



食安発第0427004号  
平成17年4月27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230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0427001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、農薬シアゾファミド及び農薬トルフェンピラド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2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0124002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 4 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4月27日付け食安発第0427004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、ハロスルフロンメチル及びフラザスルフロン試験法
- 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試験法
- アゾキシストロビン試験法
- 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ペ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
- イマズ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、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ベンダゾール試験法
- ・ 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
- ・ カルプロパミド試験法
- ・ カンタキササンチン試験法
- ・ 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
- ・ 酸化フェンブタスズ試験法
- ・ シアゾファミド試験法 (追加)
- ・ 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



- ・ シクロスルファムロン試験法
- ・ 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、 $\alpha$ -ートレンボロン及び $\beta$ -ー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（追加）
- ・ 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
- ・ 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
- ・ 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

- ・ メトブレン試験法
- ・ 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：シアゾファミド試験法、  
トルフェンピラド試験法)



## シアゾファミド試験法

### 1. 分析対象化合物

シアゾファミド

### 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。

シアゾファミド標準品 本品はシアゾファミド99%以上を含み、融点は152~153℃である。

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

穀類及び種実類の場合は、試料10.0 gを量り採り、水20 mLを加え、2時間放置する。果実及び野菜の場合は、試料20.0 gを量り採る。

これにアセトニトリル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、アセトニトリル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℃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℃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を加えて溶かす。

#### 2) 精製

##### ① 合成ケイ酸マグネシウムカラムクロマトグラフィー

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合成ケイ酸マグネシウム5 gを*n*-ヘキサンに懸濁させて充てんし、上に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(1 : 19)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(3 : 17)50 mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン5 mLを加えて溶かす。

##### ② 活性炭カラムクロマトグラフィー

活性炭ミニカラム(500 mg)にアセトン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た後、アセトン5 mLを注入する。全溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にエーテル・*n*-ヘキサン混液(3 : 17)5 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)にエーテル・*n*-ヘキサン混液(3 : 17)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、さらに、エーテル・*n*-ヘキサン混液(3 : 17)10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、エーテル・*n*-ヘキサン混液(3 : 7)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ニトリルに溶解し、穀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としたものを試験溶液とする。

### 5. 検量線の作成

シアゾファミド標準品の0.05~1 mg/Lアセトニトリル溶液を数点調製し、それぞれ20 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20 μLをHPLCに注入し、5の検量線でシアゾファミドの含量を求める。

## 7. 測定条件

### 1) HPLC

検出器：UV(波長280 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4~4.6 mm、長さ250 mm

カラム温度：40°C

移動相：アセトニトリル・水混液(3:2)

保持時間の目安：約12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 mm、長さ150 mm

移動相：0.002 mol/L酢酸アンモニウム溶液・メタノール混液(7:3)から(1:9)までの濃度勾配を8分間で行い、(1:9)で6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 325、負イオンモード 216

注入量：1  $\mu\text{L}$

保持時間の目安：約14分

## 8. 定量限界

0.01 mg/kg

## 9. 留意事項

### 1) 試験法の概要

シアゾファミドを試料からアセトニトリルで抽出し、*n*-ヘキサンに転溶する。合成ケイ酸マグネシウムカラム、活性炭ミニカラム及び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 標準溶液及び試料溶液中のシアゾファミドは、室温で徐々に分解するため、冷蔵で保存する。
- ② HPLC測定時において試料由来の夾雑成分のピークが、シアゾファミドの溶出位置に認められた場合、HPLCのカラムを変更することにより、シアゾファミドを試料由来の夾雑成分のピークから分離することができる。通常用いているオクタデシルシリル化シリカゲルからトリアコンチルシリル化シリカゲル(C30)あるいはフェニルシリル化シリカゲル(Ph)などの充てん剤を用いたカラムに変更することが有効である。
- ③ 活性炭ミニカラムクロマトグラフィーは、夾雑物の少ない試料では、省略することもできる。
- ④ 精製が不十分な場合、アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム(360 mg)による追加精製が可能である。  
酢酸・*n*-ヘキサン混液(0.1:100)10 mLで予備洗浄を行う。試料溶液を酢酸・*n*-ヘキサン混液(0.1:100)10 mLで負荷し、流出液を捨てた後、エーテル・酢酸・*n*-ヘキサン混液(10:0.1:90)30 mLで溶出させる。
- ⑤ シアゾファミドはLC/MSでの測定において正イオン  $m/z: 325[M+H]^+$  または負イオン  $m/z: 216[M-SO_2N(CH_3)_2]^-$  で測定が可能であるが、後者の方が感度も良く、選択性に優れている。

## 10. 参考文献

平成13年環境省告示第31号「シアゾファミド試験法」

### 11. 類型

C



## トルフェンピラド試験法

### 1. 分析対象化合物

トルフェンピラド

### 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))又は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ(GC(NPD))  
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。

トルフェンピラド標準品 本品はトルフェンピラド99%以上を含み、融点は87~89℃である。

### 4 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

##### ① 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、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℃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℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトンを加えて溶解し、正確に20 mLとする。

##### ② 茶の場合

試料5.0 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℃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℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトンを加えて溶解し、正確に10 mLとする。

#### 2) 精製

##### ① 活性炭カラムクロマトグラフィー

活性炭ミニカラム(250mg)にアセトン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(果実及び野菜の場合は2 mL、茶の場合は4 mL)を注入した後、アセトン35 mLを注入する。全溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン・*n*-ヘキサン混液(1:99)5 mLを加えて溶かす。

##### ② 合成ケイ酸マグネシウムカラムクロマトグラフィー

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合成ケイ酸マグネシウム5 gを*n*-ヘキサンに懸濁させて充てんし、上に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(1:99)100 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(1:19)100 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に溶解し、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

トルフェンピラド標準品の0.01~0.5 mg/Lアセトン溶液を数点調製し、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で検量線を作成する。

## 6. 定量

試験溶液2  $\mu\text{L}$ をGCに注入し、5の検量線でトルフェンピラドの含量を求める。

## 7. 測定条件

### 1) GC

検出器：FTD又はNPD

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  $\mu\text{m}$

カラム温度：100°C(1分)–30°C/分–300°C(10分)

注入口温度：250°C、検出器温度：280°C

キャリアーガス：ヘリウム

保持時間の目安：約11分

### 2) GC/MS

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  $\mu\text{m}$

カラム温度：80°C(1分)–20°C/分–300°C(10分)

注入口温度：240°C

キャリアーガス：ヘリウム

イオン化モード(電圧)：EI (70 eV)

主なイオン(m/z)：383、197

注入量：2  $\mu\text{L}$

保持時間の目安：約15分

## 8. 定量限界

0.01 mg/kg

## 9. 留意事項

### 1) 試験法の概要

トルフェンピラドを試料からアセトンで抽出し、*n*-ヘキサンに転溶する。活性炭ミニカラム及び合成ケイ酸マグネシウムカラムで精製した後、GC(FTD)又はGC(NPD)で測定し、GC/MSで確認する方法である。

### 2) 注意点

- ① 精製が不十分な場合はアセトニトリル/ヘキサン分配 [*n*-ヘキサン30 mLに溶解し、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30 mLで2回抽出] やシリカゲルミニカラム(690 mg) [エーテル/*n*-ヘキサン(1:9)5 mLで負荷、同混液5 mLで洗浄、エーテル/*n*-ヘキサン(3:7)20 mLで溶出] による精製を追加するとよい。
- ② トルフェンピラドの感度が試料の注入の前後で大幅に変動する場合がある。試料を数本注入し、感度を十分に安定させてから標準溶液を注入する等の措置が必要である。

## 10. 参考文献

- 1) 平成13年厚生労働省告示第56号「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、ピテルタノール、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」
- 2) 平成14年厚生労働省告示第94号「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」

## 11. 類型

C