



食安発第0526001号
平成18年5月26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（一部改正）

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499号）が平成17年11月29日公布され、その内容については、同日付け食安発第1129001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）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、本通知による改正内容は、平成18年5月29日より適用されるものであることを申し添える。

記

1. 前文及び目次を別紙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）」及び「HPLCによる動物用医薬品等の一斉試験法Ⅱ（畜水産物）」の別表をそれぞれ別紙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」に別紙3の試験法を追加する。

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 8 年 5 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、7の(1)の表の第1欄及び9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 一斉試験法
- 第3章 個別試験法

※ 「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1月24日付け食安発第0124001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

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）
- ・ 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、エタルフルラリン、エトリジアズール、キントゼン、クロルデン、ジコホル、ディルドリン、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、ヘプタクロール、ベンフルラリン及び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
- ・ 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、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、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、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
- ・ 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ユロン試験法
- ・ 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
- ・ イマゾ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
- ・ 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
- ・ オキスポコナゾールフマル酸塩試験法
- ・ オキシリニック酸試験法
- ・ 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、フルジオキソニル、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
- ・ 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
- ・ 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
- ・ ジクロロボス及びトリクロロホン試験法
- ・ 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
- ・ 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
シン、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ン及びスルフイソゾール試験法
- ・ 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
- ・ 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

- ・ トリネキサパックエチル試験法
- ・ トリフルミゾール試験法
- ・ トリブromサラン及びピチオノール試験法
- ・ 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
- ・ 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
- ニトロフラン類試験法
- プロファム試験法

(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-ニトロチアゾール	2-アセチルアミノ-5-ニトロチアゾール		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		360	0.005
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
クレンプテロール	クレンプテロール		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
クロルヘキシジン	クロルヘキシジン		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
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	スルファジメトキシ	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	スルファドキシ		311	0.01
スルファニトラン	スルファニトラン		336	0.01
スルファビリジン	スルファビリジン		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	スルファモノメトキシ	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
トリペレナミン	トリペレナミン		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
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
フェノキシメチルベニシリン	フェノキシメチルベニシリン		383	0.02

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)
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
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-プロピルピロリジン-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン	5-プロピルピロリジン-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-プロピルピロリジン-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)。

(別表)HPLCによる動物用医薬品等の一斉試験法Ⅱ(畜水産物)

品目名	分析対象化合物名	測定波長 (nm)	C18画分	定量限界 (mg/kg)
エトバベート	エトバベート	280	A	0.01
オキシベンダゾール	オキシベンダゾール	300	B	0.01
オルメプリム	オルメプリム	280	A	<u>0.02</u>
クロサンテル	クロサンテル	230	B	0.05
クロピドール	クロピドール	280	A	0.01
酢酸メレンゲステロール	酢酸メレンゲステロール	300	B	0.001
ジクラズリル	ジクラズリル	300	B	0.01
スルファキノキサリン	スルファキノキサリン	270	A	<u>0.01</u>
スルファクロロピリダジン	スルファクロロピリダジン	270	A	<u>0.01</u>
スルファジアジン	スルファジアジン	270	A	<u>0.01</u>
スルファジミジン	スルファジミジン	270	A	<u>0.01</u>
スルファジメトキシ	スルファジメトキシ	270	A	<u>0.01</u>
スルファチアゾール	スルファチアゾール	270	A	<u>0.01</u>
スルファドキシ	スルファドキシ	270	A	<u>0.01</u>
スルファニトラン	スルファニトラン	270	A	<u>0.01</u>
スルファピリジン	スルファピリジン	270	A	<u>0.01</u>
スルファベンズアミド	スルファベンズアミド	270	A	<u>0.01</u>
スルファメキサゾール	スルファメキサゾール	270	A	<u>0.01</u>
スルファメキシピリダジン	スルファメキシピリダジン	270	A	<u>0.01</u>
スルファメラジン	スルファメラジン	270	A	<u>0.01</u>
スルファモノメトキシ	スルファモノメトキシ	270	A	<u>0.01</u>
ゼラノール	ゼラノール	*	B	0.0005
チアベンダゾール	チアベンダゾール	320	A	0.01
	5-ヒドロキシチアベンダゾール	320	A	0.01
チアンフェニコール	チアンフェニコール	230	A	0.01
トリメトプリム	トリメトプリム	280	A	<u>0.02</u>
酢酸トレンボロン	α -トレンボロン(肝臓)	350	B	<u>0.002</u>
	β -トレンボロン(筋肉)	350	B	<u>0.002</u>
ノボビオシン	ノボビオシン	300	B	0.01
ナイカルバジン	N,N'-ビス(4-ニトロフェニル)ウレア	300	B	0.02
フルベンダゾール	フルベンダゾール	300	B	0.002
5-プロピルスルホニル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン	5-プロピルスルホニル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン	280	A	0.01
レバミゾール	レバミゾール	230	A	0.002

◎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。

◎ゼラノールについては、電気化学検出器付き高速液体クロマトグラフ(Eg 850 mV、E1 500 mV、E2 750 mV)で測定する。

◎C18画分のうち、Aは40%メタノール水画分、Bは70%アセトニトリル画分を示す。

第 3 章 個別試験法

(追加：2，2-DPA試験法、Sec-ブチルアミン試験法、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、エテホン試験法、オキスポコナゾールフマル酸塩試験法、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、クロジナホッププロパルギル試験法、ジクロベニル試験法、ジチアノン試験法、ジチオピル及びチアゾピル試験法、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、チアジニル試験法、トリクロロ酢酸ナトリウム塩試験法、トリブロムサラン及びビチオノール試験法、ニコチン試験法、ピリチオバックナトリウム塩試験法、フルカルバゾンナトリウム塩試験法、リン化水素試験法)

2,2-DPA試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

2,2-DPA（別名：ダラポン、2,2-ジクロロプロピオン酸）
ダラポンナトリウム塩

2. 装置

電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフ（GC-ECD）
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2に示すものを用いる。

2,2-DPA標準品 本品は2,2-DPA 99%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出、精製

試料10.0 gを量り採り、塩化ナトリウム飽和2%ホウ酸ナトリウム溶液70 mLを加えて30分間振とうした後、ガラス繊維ろ紙を用いて吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に同溶液30 mLを加え、上記と同様に操作した後、ろ液を合わせる。これにエーテル100 mLを加えて5分間激しく振とうした後、静置し、エーテル層は捨てる。水層に6 mol/L塩酸を加えてpH1.0に調整した後、エーテル50 mLずつで2回振とう抽出する。得られた抽出液を合わせ、1%炭酸水素ナトリウム溶液30 mLずつで2回振とう抽出する。抽出液を合わせ、かくはんしながら、6 mol/L塩酸を加えてpH1.0に調整した後、エーテル40 mLずつで2回抽出する。抽出液を合わせ、液相分離ろ紙を用いてろ過し、30℃以下で約2 mLまで減圧濃縮した後、窒素ガス気流中で溶媒を除去する。

2) エステル化

残留物にブタノール1 mL及び硫酸3滴を加え、還流冷却管を取り付けて、沸騰水浴上で30分間加熱還流する。冷却後、冷却管の内壁を少量の水で洗い、冷却管をはずし、反応液を*n*-ヘキサン10 mLずつで2回抽出する。抽出液を液相分離ろ紙を用いてろ過し、*n*-ヘキサンを加えて正確に25 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

2,2-DPA標準品の20 mg/Lアセトン溶液を調製し、この1 mLを採り、室温下、窒素ガス気流中で溶媒を除去した後、4の2) エステル化と同様の操作を行う。この溶液を*n*-ヘキサンで希釈し、2,2-DPAの0.02～1 mg/L溶液を数点調製し、それぞれ2 μL

をGCに注入し、ピーク高法又はピーク面積法により検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液 2 μ L を GC に注入し、5 の検量線で 2,2-DPA の含量を求める。

7. 確認試験

GC/MSにより確認する。

8. 測定条件

GC

検出器：ECD

カラム：50%フェニルメチルシリコン、内径0.25 mm、長さ25m、膜厚0.1 μ m

カラム温度：40°C

注入口温度：250°C

検出器温度：250~300°C

キャリアーガス：ヘリウム

保持時間の目安：5分

9. 定量限界

0.05 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

2,2-DPAを試料から塩化ナトリウム飽和2%ホウ酸ナトリウム溶液で抽出し、抽出液をエーテルで洗浄した後、酸性（pH 1）に調整し、エーテルで抽出する。エーテル抽出液から2,2-DPAを1%炭酸水素ナトリウム溶液で抽出する。抽出液を酸性（pH 1）に調整した後、エーテルで再抽出する。溶媒を除去した後、ブタノール及び硫酸を加え、30分間加熱還流する。反応液から2,2-DPAのエステル化体を*n*-ヘキサンで抽出し、GC-ECDで測定し、GC/MSで確認する方法である。

2) 注意点

- ① 2,2-DPAは濃縮操作で損失するため、浴温を低く設定し、溶媒除去は窒素ガス気流中で行う。キーパーを使用してもよい。
- ② 2,2-DPAのエステル化生成物は揮発性が高く、濃縮による損失が大きいため、濃縮を行わずそのまま定容して試験溶液とする。
- ③ LC/MSの適用も考えられる。この場合はエステル化操作を省き、1) 抽出の最終

残留物を0.1%酢酸8 mLに溶解する。

LC/MS操作条件

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル(粒径5 μm) 内径2.0 mm、長さ150 mm

移動相：1%ギ酸及びメタノール(4:1)混液

流量：0.2 mL/分

カラム温度：40°C

イオン化モード：ESI(+)

主なイオン (m/z)：141

保持時間の目安：7分

11. 参考文献

- 1) Cotterill, E.G., Determination of residues of dalapon in soil by gas chromatography of the 1-butyl ester, J.Chromatogr., 106, 409~411, 1975
- 2) Zweig, G. & Sherma, J. ed., Analytical Method for Pesticides, Plant Growth Regulators, and Food Additives. vol.VI p.621-624, Academic Press (1972)

12. 類型

C

Sec-ブチルアミン試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

Sec-ブチルアミン（別名：2-アミノブタン）

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）

水蒸気蒸留装置

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。

フルオレスカミン HPLC用ラベル試薬フルオレスカミン

0.4 mol/Lホウ酸緩衝液（pH10.25）

Sec-ブチルアミン標準品 本品は Sec-ブチルアミン99%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料25.0 gを蒸留フラスコに量り採り、1 mol/L塩化カルシウム溶液75 mL、水50 mL、消泡剤5～10滴、及び酸化マグネシウム10 gを水50 mLに懸濁させたものを加え、次いで、水50 mLで蒸留フラスコの内壁を洗い込み、水蒸気蒸留装置に取りつける。あらかじめ0.15 mol/L硫酸10 mLを入れた受器に、留出液80 mLが溜まるまで水蒸気蒸留を行う。この留出液に0.3 mol/L水酸化ナトリウム溶液を加えてpH 7に調整し、水を加えて100 mLとする。

2) 蛍光誘導体化

上記の溶液0.50 mL（試料0.125 g相当）を採り、0.4 mol/Lホウ酸緩衝液（pH10.25）0.20 mL及び0.1%フルオレスカミン含有アセトニトリル0.25 mLを加えて混合し、2～3分間放置したものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

Sec-ブチルアミン標準品の0.025～5 mg/L水溶液を数点調製し、それぞれ0.50 mLを採り、4の2)と同様に蛍光誘導体化の操作を行う。その20 μ LをHPLCに注入し、ピーク高法又はピーク面積法により検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液20 μ LをHPLCに注入し、5の検量線でSec-ブチルアミンの含量を求める。

7. 確認試験

LC/MSにより確認する。

8. 測定条件

HPLC

検出器：FL（励起波長382 nm、蛍光波長487.5 nm）

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径5 μm）、内径6 mm、長さ250 mm

移動相：0.08 mol/L トリス緩衝液（pH8.0）及びメタノール（48：52）混液

9. 定量限界

0.1 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

Sec-ブチルアミンを試料から水蒸気蒸留法で抽出し、フルオレスカミンで蛍光誘導体化した後、HPLC-FLで測定し、LC/MSで確認する方法である。

2) 注意点

① 別法として、ジニトロフェニル誘導体化し、GC-ECDで定量し、GC/MSで確認する方法がある。詳細は類型に示した文献2)を参照のこと。

11. 参考文献

- 1) Hunter, K. & Lindsay, D., High-pressure liquid chromatographic determination of sec-butylamine residues in potatoes, Pestic. Sci. 12, 319-324, 1981
- 2) Day, E. W. & Koons, J. R., 2-Aminobutane, Analytical Methods Pesticide, Plant Growth Regulators, and Food Additives vol VIII, 251-261, 1976, Academic Press

12. 類型

D（誘導体化、HPLC測定については、1) Hunter, K. & Lindsay, D., High-pressure liquid chromatographic determination of sec-butylamine residues in potatoes, Pestic. Sci. 12, 319-324, 1981, 水蒸気蒸留法については、2) Day, E. W. & Koons, J. R., 2-Aminobutane, Analytical Methods Pesticide, Plant Growth Regulators, and Food Additives vol VIII, 251-261, 1976, Academic Press)

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）

1. 分析対象化合物

オキシベンダゾール

チアベンダゾール

5-ヒドロキシチアベンダゾール（チアベンダゾールの代謝物）

フルベンダゾール

5-プロピルスルホニル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン（アルベンダゾールの代謝物）

メベンダゾール

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）

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。

テトラヒドロフラン 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。

炭酸塩緩衝液 0.1 mol/L 炭酸水素ナトリウム溶液 900 mL に 0.1 mol/L 炭酸ナトリウム溶液 100 mL を混合する（pH9.1）。

オキシベンダゾール標準品 本品はオキシベンダゾール 98.0%以上を含み、融点は 230～231℃である。

チアベンダゾール標準品 本品はチアベンダゾール 99.0%以上を含み、融点は 304～305℃である。

5-ヒドロキシチアベンダゾール標準品 本品は 5-ヒドロキシチアベンダゾール 98.0%以上を含み、融点は 283～286℃である。

メベンダゾール標準品 本品はメベンダゾール 98.0%以上を含み、融点は 289℃である。

フルベンダゾール標準品 本品はフルベンダゾール 99.0%以上を含み、融点は 260℃である。

5-プロピルスルホニル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン標準品 本品は 5-プロピルスルホニル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン 99.0%以上を含み、融点は 222～224℃である。

フルベンダゾール標準品 本品はフルベンダゾール 99.9%以上を含み、融点は 260℃である。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料 5.0 g を量り採り、アセトニトリル 20 mL 及び *n*-ヘキサン 20 mL を加えてホモ

ジナイズした後、毎分 3,000 回転で 10 分間遠心分離する。アセトニトリル層及び *n*-ヘキサン層を分液ロートに移し、アセトニトリル層を採る。これに *n*-プロパノール 10 mL を加えて、40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に炭酸塩緩衝液 3 mL を加えて溶かす。

2) 精製

オクタデシ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、水 5 mL 及び炭酸緩衝液 2 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。3 分間吸引乾燥した後、このカラムにメタノール 2 mL を注入し、溶出液を試験溶液とする。

5. 検量線の作成

オキシベンダゾール、チアベンダゾール、5-ヒドロキシチアベンダゾール、5-プロピルスルホニル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン及びメベンダゾール各標準品について、0.05~10 mg/L のアセトニトリル溶液を数点調製する。

フルベンダゾール標準品について、0.025~10 mg/L のアセトニトリル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 の検量線でオキシベンダゾール、チアベンダゾール、5-ヒドロキシチアベンダゾール、フルベンダゾール、5-プロピルスルホニル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン及びメベンダゾールの含量を求める。

7. 確認試験

LC/MS 又は LC/MS/MS により確認する。

8. 測定条件

1) チアベンダゾール、5-ヒドロキシ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-アミンの試験を行う場合

HPLC

検出器：UV 又は DAD (波長 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 295 nm、5-ヒドロキシチアベンダゾール 313 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 μm

カラム温度：40°C

移動相：アセトニトリル及び 0.05 mol/L 酢酸アンモニウム (1 : 4) 混液

保持時間の目安：3~8 分

2) オキシベンダゾール、フルベンダゾール及びメベンダゾールの試験を行う場合

HPLC

検出器：UV 又は DAD (波長 オキシベンダゾール 295 nm、フルベンダゾール及びメベンダゾール 313 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 μ m

カラム温度：40°C

移動相：アセトニトリル及び 0.05 mol/L 酢酸アンモニウム (2 : 3) 混液

保持時間の目安：4~7分

9. 定量限界

オキシベンダゾール 0.03 mg/kg

チアベンダゾール 0.02 mg/kg

5-ヒドロキシチアベンダゾール 0.02 mg/kg

フルベンダゾール 0.01 mg/kg

5-プロピルスルホニル-1H-ベンズイミダゾール-2-アミン 0.03 mg/kg

メベンダゾール 0.02 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

ベンズイミダゾール化合物を試料からアセトニトリルで抽出し、アセトニトリル/ヘキサン分配により脱脂した後、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムで精製し HPLC-UV 又は HPLC-DAD により測定する方法である。

11. 参考文献

竹葉、他：食品衛生学雑誌、第 44 巻、第 5 号、246~252 頁、2003 年 (「HPLC による畜産食品中のベンズイミダゾール系寄生虫駆除剤の分析」)。

12. 類型

D

アンプロリウム及びデコキネート試験法（畜水産物）

1. 分析対象化合物

アンプロリウム
デコキネート

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）又は蛍光検出器付き高速液体クロマトグラフ（HPLC-FL）

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。

アンプロリウム標準品 本品はアンプロリウム 99.8%以上を含み、融点は 248～249℃（分解）である。

デコキネート標準品 本品はデコキネート 99.4%以上を含み、融点は 242～245℃である。

4. 試験溶液調製法

試料 10.0 g を量り採り、アセトニトリル 50 mL を加えてホモジナイズした後、毎分 3,000 回転で 10 分間遠心分離する。アセトニトリル層を分液ロートに採り、残留物にアセトニトリル 20 mL を加えて激しく振り混ぜた後、上記と同様に遠心分離し、得られたアセトニトリル層を先の分液ロート中に合わせる。これに *n*-ヘキサン 70 mL を加えて激しく振り混ぜた後、*n*-ヘキサン層を捨て、アセトニトリル層に *n*-プロパノール 10 mL を加えて、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にメタノール 2.0 mL を加えて溶解した後、孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過して、これを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

アンプロリウム標準品について、0.01～10.0 mg/L のメタノール溶液を数点調製する。デコキネート標準品について、0.05～10.0 mg/L のクロロホルム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 の検量線でアンプロリウム及びデコキネートの含量を

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

1) アンプロリウムの試験を行う場合

検出器：UV 又は DAD (波長 254 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 μ m

カラム温度：40°C

移動相：アセトニトリル及び 0.01 mol/L ヘプタンスルホン酸含有 0.025%リン酸 (1 :
4) 混液

保持時間の目安：10 分

2) デコキネートの試験を行う場合

HPLC

検出器：FL (励起波長 326 nm、蛍光波長 384 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 μ m

カラム温度：40°C

移動相：アセトニトリル及び 0.025%リン酸 (3 : 1) 混液

保持時間の目安：10 分

9. 定量限界

アンプロリウム 0.01 mg/kg

デコキネート 0.03 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

アンプロリウム及びデコキネートを試料からアセトニトリルで抽出し、アセトニトリル/ヘキサン分配により脱脂した後、それぞれ HPLC-UV 又は HPLC-DAD 及び HPLC-FL により測定する方法である。

11. 参考文献

なし

12. 類型

C

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ロン試験法（農産物）

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
イソウロン	イソウロン
ジウロン	ジウロン
テブチウロン	テブチウロン
トリフルムロン	トリフルムロン
フルオメツロン	フルオメツロン
リニュロン	リニュロン

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。

グラファイトカーボンミニカラム（500 mg） 内径 12～13 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 500 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

メタノール 高速液体クロマトグラフ用に製造されたもの

イソウロン標準品 本品はイソウロン 99%以上を含み、融点は 119～120℃である。

ジウロン標準品 本品はジウロン 99%以上を含み、融点は 158～159℃である。

テブチウロン標準品 本品はテブチウロン 98%以上を含み、融点は 163℃である。

トリフルムロン標準品 本品はトリフルムロン 98%以上を含み、融点は 195℃である。

フルオメツロン標準品 本品はフルオメツロン 98%以上を含み、融点は 163～165℃である。

リニュロン標準品 本品はリニュロン 99%以上を含み、融点は 93～94℃である。

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、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

にアセトンを加えて正確に 200 mL とする。この 100 mL を採り、40°C以下で約 15 mL に濃縮する。

これに 10%塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液 100 mL 及び 50 mL 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 50 mL を加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル 50 mL ずつで 2 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。この残留物に酢酸エチル 5 mL を加えて溶かす。

② 果実、野菜、ハーブ、茶及びホップの場合

果実、野菜及びハーブの場合は、試料 20.0 g を量り採る。

茶 (ジウロンを分析対象とする場合は抹茶) 及びホップの場合は試料 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、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。得られたろ液にアセトンを加えて正確に 200 mL とする。この 100 mL を採り、40°C以下で約 15 mL に濃縮する。

これに 10%塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液 100 mL 及び 50 mL 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。この残留物に酢酸エチル 5 mL を加えて溶かす。

③ 抹茶以外の茶 (ジウロンを分析対象とする場合)

試料 9.00 g に 100°Cの水 540 mL を加え、室温で 5 分間放置した後、ろ過する。冷後、ろ液 300 mL を採り、飽和酢酸鉛溶液 2 mL を加え、振り混ぜた後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物をアセトン及び水 (1 : 1) 混液 50 mL で洗い、ろ液をエーテル及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液 100 mL ずつで 2 回振とう抽出する。抽出液を合わせ、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。この残留物に酢酸エチル 5 mL を加えて溶かす。

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 (500 mg) に酢酸エチル 10 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、さらに、酢酸エチル 15 mL を注入し、全溶出液を 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及び

n-ヘキサン（1：19）混液 5 mL を加えて溶かす。

② アミノプロピルシリル化シルカゲルカラムクロマトグラフィー

アミノプロピルシリル化シルカゲルミニカラム（360 mg）に酢酸エチル及び *n*-ヘキサン（1：19）混液 10 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、流出液は捨てる。さらに、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン（1：19）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（1：1）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。この残留物を水及びメタノール（3：7）混液に溶解し、正確に 2 mL（穀類、豆類、種実類及び抹茶以外の茶の場合は 1 mL、茶及びホップの場合は 0.5 mL）としたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

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ロン標準品のメタノール溶液を別々に調製し、それらを同一の割合で混合した後、0.1～2 mg/L 水及びメタノール（3：7）混液溶液を数点調製し、それぞれ 40 μL 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 40 μL を HPLC に注入し、5 の検量線でイソウロン、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ロンの含量を求める。

7. 確認試験

LC/MS により確認する。

8. 測定条件

1) HPLC

検出器：UV（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ロンは波長 250 nm、イソウロンは波長 220 nm）

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径 5 μm）、内径 4.6 mm、長さ 250 mm

カラム温度：40℃

移動相：水及びメタノール混液（3：2）から（0：1）までの濃度勾配を 40 分間で行う。

保持時間の目安：テブチウロン 16.5 分、イソウロン 17 分、フルオメツロン 19 分、ジウロン 21.5 分、リニュロン 25 分、トリフルムロン 32 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 μm ）、内径 2 mm、長さ 150 mm
移動相：水及びメタノール（1 : 1）混液を 8 分間送液した後、（1 : 1）から（0 : 1）までの濃度勾配を 12 分間で行い、そのまま 5 分間送液する。

イオン化モード：ESI

主なイオン (m/z)：正イオンモードでは、テブチウロン 251 又は 229、イソウロン 234 又は 212、フルオメツロン 255 又は 233、ジウロン 255 又は 233、リニュロン 271 又は 249、トリフルムロン 381 又は 359。負イオンモードでは、フルオメツロン 231、ジウロン 231、リニュロン 247、トリフルムロン 357

注入量：5 μL

保持時間の目安：テブチウロン 7.3 分、イソウロン 7.5 分、フルオメツロン 9.5 分、ジウロン 13 分、リニュロン 17 分、トリフルムロン 22 分

9. 定量限界

何れの農薬も 0.02 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

本法はイソウロン等 6 農薬（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ロン）の同時分析法である。これらの農薬を試料からアセトンで抽出し、酢酸エチル及び n -ヘキサン（1 : 1）混液に転溶する。果実、野菜、ハーブ、茶及びホップはそのまま、穀類、豆類及び種実類はアセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂する。グラファイトカーボンミニカラム及びアミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラムにより精製した後、HPLC-UV で測定し、LC/MS で確認する方法である。

2) 注意点

- ① イソウロンは他の 5 農薬と測定波長が異なるため、測定は 2 回に分けて行う。
- ② 精製が不十分な場合は、シリカゲルミニカラム (690 mg) [試料溶液を負荷した後、 n -ヘキサン 10 mL で洗浄し、アセトン及び n -ヘキサン (3 : 7) 混液 10 mL で溶出] やオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000 mg) [試料溶液を負荷した後、アセトニトリル及び水 (1 : 4) 混液 10 mL で洗浄し、アセトニトリル 10 mL で溶出] による精製を追加するとよい。

11. 参考文献

- 1) 厚生省告示第 245 号「クロルフルアズロン等 7 農薬の試験法」（平成 10 年 10 月 12 日）
- 2) 厚生労働省・残留農薬等試験法「ノバルロン試験法」（平成 16 年 6 月 4 日）

- 3) 環境庁告示第 37 号「ジウロン試験法」(昭和 59 年 6 月 20 日)
- 4) 環境庁告示第 56 号「リニュロン試験法」(昭和 57 年 4 月 21 日)
- 5) 環境庁告示第 21 号「イソウロン試験法」(昭和 60 年 3 月 27 日)

12. 類型

C

エテホン試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

エテホン

2. 装置

アルカリ熱イオン化検出器付きガスクロマトグラフ（GC-FTD）、高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ（GC-NPD）又は炎光光度型検出器付きガスクロマトグラフ（GC-FPD(P)）及び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2に示すものを用いる。

トリメチルシリルジアゾメタン溶液 トリメチルシリルジアゾメタンを約 10%含む
n-ヘキサン溶液

エテホン標準品 本品はエテホン 99%以上を含み、融点は 74～75℃である。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

穀類、豆類、種実類、茶及びホップの場合は、試料 20.0 g に塩酸 1 mL、酢酸エチル 100 mL、硫酸マグネシウム 20 g 及び無水硫酸ナトリウム 10 g を加え 30 分間振とうした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に酢酸エチル 50 mL を加え、上記と同様に振とう及びろ過を行う。得られたろ液を合わせ、酢酸エチルを加えて正確に 200 mL とする。この溶液の 20 mL を採り、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。

果実、野菜及びハーブの場合は、検体 1 kg を精密に量り、塩酸 50 mL を加え、細切均一化した後、検体 20.0 g に相当する量を量り採る。これに酢酸エチル 100 mL、硫酸マグネシウム 20 g 及び無水硫酸ナトリウム 60 g を加え 10 分間振とうした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に酢酸エチル 50 mL を加え、上記と同様に振とう及びろ過を行う。得られたろ液を合わせ、酢酸エチルを加えて正確に 200 mL とする。この溶液の 20 mL を採り、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 30 mL を加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル 30 mL ずつで2回振とう抽出する。抽出液を 40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン及び酢酸（99：1）混液 1 mL を加えて溶かす。

2) メチル化

1) で得られた溶液に、トリメチルシリルジアゾメタン溶液 1 mL を加え、室温で 30 分間放置した後、アセトン及びジエチレングリコール（99：1）混液 1 mL を加え、40℃

以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物を酢酸エチル及び *n*-ヘキサン（1 : 1）混液 5 mL に溶かす。

3) 精製

シリカゲルミニカラム（690 mg）に酢酸エチル 5 mL 及び *n*-ヘキサン 5 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに 2) で得られた溶液を注入し、流出液は捨てる。さらに、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン（1 : 1）混液 5 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（4 : 1）混液 10 mL を注入し、溶出液にアセトン及びジエチレングリコール（99 : 1）混液 1 mL を加え、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトンに溶かし、正確に 4 mL としたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

エテホン標準品の 100 mg/L アセトン溶液を調製し、その 1 mL を採り、窒素ガスを送って溶媒を除去した後、残留物をアセトン及びジエチレングリコール（99 : 1）混液 1 mL に溶かし、4. 2) メチル化と同様に操作する。得られた残留物をアセトンに溶解し 50 mL とする。これをアセトンで希釈してエテホンの 0.01~0.2 mg/L 溶液を調製する。それぞれ 2 μL を GC 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 2 μL を GC に注入し、5 の検量線でエテホンの含量を求める。

7. 確認試験

GC/MS により確認する。

8. 測定条件

GC

検出器：FTD、NPD 又は FPD(P)

カラム：5%フェニルメチルシリコン、内径 0.2~0.7 mm、長さ 10~30m、膜厚 0.1~1.5 μm

カラム温度：50℃(2分)−2~20℃/分−280℃

注入口温度：200~270℃

検出器温度：280~300℃

キャリアーガス：窒素ガス又はヘリウム

保持時間の目安：3分（内径 0.53 mm、長さ 15 m のメチルシリコンカラム、カラム温度 150℃で操作した場合）

9. 定量限界

0.02 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

穀類、豆類等の場合は塩酸酸性下で、果実、野菜等の場合は塩酸を加えてホモジナイズした試料に脱水剤を加えて、エテホンを酢酸エチルで抽出する。アセトニトリル/ヘキサン分配で精製し、トリメチルシリルジアゾメタンでメチル化した後、GC-FTD、GC-NPD 又は GC-FPD(P)で測定し、GC/MS で確認する方法である。

2) 注意点

- ① エテホンは pH 4 以上では不安定であるため、塩酸を加えて pH 3 以下で操作する。
- ② 一律基準レベルの分析を行う場合は、濃縮倍率を上げるなどの工夫が必要である。

11. 参考文献

- 1) 上路雅子ら、2002 年度版「残留農薬分析法」203 頁、ソフトサイエンス社
- 2) 農薬残留分析研究班編集 「最新 農薬の残留分析法」p.254-255、中央法規出版 (1995)

12. 類型

A (環境省告示第 20 号「エテホン試験法」昭和 61 年 4 月 14 日及び同 83 号「エテホン試験法」平成 14 年 12 月 24 日)

オキシポコナゾールフマル酸塩試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

オキシポコナゾールフマル酸塩

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。

0.2 mol/L リン酸緩衝液 0.2 mol/L リン酸水素二ナトリウム溶液に 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム溶液を加えて pH7.5 に調整したもの

オキシポコナゾールフマル酸塩標準品 本品はオキシポコナゾールフマル酸塩 99%以上を含み、融点は 124°C である。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料 20.0 g に 0.2 mol/L リン酸緩衝液（みかん以外のかんきつ類の場合は、0.1 mol/L リン酸水素二ナトリウム溶液）10 mL 及びアセトン 100 mL を加え、30 分間振とうした後、ガラス繊維ろ紙を用いて吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン 50 mL を加え、上記と同様に操作する。ろ液を合わせて 40°C 以下で 30 mL に濃縮する。

2) 精製

① 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 5 mL 及び水 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、流出液は捨てる。さらに、水及びメタノール（1 : 1）混液 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。残留物をアセトン及び *n*-ヘキサン（1 : 19）混液 10 mL（みかん以外のかんきつ類の場合は正確に 10 mL）に溶かす。

② 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 *n*-ヘキサン 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（みかん以外のかんきつ類の場合は、その 1 mL）を注入し、アセトン及び *n*-ヘキサン（1 : 9）混液 15 mL を注入し、流出液は捨てる。次

いで、アセトン及び *n*-ヘキサン（1：4）混液 25 mL を注入し、溶出液を 40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。残留物をアセトン及び *n*-ヘキサン（1：9）混液 5 mL に溶かす。

③ 合成ケイ酸マグネシウムカラムクロマトグラフィー

合成ケイ酸マグネシウムミニカラム（910 mg）に *n*-ヘキサン 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、流出液は捨てる。さらに、アセトン及び *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、アセトン及び *n*-ヘキサン（1：1）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。残留物をメタノールに溶かし正確に 2 mL としたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

オキシポコナゾールフマル酸塩標準品の 0.1～2 mg/L メタノール溶液を数点調製し、それぞれ 20 μL を HPLC に注入してピーク高法又はピーク面積法により検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液 20 μL を HPLC に注入し、5 の検量線でオキシポコナゾールフマル酸塩の含量を求める。

7. 確認試験

LC/MS により確認する。

8. 操作条件

HPLC

検出器：UV（波長 220 nm）

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル、内径 2～6 mm、長さ 150～300 mm

カラム温度：40℃

移動相：水及びメタノール（7：13）

保持時間の目安：15分

9. 定量限界

0.01 mg/kg（みかん以外のかんきつ類の場合は 0.1 mg/kg）

10. 留意事項

1) 試験法の概要

オキシポコナゾールフマル酸塩を試料からリン酸緩衝液添加アセトンで抽出し、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム、シリカゲル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する。HPLC-UV で測定し、LC/MS で確認する方法である。

2) 注意点

- ① 本法は果実類を対象とした環境省の告示試験法に基づく。ただし、同試験法では代謝物も分析対象としているため、一部修正した。

11. 参考文献

- 1) 上路雅子ら、「2002 年版残留農薬分析法」、393 頁、ソフトサイエンス社

12. 類型

- A (環境省告示第 32 号「オキシポコナゾールフマル酸塩試験法」平成 12 年 4 月 28 日)