



食安発第 1025004 号  
平成 17 年 10 月 25 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 17 年厚生労働省告示第 470 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 1025001 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、今般、農薬クロチアニジンに係る試験法について別添のとおり定めたので、関係者への周知方よろしく願います。

なお、上記試験法を実施するに際しては、「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）別添の第 1 章総則部分を参考とされたい。

(別添)

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

厚生労働省医薬食品局食品安全部

平成 1 7 年 1 0 月

# 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

食品、添加物等の規格基準（昭和34年厚生省告示第370号）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欄に掲げる農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質（その物質が化学的に変化して生成した物質を含む。）の試験法（同表第3欄に「不検出」と定めているものに係るものを除く。）について、次のとおり定める。

## 第1章 総則

## 第2章 試験法

※ 「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10月25日付け食安発第1025004号厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知）別添

# 目次

## 第1章 総則（略）

## 第2章 試験法（追加するもの以外略）

- ・ BHC、DDT、アルドリン、ジコホール、ディルドリン、テフルトリン、トリフルラリン、ハルフェンプロックス及びフェンプロパトリン試験法
- ・ 2,4-D 試験法
- ・ DCIP 試験法
- ・ EPN、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、クロルフェンビンホス、ジメチルビンホス、ジメトエート、ダイアジノン、チオメトン、テルブホス、トリアゾホス、トルクロホスメチル、パラチオン、パラチオンメチル、ピラクロホス、ピリミホスメチル、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、ホキシム、ホサロン、ホスチアゼート及びマラチオン試験法
- ・ EPTC 試験法
- ・ MCPA 及びジカンバ試験法
- ・ 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、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、フルバリネート及びペルメトリン試験法
- ・ アシベンゾラル S メチル試験法
- ・ アジムスルフロンのメチル及びフラザスルフロンの試験法
- ・ アセキノシル試験法
- ・ アセタミプリド試験法
- ・ アセフェート及びメタミドホスの試験法
- ・ アゾキシストロビン試験法
- ・ 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
- ・ アルジカルブ、エチオフエンカルブ、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
- ・ 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
- ・ イマゾスルフロンのメチル及びベンスルフロンのメチルの試験法
- ・ 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、チオベンカルブ、ピリプチカルブ及びペンデ  
イメタリン試験法
- ・ 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
- ・ 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、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
- ・ 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
- ・ カルプロバミド試験法
- ・ 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
- ・ クロチアニジン試験法 (追加)
- ・ 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
- ・ クロルフエ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
- ・ サラフロキサシン及びダノフロキサシン試験法
- ・ 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
- ・ 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
- ・ シクロスルファミロン試験法
- ・ ジクロフルアニド試験法
- ・ 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
- ・ 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、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
- ・ シラフルオフェン試験法
- ・ 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、 $\alpha$ -トレンボロン及び $\beta$ -トレンボロン試験法
- ・ ダイムロン試験法
- ・ ターバシル試験法
- ・ 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
- ・ チルミコシン試験法
- ・ テクロフタラム試験法
- ・ デスメディファミン試験法
- ・ 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
- ・ トルフェンピラド試験法
- ・ 鉛試験法
- ・ 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
- ・ ピメトロジン試験法
- ・ 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
- ・ 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
- ・ 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
- ・ 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
- ・ メチオカルブ試験法
- ・ メトプレレン試験法
- ・ 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
- ・ 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
- ・ キノキサリン-2-カルボン酸試験法
- ・ シヘキサチン試験法
- ・ ダミノジッド試験法
- ・ トリアゾホス及びパラチオン試験法



## 第2章 試験法

(追加：クロチアニジン試験法)

## クロチアニジン試験法(農産物)

### 1. 分析対象化合物

クロチアニジン

### 2. 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ(HPLC(UV))  
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。

クロチアニジン標準品 本品はクロチアニジン99%以上を含み、融点は176.8°Cである。

ベンゼンスルホンプロピルシリル化シリカゲルミニカラム(1,000 mg) 内径8~9 mmのポリエチレン製のカラム管に、ベンゼンスルホン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。

### 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を量り採り、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、3分間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、40°C以下で約30 mLに濃縮する。これに10%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、*n*-ヘキサン100 mLで洗浄した後、酢酸エチル100 mLずつで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°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。アセトニトリル層を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3 mLを加え、完全に溶かした後、*n*-ヘキサン7 mLを加えて混合する。

##### ② 果実及び野菜の場合

試料20.0 gを量り採り、アセトン100 mLを加え、3分間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、40°C以下で約30 mLに濃縮する。これに10%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、*n*-ヘキサン100 mLで洗浄した後、酢酸エチル100 mLずつで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°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン3 mLを加え、完全に溶かした後、*n*-ヘキサン7 mLを加えて混合する。

##### ③ 茶の場合

試料5.00 gを量り採り、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、3分間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、40°C以下で約30 mLに濃縮する。これに10%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、*n*-ヘキサン100 mLで洗浄した後、酢酸エチル100 mLずつで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250 mLとする。この50 mLを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3 mLを加え、完全に溶かした後、*n*-ヘキサン7 mLを加えて混合する。

#### 2) 精製

##### ① シリカゲルカラムクロマトグラフィ

クロマトグラフ管(内径15 mm)に、カラムクロマトグラフィ用シリカゲル(粒径63~200

$\mu\text{m}$ ) 10 gを *n*-ヘキサンに懸濁させて充てんし、無水硫酸ナトリウム5 gを積層する。このカラムに、1) で得られた溶液を注入した後、アセトン・*n*-ヘキサン混液(3 : 7) 50 mLを注入し、流出液は捨てる。次いでアセトン・*n*-ヘキサン混液(1 : 1) 100 mLを注入し、溶出液を40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に酢酸エチル5 mLを加えて溶かす。

② ベンゼンスルホニルプロピルシリル化シリカゲルクロマトグラフィー

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(1,000 mg)にメタノール及び酢酸エチル各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、さらにアセトン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。この残留物に酢酸エチル5 mLを加えて溶かす。

③ 中性アルミナカラムクロマトグラフィー

中性アルミナミニカラム(1,710 mg)に酢酸エチル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た後、酢酸エチル10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いでアセトン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。この残留物を水・メタノール混液(7 : 3)に溶解し、穀類、豆類及び種実類の場合は正確に2 mL、果実及び野菜の場合は正確に4 mL、茶の場合は正確に2 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

クロチアニジン標準品の0.025~0.5 mg/L水・メタノール混液(7 : 3)溶液を数点調製し、それぞれ20  $\mu\text{L}$ を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20  $\mu\text{L}$ をHPLCに注入し、5の検量線でクロチアニジンの含量を求める。

7. 測定条件

1) HPLC

検出器 : UV(波長265 nm)

カラム : オクタデシルシリル化シリカゲル(粒径5  $\mu\text{m}$ )、内径4.6 mm、長さ250 mm

カラム温度 : 40°C

移動相 : 水・メタノール混液(7 : 3)

保持時間の目安 : 約15分

2) LC/MS

カラム : オクタデシルシリル化シリカゲル(粒径5  $\mu\text{m}$ )、内径2.1 mm、長さ150 mm

カラム温度 : 40°C

移動相 : アセトニトリル・0.01%ギ酸溶液混液(1 : 9)から(1 : 1)までの濃度勾配を5分間でを行い、(1 : 1)で5分間保持した後、さらに(9 : 1)で5分間保持する。

イオン化モード : ESI

主なイオン(m/z) : 正イオンモード 250

注入量 : 4  $\mu\text{L}$

保持時間の目安 : 約11分

8. 定量限界

0.005 mg/kg (茶 : 0.05 mg/kg)

9. 留意事項

1) 試験法の概要

クロチアニジンを試料からアセトンで抽出し、*n*-ヘキサンで洗浄後、酢酸エチルに転溶する。果実、野菜、茶はそのまま、穀類、豆類、種実類はアセトニトリル/*n*-ヘキサン分配で脱脂した後、シリカゲルカラム、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及び中性アルミナミニカラムにより精製し、HPLC(UV)で定量、LC/MSで確認する方法である。

## 2) 注意点

- ① 豆類等は *n*-ヘキサンでの洗浄時、酢酸エチルへの転溶時及びアセトニトリル/*n*-ヘキサン分配時にエマルジョンを形成しやすく、回収率の低下を招くので激しい振とうは避ける。
- ② シリカゲルカラムクロマトグラフィーを行う際、試料によってはミニカラム注入前の残留物がアセトン・*n*-ヘキサン混液(3:7)に溶解しないことがあるので、アセトンに完全に溶解した後に、*n*-ヘキサンを加える必要がある。
- ③ シリカゲルカラムクロマトグラフィーは、夾雑物の少ない試料では省略可能である。
- ④ LC/MS分析では、クロチアニジン溶出後に移動相のアセトニトリルの比率を上げてカラム内に残存する夾雑物を溶出させることで、イオン化阻害を回避できる。

## 10. 参考文献

平成14年環境省告示第35号「クロチアニジン試験法」

## 11. 類型

C

## クロチアニジン試験法(畜産物)

### 1. 分析対象化合物

クロチアニジン

### 2. 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ(HPLC(UV))  
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。

クロチアニジン標準品 本品はクロチアニジン99%以上を含み、融点は176.8℃である。

ベンゼンスルホンプロピルシリル化シリカゲルミニカラム(1,000 mg) 内径8~9 mmのポリエチレン製のカラム管に、ベンゼンスルホン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。

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

##### ① 筋肉、脂肪、肝臓、腎臓、その他の食用部分及び卵の場合

筋肉、脂肪、肝臓、腎臓及びその他の食用部分の場合は、細切均一化した後、その5.0 gを量り採る。卵の場合は、殻を除き、十分均一化した後、その5.0 gを量り採る。

これにアセトニトリル50 mL、アセトニトリル飽和*n*-ヘキサン50 mL及び無水硫酸ナトリウム10 gを加え、3分間ホモジナイズしたのち、毎分3,000回転で5分間遠心分離を行う。アセトニトリル層を採り、ヘキサン層及び残留物にアセトニトリル50 mLを加え上記と同様に抽出をする。得られたアセトニトリル層を先のアセトニトリル層に合わせ、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5 mLを加えて溶かす。

##### ② 乳の場合

試料10.0 gを量り採り、ケイソウ土を約5 g加えて十分に混合した後、アセトン100 mLを加え、30分間振とうした後、吸引ろ過する。得られたろ液を40℃以下で約30 mLに濃縮する。これに10%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、*n*-ヘキサン100 mLで洗浄した後、酢酸エチル100 mLずつで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。この残留物にアセトン3 mLを加え、残留物を完全に溶かした後、*n*-ヘキサン7 mLを加えて混合する。

#### 2) 精製

##### ① 筋肉、脂肪、肝臓、腎臓、その他の食用部分及び卵の場合

###### a ベンゼンスルホンプロピルシリル化シリカゲルクロマトグラフィー

ベンゼンスルホンプロピルシリル化シリカゲルミニカラム(1,000 mg)にメタノール及び酢酸エチル各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、さらにアセトン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℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に酢酸エチル5 mLを加えて溶かす。

###### b 中性アルミナカラムクロマトグラフィー

中性アルミナミニカラム(1,710 mg)に酢酸エチル5 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムにaで得られた溶液を注入した後、酢酸エチル10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いでアセトン20 mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物を水・メタノール混液(7:3)に溶解し、正確に1 mLとしたものを試験溶液とする。

##### ② 乳の場合

クロマトグラフ管(内径15 mm)に、カラムクロマトグラフィー用シリカゲル(粒径63~200

$\mu\text{m}$ ) 10 g を *n*-ヘキサンに懸濁させて充てんし、無水硫酸ナトリウム 5 g を積層する。このカラムに、1) ②で得られた溶液を注入した後、アセトン・*n*-ヘキサン混液(3 : 7) 50 mL を注入し、流出液は捨てる。次いでアセトン・*n*-ヘキサン混液(1 : 1) 100 mL を注入し、溶出液を 40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に酢酸エチル 5 mL を加えて溶かす。

以下(1) 筋肉、脂肪、肝臓、腎臓、その他の食用部分及び卵の場合の精製を準用する。(但し、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

クロチアニジン標準品の0.025~0.5 mg/L水・メタノール混液(7 : 3)溶液を数点調製し、それぞれ20  $\mu\text{L}$ を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20  $\mu\text{L}$ をHPLCに注入し、5の検量線でクロチアニジンの含量を求める。

#### 7. 測定条件

##### 1) HPLC

検出器 : UV(波長265 nm)

カラム : オクタデシルシリル化シリカゲル(粒径5  $\mu\text{m}$ )、内径4.6 mm、長さ250 mm

カラム温度 : 40°C

移動相 : 水・メタノール混液(7 : 3)

保持時間の目安 : 約15分

##### 2) LC/MS

カラム : オクタデシルシリル化シリカゲル(粒径5  $\mu\text{m}$ )、内径2.1 mm、長さ150 mm

カラム温度 : 40°C

移動相 : アセトニトリル・0.01%ギ酸溶液混液(1 : 9)から(1 : 1)までの濃度勾配を5分間で行い、(1 : 1)で7分間保持した後、さらに(9 : 1)で5分間保持する。

イオン化モード : ESI

主なイオン(m/z) : 正イオンモード 250

注入量 : 4  $\mu\text{L}$

保持時間の目安 : 約11分

#### 8. 定量限界

0.005 mg/kg

#### 9. 留意事項

##### 1) 試験法の概要

乳以外の試料では、クロチアニジンを試料からアセトニトリルで抽出し、*n*-ヘキサンで洗浄後、ベンゼンスルホンプロピルシリル化シリカゲルミニカラム及び中性アルミナミニカラムにより精製した後、HPLC(UV)で定量し、LC/MSで確認する。

乳の場合は、試料をアセトンで抽出し、*n*-ヘキサンで洗浄後、酢酸エチルに転溶する。シリカゲルカラム、ベンゼンスルホンプロピルシリル化シリカゲルミニカラム及び中性アルミナミニカラムにより精製し、HPLC(UV)で定量、LC/MSで確認する。

##### 2) 注意点

- ① 夾雑物の多い試料に適用する場合、乳と同様の条件でシリカゲルカラムによる追加精製が可能である。
- ② ベンゼンスルホンプロピルシリル化シリカゲルミニカラムクロマトグラフィーを行う際、試料によってはミニカラム注入前の残留物が酢酸エチルに溶解しないことがあるので、アセトンおよびメタノールで容器を洗い込む必要がある。
- ③ LC/MS分析では、クロチアニジン溶出後に移動相のアセトニトリルの比率を上げてカラム内に残存する夾雑物を溶出させることで、イオン化阻害を回避できる。

10. 参考文献

平成14年環境省告示第35号「クロチアニジン試験法」

11. 類型

C