

生食発0806第1号
令和2年8月6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願いいたします。

記

1. 目次を別紙1のとおり改め、以下に掲げる2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。

- ・シラフルオフエン試験法（畜水産物）
- ・プレドニゾン試験法（畜産物）

2. 「第3章 個別試験法」の「キンクロラック試験法（農産物）」を別紙3に差し替えること。

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、 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、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（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、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（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）
- ・アビラマイシン試験法（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（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）
- ・イマゾスルフロン及びベンスルフロンメチル試験法（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）
- ・ユニコナゾール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）
- ・オキソリニック酸試験法（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、チオフアネート、チオフア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、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、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（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（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）
- ・テプ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）
- ・ノシヘブタイド試験法（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）

- ・フルカルバゾ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）
- ・フルセトスルフロニ試験法（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）
- ・フルフェナセツト試験法（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）
- ・フロルフエニコール試験法（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）
- ・ベンタゾン試験法（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）
- ・マイ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）
- ・メタベン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
- ・ α -トレンボロン及び β -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
- ・ プロチゾラム試験法
- ・ プロファム試験法
- ・ マラカイトグリーン試験法

シラフルオフェン試験法（畜水産物）

1. 分析対象化合物

シラフルオフェン

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。

シラフルオフェン標準品 本品はシラフルオフェン98%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

筋肉、脂肪、内臓及び魚介類の場合は、試料10.0gに水10mLを加え、ホモジナイズする。

乳及び卵の場合は、試料10.0gを量り採る。

これにアセトン及び n -ヘキサン（1：2）混液50mLを加えてホモジナイズした後、毎分3,000回転で5分間遠心分離し、有機層を採る。残留物に n -ヘキサン30mLを加え、ホモジナイズした後、上記と同様に遠心分離する。得られた有機層を合わせ、 n -ヘキサンを加えて正確に100mLとする。この溶液から正確に10mL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10mLを加え、 n -ヘキサン飽和アセトニトリル20mLずつで2回振とう抽出した後、さらに、 n -ヘキサン飽和アセトニトリル10mLで振とう抽出する。抽出液を合わせ、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5mLを加えて溶かす。

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ミニカラム（500mg）に n -ヘキサン10mL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、 n -ヘキサン10mLを注入し、負荷液を含む全溶出液を採り、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトニトリルに溶かし、正確に5mLとしたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

シラフルオフェン標準品のアセトニトリル溶液を数点調製し、それぞれを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0.01mg/kgに相当する試験溶液中濃度は0.002mg/Lである。

7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6. の検量線でシラフルオフェンの含量を求める。

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2.1mm、長さ150mm、粒子径3 μ m

カラム温度：40°C

移動相：20mmol/L 酢酸アンモニウム溶液及び20mmol/L 酢酸アンモニウム・メタノール溶液の混液（2：3）で2分間保持した後、（1：49）までの濃度勾配を3分間で行い、（1：49）で9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426、プロダクトイオン287、181、168

注入量：2 μ L

保持時間の目安：11分

10. 定量限界

0.01mg/kg

11. 留意事項

1) 試験法の概要

シラフルオフェンを試料からアセトン及び n -ヘキサン（1：2）混液で抽出し、さらに n -ヘキサンで抽出する。アセトニトリル/ヘキサン分配により脱脂した後、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 シラフルオフェンの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426、プロダクトイオン287

定性イオン (m/z)：プリカーサーイオン426、プロダクトイオン181、168

② 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、しじみ、うなぎ

12. 参考文献

なし

13. 類型

C

プレドニゾン試験法（畜産物）

1. 分析対象化合物

プレドニゾン

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。

プレドニゾン標準品 本品はプレドニゾン98%以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料10.0gに *n*-ヘキサン50mLを加え、ホモジナイズした後、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル50mLを加え、さらにホモジナイズした後、毎分3,000回転で10分間遠心分離し、アセトニトリル層を採る。残留物及び *n*-ヘキサン層にアセトニトリル25mLを加えてホモジナイズした後、上記と同様に遠心分離し、得られたアセトニトリル層を合わせ、アセトニトリルを加えて正確に100mLとする。この溶液から正確に10mLを分取して40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル及び水（1：9）混液5mL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（500mg）にアセトニトリル10mL及びアセトニトリル及び水（1：9）混液10mL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ミニカラム（500mg）にアセトニトリル10mLを注入し、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に1)で得られた溶液を注入した後、アセトニトリル及び水（1：9）混液10mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムの下部にエチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラムを接続した後、アセトニトリル10mL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（9：1）混液に溶かし、正確に1mLとしたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

プレドニゾン標準品の水及びメタノール（9：1）混液の溶液を数点調製し、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0.0005mg/kgに相当する試験溶液中の濃度は0.0005mg/Lである。

7. 定量

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、6. の検量線でプレドニゾロンの含量を求める。

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2.1mm、長さ150mm、粒子径 3 μ m

カラム温度：40°C

移動相：0.1vol%ギ酸及び0.1vol%ギ酸・メタノール溶液の混液（3：2）から（2：3）までの濃度勾配を20分間で行い、その後（1：9）までの濃度勾配を2分間で行い、8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405、プロダクトイオン329、295

注入量：10 μ L

保持時間の目安：17分

10. 定量限界

0.0005mg/kg

11. 留意事項

1) 試験法の概要

プレドニゾロンを試料から *n*-ヘキサン存在下、アセトニトリルで抽出し、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム及びエチレンジアミン-*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 プレドニゾロンの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405、プロダクトイオン329

定性イオン (m/z)：プリカーサーイオン405、プロダクトイオン295

② 試験法開発時に検討した食品：豚の筋肉、豚の脂肪、豚の肝臓、牛乳

12. 参考文献

なし

13. 類型

C

キンクロラック試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

キンクロラック

メチル 3, 7-ジクロロ-8-キノリンカルボキシレート（以下「代謝物 C」という。）

2. 適用食品

穀類、種実類、果実及びその他のハーブ

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。

キンクロラック標準品 本品はキンクロラック 98% 以上を含む。

代謝物 C 標準品 本品は代謝物 C 98% 以上を含む。

5. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 穀類及び種実類の場合

試料 10.0g に水 20mL を加え、30 分間放置する。これに 1 vol% 塩酸・アセトン溶液 100mL 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 1 vol% 塩酸・アセトン溶液 50mL 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、1 vol% 塩酸・アセトン溶液で正確に 200mL とする。この溶液から正確に 2 mL を分取し、0.1 vol% 塩酸 20mL を加える。

② 果実及び野菜の場合

試料 20.0g に 1 vol% 塩酸・アセトン溶液 100mL 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 1 vol% 塩酸・アセトン溶液 50mL 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、1 vol% 塩酸・アセトン溶液で正確に 200mL とする。この溶液から正確に 1 mL を分取し、0.1 vol% 塩酸 20mL を加える。

2) 精製

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（1,000mg）に、メタノール及び 0.1 vol% 塩酸各 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% 塩酸及びメタノール（4 : 1）混液 10mL を注入し、流出液は捨てる。次い

で、0.1vol%塩酸及びメタノール（1：4）混液10mLを注入し、溶出液を採り、0.1vol%塩酸及びメタノール（1：4）混液を加えて正確に10mLとしたものを試験溶液とする。

6. 検量線の作成

キンクロラック標準品及び代謝物C標準品の標準原液を調製する。各標準原液を適宜混合して0.1vol%塩酸及びメタノール（1：4）混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0.01mg/kg（代謝物Cはキンクロラック換算）に相当する試験溶液中濃度は0.0001mg/L（代謝物Cはキンクロラック換算）である。

7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6.の検量線でキンクロラック及び代謝物Cの含量を求め、次式により、代謝物Cを含むキンクロラックの含量を求める。

キンクロラック（代謝物Cを含む。）の含量（ppm） = $A + B \times 0.9452$

A：キンクロラックの含量（ppm）

B：代謝物C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2.1mm、長さ150mm、粒子径5 μ m

カラム温度：40°C

移動相：アセトニトリル及び0.1 vol%ギ酸（2：3）混液で6分間保持し、（4：1）までの濃度勾配を4分間で行った後、（4：1）で5分間保持する。

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（ m/z ）

キンクロラック：プリカーサーイオン242、プロダクトイオン224、161

代謝物C：プリカーサーイオン256、プロダクトイオン196、161

注入量：10 μ L

保持時間の目安：キンクロラック：5分

代謝物C：11分

10. 定量限界

各化合物0.01mg/kg（代謝物Cはキンクロラック換算）

11. 留意事項

1) 試験法の概要

キンクロラック及び代謝物Cを試料から塩酸酸性下、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、キンクロラックと代謝物Cのそれぞれについて定量を行い、代謝物Cを含むキンクロラックの含量を求める場合には、代謝物Cの含量に換算係数を乗じてキンクロラックの含量に換算し、これらの和を分析値とする。

2) 注意点

① キンクロラック及び代謝物C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。

・キンクロラック

定量イオン (m/z) : プリカーサーイオン242、プロダクトイオン161

定性イオン (m/z) : プリカーサーイオン242、プロダクトイオン224

・代謝物C

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161

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196

② 試験法開発に検討した食品：玄米、ブルーベリー、バジル及びなたね

12. 参考文献

なし

13. 類型

C