。)	●	●	○	●
魚介類(甲殻類に限る。)	●	●	○	●
その他の魚介類 ^(注5)	●	●	○	●
上記以外の食品	●	●	●	●

(注1) 牛及び豚を除く陸棲哺乳類に属する動物をいう。

(注2) 筋肉、脂肪、肝臓及び腎臓を除く食用に供する部分をいう。

(注3) 鶏を除く家きんをいう。

(注4) さけ目魚類、うなぎ目魚類及びすずき目魚類を除く魚類をいう。

(注5) 魚類、貝類及び甲殻類を除く魚介類をいう。

○ 平成18年11月30日施行。

● 平成19年5月30日施行。