

生食発0217第1号  
令和3年2月17日

各〔都道府県知事  
保健所設置市長  
特別区長〕殿

厚生労働省大臣官房  
生活衛生・食品安全審議官  
(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について」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）を下記のとおり改正することとしました。

関係者への周知をお願いするとともに、その運用に遺漏なきようお取り計らい願います。

#### 記

目次を別紙1のとおり改め、「フルベンダゾール試験法（畜水産物）」を廃止し、以下に掲げる4つの試験法を「第3章 個別試験法」に別紙2のとおり追加すること。

- ・アシュラム試験法（畜産物）
- ・エトフメセート試験法（農産物）
- ・クレソキシムメチル試験法（畜水産物）
- ・フルベンダゾール試験法（畜産物）

## 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Ⅰ（畜水産物）
- ・ LC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅱ（畜水産物）
- ・ LC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅲ（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、 $\gamma$ -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）
- ・ 2,4-D、2,4-DB及びクロプロップ試験法（畜水産物）
- ・ 2,2-DPA試験法（農産物）
- ・ DCIP試験法（農産物）
- ・ DBEDC試験法（農産物）
- ・ EPN、アニコホス、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、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）
- ・ EPTC試験法（畜水産物）
- ・ MCPA及びジカンバ試験法（農産物）

- ・ S e c ー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）
- ・アザペロン試験法（畜水産物）
- ・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）
- ・アシュラム試験法（畜産物）
- ・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）
- ・アゾシクロチン及びシヘキサチン試験法（農産物）
- ・アゾシクロチン及びシヘキサチン試験法（畜水産物）
- ・アニラジン試験法（農産物）
- ・アピラマイシン試験法（畜産物）
- ・アミスルブロム試験法（農産物）
- ・アミトラズ試験法（農産物）
- ・アミトラズ試験法（畜産物）
- ・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）
- ・アルベンダゾール試験法（畜産物）
- ・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）
- ・アルベンダゾール及びチア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）

- ・イソチアニル及びプロスルホカルブ試験法（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）
- ・イプフェンカルバゾン試験法（農産物）
- ・イプフェンカルバゾン試験法（畜水産物）
- ・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）
- ・イマザピック、イマザピル、イマザモックスアンモニウム塩及びイマゼタピルアンモニウム塩試験法（農産物）
- ・イマザリル試験法（農産物）
- ・イマズスルフロロン及びベンスルフロロンメチル試験法（農産物）
- ・イミシアホス試験法（農産物）
- ・イミダクロプリド試験法（畜水産物）
- ・イミドカルブ試験法（畜水産物）
- ・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（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（畜水産物）
- ・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）
- ・**エトフメセート試験法（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）
- ・塩酸ホルメタネート試験法（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）
- ・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、フルメキン及びマルボフロキサシン試験法（はちみつ）

- ・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）
- ・カスガマイシン試験法（農産物）
- ・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（農産物及び畜水産物）
- ・カルボキシシン試験法（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）
- ・キャプタン及びクロロタロニル試験法（畜水産物）
- ・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、プ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）
- ・グリホサート試験法（畜水産物）
- ・グルホシネート試験法（農産物）
- ・クレソキシムメチル試験法（畜水産物）
- ・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（畜水産物）

- ・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）
- ・酢酸イソ吉草酸タイロシン試験法（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（魚介類）
- ・ジクロベニル及びフルオピコリド試験法（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）
- ・ジチオカルバメート試験法（農産物及び畜水産物）
- ・ジチオピル及びチアゾピル試験法（農産物）
- ・ジニコナゾール試験法（農産物）
- ・ジニコナゾール試験法（畜水産物）
- ・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）
- ・ジフェニルアミン試験法（農産物）
- ・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）
- ・シラフルオフエン試験法（畜水産物）
- ・ジルパテロール試験法（畜産物）
- ・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）
- ・スピネトラム試験法（農産物）
- ・スピネトラム試験法（畜水産物）
- ・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）
- ・スピロテトラマト試験法（農産物）
- ・スピロテトラマト試験法（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シ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、セファレキシシ、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）
- ・テフリルトリオン及びメソトリオン試験法（農産物）
- ・テレフタル酸銅試験法（農産物）
- ・ドキシサイクリン試験法（畜水産物）
- ・ドジン試験法（農産物）
- ・トリクラベンダゾール試験法（畜水産物）
- ・トリクラベンダゾール試験法（畜産物）
- ・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）
- ・トリフロキシストロビン試験法（畜水産物）
- ・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）
- ・1-ナフタレン酢酸試験法（農産物）
- ・鉛試験法（農産物）
- ・ナラシン試験法（畜産物）
- ・ニコチン試験法（農産物）
- ・ニテンピラム試験法（農産物）
- ・ノシヘプタイト試験法（畜水産物）
- ・ノバルロン試験法（農産物）
- ・ノルフルラゾン試験法（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）
- ・ハロスルフロンメチル試験法（畜水産物）
- ・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）
- ・ピラスルホトール試験法（農産物）
- ・ピラスルホトール試験法（畜水産物）
- ・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）
- ・ピンドン試験法（農産物）
- ・ピンドン試験法（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）
- ・フィプロニル試験法（畜産物）
- ・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）
- ・フェンチオン試験法（農産物）
- ・フェンチオン試験法（畜水産物）
- ・フェントラザミド試験法（農産物）
- ・フェントラザミド試験法（畜水産物）
- ・フェンピラザミン試験法（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）
- ・フルアジホップブチル試験法（農産物）

- ・フルオピコリド試験法（農産物）
- ・フルオピコリド試験法（畜水産物）
- ・フルオルイミド試験法（農産物）
- ・フルカルバズ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）
- ・フルセトスルフロロン試験法（農産物）
- ・フルチアニル試験法（農産物）
- ・フルトラニル試験法（畜水産物）
- ・フルフェナセット試験法（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）~~
- ・フルベンダゾール試験法（畜産物）**
- ・フルミオキサジン試験法（農産物）
- ・フルメツラム試験法（畜水産物）
- ・フルメトリン試験法（畜産物）
- ・プレドニゾロン試験法（畜産物）
- ・プロクロラズ試験法（農産物）
- ・プロシミドン試験法（農産物）
- ・プロチオコナゾール試験法（畜産物）
- ・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）
- ・プロパモカルブ試験法（畜水産物）
- ・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）
- ・プロポキシカルバゾン試験法（農産物）
- ・プロポキシカルバゾン試験法（畜産物）
- ・フロルフェニコール試験法（畜水産物）
- ・ヘキサジノン試験法（畜産物）
- ・ヘキシチアゾクス試験法（農産物）
- ・ヘキシチアゾクス試験法（畜産物）
- ・ベダプロフェン試験法（畜水産物）
- ・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）
- ・ホスホマイシン試験法（畜水産物）
- ・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）
- ・メタゾスルフロン試験法（農産物）
- ・メタフルミゾン試験法（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）
- ・1-メチルシクロプロペン試験法（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）
- ・メベンダゾール試験法（畜水産物）
- ・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
- ・ アルドリン、エンドリン及びディルドリン試験法
- ・  $\alpha$ -トレンボロン及び $\beta$ -トレンボロン試験法
- ・ イプロニダゾール、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
- ・ オラキンドックス及びカルバドックス試験法
- ・ カプタホール試験法
- ・ 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
- ・ クロルスロン試験法
- ・ クロルプロマジン試験法
- ・ 酢酸メレンゲステロール試験法
- ・ ジエチルスチルベストロール試験法
- ・ ダミノジッド試験法
- ・ デキサメタゾン及びベタメタゾン試験法
- ・ 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
- ・ パラチオン試験法
- ・ ブロチゾラム試験法
- ・ プロファム試験法
- ・ マラカイトグリーン試験法

## アシュラム試験法（畜産物）

## 1. 分析対象化合物

アシュラム

## 2. 適用食品

畜産物

## 3. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）

## 4. 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。

アシュラム標準品 本品はアシュラム95%以上を含む。

## 5. 試験溶液の調製

## 1) 抽出

試料10.0 gに水10 mLを加え、ホモジナイズした後、アセトン50 mLを加え、さらにホモジナイズする。毎分3,000回転で5分間遠心分離し、上澄液を採る。残留物にアセトン25 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様に遠心分離し、上澄液を採る。得られた上澄液を合わせ、アセトンを加えて正確に100 mLとする。この溶液から正確に5 mLを分取し、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5 mLを加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル5 mLずつで2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、40℃以下で約1 mLまで濃縮する。

## 2) 精製

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（500 mg）に0.1 mol/L塩酸10 mL及び0.1 vol%ギ酸・アセトニトリル溶液20 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（1,000 mg）に0.1 mol/L塩酸10 mL及び0.1 vol%ギ酸・アセトニトリル溶液20 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。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の下部にオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムを接続する。このカラムに1) で得られた溶液を注入した後、容器を0.1 vol%ギ酸・アセトニトリル溶液及び水（1：4）混液2 mLで洗い、洗液をカラムに注入する。さらに0.1 vol%ギ酸・アセトニトリル溶液7 mLを注入して、負荷液及び洗液を含む全溶出液を採り、0.1 vol%ギ酸・アセトニトリル溶液を加えて正確に10 mLとしたものを試験溶液とする。

## 6. 検量線の作成

アシュラム標準品の0.1 vol%ギ酸・アセトニトリル溶液の標準溶液を数点調製し、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0.0005 mg/Lである。

## 7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6. の検量線でアシュラムの含量を求める。

## 8. 確認試験

LC-MS/MSにより確認する。

## 9. 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100 mm、粒子径5  $\mu\text{m}$

カラム温度：40°C

移動相：0.1 vol%ギ酸及び0.1 vol%ギ酸・アセトニトリル溶液（49：1）から（7：3）までの濃度勾配を4分間で行い、さらに（1：49）までの濃度勾配を4分間で行い、（1：49）で3分間保持する。

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン ( $m/z$ )：プリカーサーイオン 231、プロダクトイオン 156、92

注入量：5  $\mu\text{L}$

保持時間の目安：5分

## 10. 定量限界

0.01 mg/kg

## 11. 留意事項

### 1) 試験法の概要

アシュラムを試料からアセトンで抽出し、アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂する。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の下部にオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムを連結した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 アシュラムの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 231、プロダクトイオン 156  
定性イオン ( $m/z$ )：プリカーサーイオン 231、プロダクトイオン 92
- ② 濃縮後の残留物を溶解する際には、超音波処理を行い溶解するとよい。
- ③ アシュラムは食品成分とともに器壁に吸着しやすいため、アセトニトリル/ヘキサン分配後の抽出液の濃縮時は乾固しないほうがよい。
- ④ アセトニトリル/ヘキサン分配後の抽出液を濃縮後の残留物は、カラム精製における溶出溶媒である0.1 vol%ギ酸・アセトニトリル溶液には溶解が不十分なため、0.1 vol%ギ酸・アセトニトリル溶液及び水（1：4）混液で容器を洗い残留物を十分に溶かして、洗液をカラムに注入する操作を行う必要がある。
- ⑤ 試験法開発時に検討した食品：牛の筋肉、牛の脂肪、牛の肝臓、牛乳

## 12. 参考文献

なし

## 13. 類型

C

## エトフメセート試験法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

エトフメセート

代謝物M2【2,3-ジヒドロ-3,3-ジメチル-2-オキソ-ベンゾフラン-5-イル メタンシルホナート】

熱酸処理で代謝物M2に変換される代謝物（代謝物M3【2-(2-ヒドロキシ-5-メタンシルホニルオキシフェニル)-2-メチルプロピオン酸】及び代謝物M3抱合体を含む。）

### 2. 適用食品

野菜

### 3. 装置

ガスクロマトグラフ・タンデム型質量分析計（GC-MS/MS）

### 4. 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。

エトフメセート標準品 本品はエトフメセート98%以上を含む。

代謝物M2標準品 本品は代謝物M2 98%以上を含む。

代謝物M3ナトリウム塩標準品 本品は代謝物M3ナトリウム塩95%以上を含む。

### 5. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

試料20.0 gにアセトン及び水（4：1）混液100 mLを加え、ホモジナイズした後、毎分3,000回転で5分間遠心分離し、上澄液を採る。残留物にアセトン及び水（4：1）混液50 mLを加えてホモジナイズした後、上記と同様に遠心分離する。得られた上澄液を合わせ、アセトンを加えて正確に200 mLとする。遠心分離後の残留物は4) ①加水分解で使用する。

#### 2) 水酸化ナトリウム溶液/*n*-ヘキサン分配

1) で得られた抽出液から正確に2 mLを分取し、40°C以下で0.5 mL以下まで濃縮する。これに0.1 mol/L水酸化ナトリウム溶液5 mL及び*n*-ヘキサン5 mLを加えて振とうする。*n*-ヘキサン層を採り、水層に*n*-ヘキサン5 mLを加えて振とうする。得られた*n*-ヘキサン層を合わせ、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：9）混液1 mLを加えて溶かす。分配後の水層は4) ①加水分解で使用する。

#### 3) エトフメセート試験溶液

シリカゲルミニカラム（1,000 mg）に酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：9）混液10 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、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：9）混液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（3：17）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。この残留物をアセトン及び*n*-ヘキサン（1：1）混液に溶かし、正確に4 mLとしたものを試験溶液とする。

#### 4) 代謝物M2及び熱酸処理で代謝物M2に変換される代謝物（代謝物M3及び代謝物M3抱合体を含む。）試験溶液

##### ① 加水分解

1) で得られた残留物を正確に量り、直ちにその1/100に相当する量を量り採る。これに2) で得られた水層を合わせた後、塩酸5 mLを加え、密栓して80°Cで2.5時間加熱する。放冷後、水10 mLを加え、ジエチルエーテル20 mLで3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。

##### ② 代謝物M2への変換

①で得られた残留物に無水酢酸0.5 mLを加え、80°Cで15分間加熱する。放冷後、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：9）混液5 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 (1,000 mg) に酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 9) 混液10 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、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 9) 混液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ン及び*n*-ヘキサン (1 : 1) 混液に溶かし、正確に4 mLとしたものを試験溶液とする。

## 6. 検量線の作成

エトフメセート標準品及び代謝物M2標準品を用いてそれぞれ標準原液を調製する。各標準原液を適宜混合してアセトン及び*n*-ヘキサン (1 : 1) 混液で希釈した溶液を数点調製し、それぞれGC-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 (代謝物M2及び代謝物M3はエトフメセート換算) に相当する試験溶液中濃度は0.0005 mg/L (代謝物M2及び代謝物M3はエトフメセート換算) である。

## 7. 定量

試験溶液をGC-MS/MSに注入し、6. の検量線でエトフメセート及び代謝物M2\*の各含量を求める。代謝物M2\*を含むエトフメセートの含量を求める場合には、次式により求める。

エトフメセート (代謝物M2\*を含む。) の含量 (ppm) = A + B × 1.117

A : エトフメセートの含量 (ppm)

B : 代謝物M2\*の含量 (ppm)

\* 熱酸処理で代謝物M2に変換される代謝物 (代謝物M3及び代謝物M3抱合体を含む。) を含む。

## 8. 確認試験

GC-MS/MSにより確認する。

## 9. 測定条件

(例)

カラム : 5%フェニル-メチルシリコン 内径0.25 mm、長さ30 m、膜厚0.25 μm

カラム温度 : 50℃ (1分) - 25℃/分 - 220℃ - 5℃/分 - 240℃ - 30℃/分 - 310℃ (5分)

注入口温度 : 260℃

キャリアーガス : ヘリウム

イオン化モード (イオン化エネルギー) : EI (70 eV)

主なイオン (*m/z*) :

エトフメセート : プリカーサーイオン 286、プロダクトイオン 207、161

代謝物M2 : プリカーサーイオン 256、プロダクトイオン 177、149

注入量 : 2 μL

保持時間の目安 : エトフメセート : 10分

代謝物M2 : 10分

## 10. 定量限界

エトフメセート : 0.01 mg/kg

代謝物M2 : 0.01 mg/kg (エトフメセート換算)

代謝物M3 : 0.01 mg/kg (エトフメセート換算)

## 11. 留意事項

### 1) 試験法の概要

エトフメセート及びその代謝物 [代謝物M2及び熱酸処理で代謝物M2に変換される代謝物 (代謝物M3及び代謝物M3抱合体を含む。)] を試料からアセトン及び水 (4 : 1) 混液で抽出し、水酸化ナトリウム溶液/*n*-ヘキサン分配により、エトフメセートを*n*-ヘキサン層に、代謝物を水層に分配する。エトフメセートについては、*n*-ヘキサン層をシリカゲルミニカラムで精製した後、GC-MS/MSで定量及び確認する。代謝物については、分配後の水層及び抽出時の残留物に塩酸



を加えて加熱し、代謝物M3抱合体を代謝物M3に加水分解（この段階で代謝物M3の一部が代謝物M2に変換される）した後、ジエチルエーテルに転溶する。次いで無水酢酸で代謝物M3を代謝物M2に変換し、シリカゲルミニカラムで精製した後、代謝物M2をGC-MS/MSで定量及び確認する方法である。なお、エトフメセート及び代謝物M2〔熱酸処理で代謝物M2に変換される代謝物（代謝物M3及び代謝物M3抱合体を含む。）を含む。〕のそれぞれについて定量を行い、代謝物を含むエトフメセートの含量を求める場合には、代謝物M2の含量に換算係数を乗じてエトフメセートの含量に変換し、これらの和を分析値とする。

## 2) 注意点

- ① 抽出の際、遠心分離した後に浮遊物が認められる場合は、上澄液をろ紙を用いてろ過するとよい。
- ② 抽出後の残留物を量り採る際、残留物に含まれる溶媒の影響で重量が変動する場合は、窒素気流により溶媒を除去するとよい。
- ③ 加水分解操作により、代謝物M2と代謝物M3の平衡混合物となる。そのため、無水酢酸により、未変換の代謝物M3を代謝物M2に変換する。
- ④ 代謝物M3ナトリウム塩標準品を用いて添加回収試験を実施し、代謝物M2への変換が十分に行われていることを確認すること。なお、代謝物M3ナトリウム塩からエトフメセートへの換算係数は0.9665である。
- ⑤ 加水分解後のジエチルエーテルでの転溶の際にエマルジョンが生成した場合は、エマルジョンを残してジエチルエーテル層を採り、残ったエマルジョン及び水層について2回目以降の操作を行うとよい。
- ⑥ 測定の際に、マトリックスの影響やテーリングが認められた場合は、試験溶液及び検量線作成用の標準溶液にポリエチレングリコール300を加えるとよい。以下に方法を示す。  
試験溶液：5. 3) 又は5. 4) の③で得られた試験溶液から正確に1 mLを分取し、0.1 w/v%ポリエチレングリコール300含有アセトン及び*n*-ヘキサン(1:1)混液を正確に100 µL加える。  
検量線作成用の標準溶液：6. で得られた検量線作成用の標準溶液から正確に1 mLを分取し、0.1 w/v%ポリエチレングリコール300含有アセトン及び*n*-ヘキサン(1:1)混液を正確に100 µL加える。
- ⑦ エトフメセート及び代謝物M2のGC-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。
  - ・エトフメセート
    - 定量イオン (*m/z*) : プリカーサーイオン 286、プロダクトイオン 207
    - 定性イオン (*m/z*) : プリカーサーイオン 286、プロダクトイオン 161
  - ・代謝物M2
    - 定量イオン (*m/z*) : プリカーサーイオン 256、プロダクトイオン 149
    - 定性イオン (*m/z*) : プリカーサーイオン 256、プロダクトイオン 177
- ⑧ 試験法開発時に検討した食品：たまねぎ、てんさい、にんにく

## 12. 参考文献

Ethofumesate: Magnitude of the residue on onion (dry bulb), Appendix 4 Analytical summary report, Bayer Cropscience, 2004.

## 13. 類型

C

## クレソキシムメチル試験法（畜水産物）

### 1. 分析対象化合物

クレソキシムメチル

2- [2- (4-ヒドロキシ-2-メチルフェノキシメチル) フェニル] -2-メトキシイミノ酢酸（以下「代謝物M9」という。）

### 2. 適用食品

畜水産物

### 3. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）

### 4. 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。

クレソキシムメチル標準品 本品はクレソキシムメチル97%以上を含む。

代謝物M9標準品 本品は代謝物M9 98%以上を含む。

### 5. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

試料10.0 gに0.5 vol%ギ酸・アセトン溶液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0.5 vol%ギ酸・アセトン溶液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、0.5 vol%ギ酸・アセトン溶液を加えて正確に200 mLとする。この溶液から正確に2 mLを分取する。

#### 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

グラファイトカーボンミニカラム（250 mg）に0.5 vol%ギ酸・アセトン溶液5 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、0.5 vol%ギ酸・アセトン溶液10 mLを注入し全溶出液を採り、0.1 vol%ギ酸10 mLを加え、40℃以下で10 mL以下まで濃縮する。

##### 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、メタノール及び0.1 vol%ギ酸各5 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに①で得られた溶液を注入した後、0.1 vol%ギ酸及びメタノール（3：2）混液10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで0.1 vol%ギ酸・メタノール溶液10 mLを注入し、溶出液を採り、0.1 vol%ギ酸・メタノール溶液を加えて正確に10 mLとしたものを試験溶液とする。

### 6. 検量線の作成

クレソキシムメチル標準品及び代謝物M9標準品をそれぞれ溶かして標準原液を調製する。各標準原液を適宜混合して、0.1 vol%ギ酸・メタノール溶液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（代謝物M9はクレソキシムメチル換算）に相当する試験溶液中濃度は0.0001 mg/L（代謝物M9はクレソキシムメチル換算）である。

## 7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6.の検量線でクレソキシムメチル及び代謝物M9の各含量を求める。代謝物M9を含むクレソキシムメチルの含量を求める場合には、次式により求める。

クレソキシムメチル（代謝物M9を含む。）の含量（ppm）=A+B×0.9938

A：クレソキシムメチルの含量（ppm）

B：代謝物M9の含量（ppm）

## 8. 確認試験

LC-MS/MSにより確認する。

## 9. 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0.01 vol%ギ酸の混液（2：3）から（7：3）までの濃度勾配を10分間で行い、（7：3）で3分間保持する。

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（*m/z*）：

クレソキシムメチル：プリカーサーイオン 314、プロダクトイオン 131、116

代謝物M9：プリカーサーイオン 316、プロダクトイオン 269、116

注入量：5 μL

保持時間の目安：クレソキシムメチル：12分

代謝物M9：5分

## 10. 定量限界

各0.01 mg/kg（代謝物M9はクレソキシムメチル換算）

## 11. 留意事項

### 1) 試験法の概要

クレソキシムメチル及び代謝物M9を試料からギ酸酸性下アセトンで抽出し、グラファイトカーボンミニカラム及び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。なお、クレソキシムメチル及び代謝物M9それぞれについて定量を行い、代謝物M9を含むクレソキシムメチルの含量を求める場合には、代謝物M9の含量に換算係数を乗じてクレソキシムメチルの含量に変換し、これらの和を分析値とする。

### 2) 注意点

① クレソキシムメチル及び代謝物M9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。

・クレソキシムメチル

定量イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 314、プロダクトイオン 116

定性イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 314、プロダクトイオン 131

・代謝物M9

定量イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 316、プロダクトイオン 269

定性イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 316、プロダクトイオン 116

② 試験法開発に検討した食品：牛の筋肉、牛の脂肪、牛の肝臓、牛乳、うなぎ、しじみ

12. 参考文献

なし

13. 類型

C

## フルベンダゾール試験法（畜産物）

### 1. 分析対象化合物

フルベンダゾール

(2-アミノ-1*H*-ベンズイミダゾール-5-イル) - (4-フルオロフェニル) -メタノン (以下「代謝物R35475」という。)

### 2. 適用食品

畜産物

### 3. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計 (LC-MS/MS)

### 4. 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。

フルベンダゾール標準品 本品はフルベンダゾール98%以上を含む。

代謝物R35475標準品 本品は代謝物R35475 98%以上を含む。

### 5. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

試料10.0 gにアセトン50 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25 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、アセトンで正確に100 mLとする。

#### 2) 精製

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 (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) で得られた溶液から正確に2 mLを分取して注入した後、アセトン5 mL、水5 mL及びアセトニトリル5 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル及びアンモニア水 (97 : 3) 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。この残留物をメタノールに溶かし、正確に4 mLとしたものを試験溶液とする。

### 6. 検量線の作成

フルベンダゾール標準品及び代謝物R35475標準品の混合メタノー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0.005 mg/kgに相当する試験溶液中濃度は0.00025 mg/Lである。

### 7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6. の検量線でフルベンダゾール及び代謝物R35475の含量を求める。

### 8. 確認試験

LC-MS/MSにより確認する。

### 9. 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：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・メタノール溶液の混液  
(2：3) から (1：19) までの濃度勾配を20分間で行う。

イオン化モード：ESI (+)

主なイオン ( $m/z$ )：

フルベンダゾール：プリカーサーイオン 314、プロダクトイオン 123、95

代謝物R35475：プリカーサーイオン 256、プロダクトイオン 123、95

注入量：5  $\mu$ L

保持時間の目安：フルベンダゾール：15分

代謝物R35475：12分

## 10. 定量限界

フルベンダゾール：0.005 mg/kg

代謝物R35475：0.005 mg/kg

## 11. 留意事項

### 1) 試験法の概要

フルベンダゾール及び代謝物R35475を試料からアセトンで抽出した後、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 フルベンダゾール及び代謝物 R35475 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。

・フルベンダゾール

定量イオン ( $m/z$ )：プリカーサーイオン 314、プロダクトイオン 123

定性イオン ( $m/z$ )：プリカーサーイオン 314、プロダクトイオン 95

・代謝物R35475

定量イオン ( $m/z$ )：プリカーサーイオン 256、プロダクトイオン 123

定性イオン ( $m/z$ )：プリカーサーイオン 256、プロダクトイオン 95

② フルベンダゾール及び代謝物R35475の各標準品は溶媒に溶けにくいので、標準溶液調製の際には完全に溶けていることを確認する。

③ 試験法開発時に検討した食品：牛の筋肉、牛の脂肪、牛の肝臓、牛乳、鶏卵

## 12. 参考文献

なし

## 13. 類型

C