

生食発1130第4号  
平成29年11月30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）を別添のとおり改正することとしました。

改正の概要につきましては、下記のとおりですので、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

農薬、飼料添加物及び動物用医薬品に係る知見の集積等を踏まえ、目次を別紙1のように改め、「第3章 個別試験法」の「ヒ素試験法（農産物）」を別紙2のとおり改正すること。

## 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）
- ・ 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、ブromo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）

- ・E P T C試験法（農産物）
- ・M C P A及びジカンバ試験法（農産物）
- ・S e c -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、エチオフエンカルブ、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、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（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）
- ・オキシ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（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ロラム試験法（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（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）
- ・クロルスルフロン及びメトスルフロンメチル試験法（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）
- ・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  
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（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）
- ・ニコチン試験法（農産物）
- ・ニテンピラム試験法（農産物）

- ・ノシヘプタイド試験法（畜水産物）
- ・ノバルロン試験法（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）
- ・フルトラニル試験法（畜水産物）
- ・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）
- ・プロクロラズ試験法（農産物）
- ・プロシミドン試験法（農産物）
- ・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）
- ・ヘキシチアゾクス試験法（農産物）
- ・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
- ・  $\alpha$ -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

## ヒ素試験法（農産物）

## 1. 分析対象化合物

ヒ素

## 2. 適用食品

果実及び野菜

## 3. 装置

原子吸光光度計

水素化物発生装置 告示第 2 添加物の部 B 一般試験法の項の 36. ヒ素試験法の装置 C を用いる。

## 4. 試薬、試液

告示第 2 添加物の部 C 試薬・試液等の項に示すものを用いる。

飽和シュウ酸アンモニウム溶液 シュウ酸アンモニウム 1 水和物 5 g を水に溶かし、100 mL とする。

ヒ素標準原液 三酸化二ヒ素 1.32 g に水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 6 mL を加えて溶解する。水 500 mL 及び塩酸 (1→4) で、pH 3~5 に調節し、水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。本液 1 mL は、ヒ素 (As) 0.1 mg を含む。(100 µg/mL)

ヒ素標準液 ヒ素標準原液 5 mL を正確に量り、硫酸 (1→20) 10 mL を加え、新たに煮沸し冷却した水を加えて正確に 1000 mL とする。本液 1 mL は、ヒ素 (As) 0.5 µg を含む。用時調製し、共栓瓶に保存する。

0.5%NaOH-0.4%テトラヒドロホウ酸ナトリウム溶液 水酸化ナトリウム 2.5 g を適量の水に溶解させた後、テトラヒドロホウ酸ナトリウム 2.0 g を量り入れ、水を加えて 500 mL に定容する。

## 5. 試験溶液の調製

試料 20.0 g を量り採り、500 mL の分解瓶に入れ、硝酸 30 mL と水 20 mL を加え、よく混和した後、穏やかに加熱し、激しい反応が終わった後、一晩放置する。次いで硫酸 10 mL を加え、再び加熱し、時々硝酸を少量ずつ加え、内容物が暗色にならないようにする。硫酸の白煙が発生するまで加熱し、内容物が淡黄~無色になったとき分解は完了する。以上の操作で分解が長引くときは、更に過塩素酸 1 mL を加え、加熱分解し、残存する過量の過塩素酸が無くなるまで加熱を続ける。冷後、分解溶液に飽和シュウ酸アンモニウム溶液 25 mL 及び水 75 mL を加え、硫酸の白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて正確に 100 mL とし、さらに水を用いて 10 倍希釈した溶液を試験溶液とする。

## 6. 操作方法

試験溶液を正確に 4 mL（なつみかんの外果皮、日本なし及びりんごの場合は 1 mL）を分取し、これに塩酸 1 mL 及びヨウ化カリウム溶液（1→10）1 mL を加え、70℃の水浴上で 4 分間加温した後、冷後、水を加えて正確に 20 mL とし、検液とする。水素化物発生装置にアルゴンを流しながら、この検液、適当な濃度の塩酸（1～6 mol/L）及びテトラヒドロホウ酸ナトリウム試液を、定量ポンプ A を用いてそれぞれ 1～10 mL/分の適当な流量で連続的に水素化物発生装置内に導入して順々に混合させ、ヒ化水素を発生させる。なお、ヨウ化カリウム溶液（1→10）を定量ポンプで連続的に水素化物発生装置内に導入する方式にあっては、試験溶液を直接又は水で適当な濃度に希釈後、この溶液及び適当な濃度の塩酸（1～6 mol/L）、ヨウ化カリウム溶液（1→10）、テトラヒドロホウ酸ナトリウム試液を、上記と同様な操作で導入して順々に混合させ、ヒ化水素を発生させる。発生したヒ化水素と廃液を気液セパレータ F で分離した後、ヒ化水素を含む気体を加熱吸収セルを取り付けた原子吸光光度計に導入し、波長 193.7 nm の吸光度を測定する。

## 7. 検量線の作成

ヒ素標準液を水で適宜希釈し異なる濃度を数点調製した。調製後の液はそれぞれ正確に 4 mL を分取し、これに塩酸 1 mL 及びヨウ化カリウム溶液（1→10）1 mL を加え、70℃の水浴上で 4 分間加温した後、水を加えて正確に 20 mL とし、以下 6. 操作方法と同様に操作し、得られた吸光度から検量線を作成する。

## 8. 定量

試験溶液を 6. 操作方法に従って測定し、7. の検量線で  $\text{As}_2\text{O}_3$  としての含量を求める。

## 9. 定量限界

1.0 mg/kg ( $\text{As}_2\text{O}_3$  として)

## 10. 留意事項

### 1) 試験法の概要

試料を湿式灰化法にて分解し、塩酸存在下でヨウ化カリウムによる予備還元し、水素化物発生装置によって発生したヒ化水素を原子吸光光度計を用いてヒ素を定量する試験法である。

### 2) 注意点

- ① 灰化中にヒ素の揮散が起こらない方法を用いて試料を灰化し、ヒ素を原子化されやすいヒ化水素に変換して、原子吸光光度計に導入する方法である。ヒ素（V）の場合、そのまま原子吸光度を測定すると、ヒ素（III）よりも低い値しか得られない。



試験溶液中のヒ素はヒ素（Ⅴ）が多いと考えられるので、あらかじめ塩酸酸性下でヨウ化カリウムを用いて、ヒ素（Ⅲ）に還元しておく必要がある。

- ② 試験に用いる器具・試薬及び試液は、ヒ素を含まないか、又はほとんど含まないものを用い、必要があれば空試験を行う。
- ③ 水素化物発生装置は、装置により試料、塩酸、テトラヒドロホウ酸ナトリウム試液、ヨウ化カリウム溶液の流量や、塩酸及びヨウ化カリウム溶液の濃度は異なり、更にテトラヒドロホウ酸ナトリウム試液とは異なる濃度のテトラヒドロホウ酸ナトリウム試液を使用する場合もある。
- ④ 告示第2 添加物の部C 試薬・試液等の項に示されるヒ素標準液は1 mLにAsとして0.5 µgを含有し、As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として0.66 µg/mLの濃度に相当する。
- ⑤ 検量線濃度範囲は、概ね1.3～13 ng/mL (As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として)である。これはAsとしては1～10 ng/mLに相当する。なお、本法に従って検液を調製した場合、試料中1.0 mg/kg (As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として)に相当する検液中濃度は4 ng/mL (As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として)であり、なつみかんの外果皮、日本なし及びりんごの場合、試料中3.5 mg/kg (As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として)に相当する検液中濃度は3.5 ng/mL (As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として)である。
- ⑥ 塩酸酸性化でヨウ化カリウムを用いて還元操作を行うと還元されたヒ素（Ⅲ）が揮散するため、予備還元操作後は30分以内に測定を終了する必要がある。

## 11. 参考文献

- 1 片岡 洋平 渡邊 敬浩 林 智子 手島 玲子 松田 りえ子：清涼飲料水中の鉛，総ヒ素，カドミウムの一斉定量を目的としたICP-OES法、ICP-MS法、電気加熱式原子吸光法の開発 食衛誌 56, 88-95, (2015) .

## 12. 類型

C