

食安発第0921004号  
平成19年9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

食品、添加物等の規格基準の一部を改正する件（平成19年厚生労働省告示第303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0921001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、「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章個別試験法の「クリスタルバイオレット及びメチレンブルー試験法（畜水産物）」を別紙2に示す「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）」に改める。なお、改正部分を下線で示す。
3. 第3章個別試験法について、「ブチレート試験法」の次に別紙3の「プラジクアンテル試験法（畜水産物）」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、 $\gamma$ -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、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
- ・ アジムスルフロンの、ハロスルフロンのメチル及びフラザスルフロンの試験法
- ・ 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
- ・ イオドスルフロメチル、エタメツルフロメチル、エトキシスルフロメチル、シノスルフロメチル、スルホスルフロメチル、トリアスルフロメチル、ニコスルフロメチル、ピラズスルフロメチル、プリミスルフロメチル、プロスルフロメチル及びリムスルフロメチル試験法
- ・ 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
- ・ イマズスルフロメチル及びベンスルフロメチル試験法
- ・ 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、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
- ・ 酸化フェンブタスズ試験法
- ・ 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
- ・ テクロフタラム試験法
- ・ 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
- ・ トリネキサバックエチル試験法
- ・ 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
- ・ 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
- ・ プラジクアンテル試験法（畜水産物）
- ・ 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
- ・  $\alpha$ -トレンボロン及び $\beta$ -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



## 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)

### 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
クリスタルバイオレット	クリスタルバイオレット
<u>ブリリアントグリーン</u>	<u>ブリリアントグリーン</u>
メチレンブルー	メチレンブルー

### 2. 装置

可視分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ (HPLC-VIS)  
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。

ギ酸アンモニウム ギ酸アンモニウム (特級)

クエン酸・リン酸緩衝液 (pH3.0)

第1液: クエン酸 57.6 g を量り、水を加えて溶かして 1,000 mL とする。

第2液: リン酸三ナトリウム 228 g を量り、水を加えて溶かして 1,000 mL とする。

第1液に第2液を加えて混和し、pHを 3.0 に調整する。

クリスタルバイオレット標準品 本品はクリスタルバイオレット ( $C_{25}H_{30}ClN_3$ : 407.98) 94%以上を含み、融点は 215°Cである。

ブリリアントグリーン標準品 本品はブリリアントグリーン ( $C_{27}H_{34}N_2O_4S$ : 482.64) 95%以上を含み、融点は 180°Cである。

メチレンブルー標準品 本品はメチレンブルー ( $C_{16}H_{18}N_3SCl$ : 319.85) 97%以上を含み、融点は 169~170°Cである。

### 4. 試験溶液の調製

試料 5.00 g を量り採り、クエン酸・リン酸緩衝液 (pH3.0) 10 mL を加えて5分間細砕する。これにアセトニトリル 40 mL を加え、振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、毎分 2,600 回転で5分間遠心分離し、アセトニトリル層を分液ロートに採る。残留物にアセトニトリル 20 mL を加え、上記と同様に操作し、得られたアセトニトリル層を先の分液ロートに合わせる。これに *n*-ヘキサン 80 mL を加えて激しく振り混ぜた後、静置し、アセトニトリル層を採る。これに 20%塩化ナトリウム溶液 50 mL 及びジクロロメタン 50 mL を加えて5分間振とうした後、静置し、アセトニトリル層を採る。

これに適量の無水硫酸ナトリウムを加え、時々振り混ぜながら 15 分間放置した後、

すり合わせ減圧濃縮器中にてろ過し、40℃以下でアセトニトリル-ジクロロメタン層を除去する。この残留物にアセトニトリル 2.0 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、アセトニトリル及び 0.01 mol/L ギ酸アンモニウム溶液（1 : 9）混液で希釈して 0.0125~0.5mg/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。

#### 7. 確認試験

LC/MS により確認する。

#### 8. 測定条件

##### HPLC

検出器：VIS（測定波長：クリスタルバイオレット 590 nm、ブリリアントグリーン 625 nm、メチレンブルー 665 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0.01 mol/Lギ酸アンモニウム溶液の混液（1 : 9）から  
（1 : 0）までの濃度勾配を20分間で行い、（1 : 0）で10分間保持する。

保持時間の目安：12分（メチレンブルー）

#### 9. 定量限界

クリスタルバイオレット 0.005 mg/kg

ブリリアントグリーン 0.005 mg/kg

メチレンブルー 0.005 mg/kg

#### 10. 留意事項

##### 1) 試験法の概要

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を試料からアセトニトリル及びクエン酸・リン酸緩衝液（pH3.0）で抽出し、ジクロロメタンに転溶した後、HPLC-VISで測定し、LC/MSで確認する方法である。

##### 2) 注意点

- ① ジクロロメタン転溶の際に溶媒が乳化する場合は、遠心分離等により層を完全に分離すること。
- ② HPLC-VIS 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。
- ③ 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

春日ら、食品衛生学雑誌、32, 137 (1991)

12. 類型

C

## プラジクアンテル試験法（畜水産物）

## 1. 分析対象化合物

プラジクアンテル

## 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）又は多波長検出器付き高速液体クロマトグラフ（HPLC-DAD）及び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。

プラジクアンテル標準品 本品はプラジクアンテル 98%以上を含み、融点は 136～140℃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 30 mL を加えて細砕した後、毎分 2,800 回転で5分間遠心分離し、アセトニトリル層を採る。残留物にアセトニトリル 30 mL を加えて、振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、毎分 2,800 回転で5分間遠心分離し、アセトニトリル層を先のアセトニトリル層に合わせる。これにアセトニトリル飽和 *n*-ヘキサン 30 mL を加えて、振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、アセトニトリル層をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、45℃以下でアセトニトリルを除去する。この残留物に水及びメタノール（3：2）混液 10 mL を加えて溶かす。

## 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 10 mL 及び水 15 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（3：2）混液 25 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムにメタノール 10 mL を注入し、溶出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、45℃以下でメタノールを除去する。この残留物に酢酸エチル及び *n*-ヘキサン（1：4）混液 2 mL を加えて溶かす。

## 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（690 mg）に、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン（1：4）混液 5 mL 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（1：4）混液 8 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに酢酸エチル及び *n*-ヘキサン（3：2）混液 10 mL を注入し、溶出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、45℃以下で酢酸エチル及び *n*-ヘキサンを除去する。この残留物にアセトニトリル及び水（1：2）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

プラジクアンテル標準品の 10 mg/100 mL アセトニトリル溶液を調製し、アセトニトリル及び水（1 : 2）混液で希釈して 0.05～2.0 mg/L の標準溶液を数点調製する。それぞれ HPLC-UV 又は HPLC-DAD 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-UV 又は HPLC-DAD に注入し、5 の検量線でプラジクアンテルの含量を求める。

## 7. 確認試験

LC/MS 又は LC/MS/MS により確認する。

## 8. 測定条件

### HPLC

検出器：UV 又は DAD（210 nm 付近の極大波長）

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  $\mu$ m

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル及び水（1 : 2）混液

保持時間の目安：18 分

## 9. 定量限界

0.01 mg/kg

## 10. 留意事項

### 1) 試験法の概要

プラジクアンテルを試料からアセトニトリルで抽出し、アセトニトリル飽和 n-ヘキサンで洗浄する。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム次いでシリカゲルミニカラムで精製した後、HPLC-UV 又は HPLC-DAD で測定し、LC/MS 又は LC/MS/MS で確認する方法である。

### 2) 注意点

① HPLC-UV、HPLC-DAD、LC/MS 及び LC/MS/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  $\mu$ L 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。  
③ HPLC-UV 又は HPLC-DAD による定量が困難な場合は、LC/MS 又は LC/MS/MS により  
定量すること。

11. 参考文献  
なし

12. 類型  
C