

令和5年度  
輸出環境整備緊急対策委託事業  
(EUが要求する残留物質モニタリング検査の  
試験法検討及び妥当性確認)  
報告書（概要版）

令和7年3月

一般財団法人日本食品分析センター

## 目次

I. 目的	1
II. 事業内容	1
III. 試験法の検討及び妥当性確認の概要	5
IV. 試験法の検討及び妥当性確認の詳細	
1. メドロキシプロゲステロン	8
2. クロラムフェニコール	9
3. ジメトリダゾール, メトロニダゾール, ロニダゾール及びイプロニダゾール	
3.1 牛筋肉	10
3.2 牛血清	12
4. トリクロルホン	14
5. ブロムフェノホス	16
6. セフキノム, セフロキシム及びジクロキサシン	
6.1 牛腎臓及び牛筋肉	18
6.2 乳	19
7. セフチオフル	21
8. コリスチン	22
9. ガミスロマイシン	23
10. エプリノメクチン	24
11. レバミゾール及びオキシクロザニド	
11.1 牛肝臓及び牛筋肉	25
11.2 乳	26
12. フルニキシム	27
13. ミロサマイシン	28
14. グリカルピラミド	29
15. シフルトリン	30
16. ペルメトリン	31
17. オルビフロキサシン, ダノフロキサシン及びマルボフロキサシン	32
18. オイゲノール	34
19. ニフルソール	35

令和5年度輸出環境整備緊急対策委託事業  
(EUが要求する残留物質モニタリング検査の試験法検討及び妥当性確認)  
報告書(概要版)

I. 目的

EUは、畜水産物(牛肉、鶏肉、鶏卵、生乳、養殖魚、ケーシング等)の輸入に当たって輸出国政府に農薬、動物用医薬品等の残留物質等モニタリング検査の実施を輸出の要件の1つとして求めており、我が国はEUに対して残留物質等モニタリング計画を策定して提出している。令和5年度の途中、EUから本計画について、検査項目として含まれていない物質の追加検討を求める指摘等があった。

このため、EUから指摘等のあった物質について、国内での使用状況等を考慮して試験法検討や妥当性確認の実施が必要な物質を整理したところである。

本事業では、これら整理したものについて、試験法の検討及び妥当性確認を実施するものであり、残留物質モニタリング検査の体制等を整備することによって、引き続き、EU向け畜水産物の円滑な輸出を図ることを目的とする。

II. 事業内容

本事業においては、下記に掲げる内容を実施し、試験法の検討及び妥当性確認を実施するとともに、事業実施結果を取りまとめた報告書を作成する。なお、農林水産省及び厚生労働省の担当部局(以下「担当部局」という。)がEU当局とモニタリング検査に関する協議を実施するに当たって、適宜データ等が必要になる場合があることから、受託者は担当部局の要求に基づくデータ提供、資料作成等について柔軟に対応できる実施体制を構築する。

試験法の検討及び妥当性確認を実施する物質

表-1に掲げるSubstances, Matrix及び目標とする定量下限の組合せで、試験法の検討及び妥当性確認を実施する。

各試験法の妥当性確認等に当たっては、「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドライン」及びEU規則等に従う。

表-1-1 試験法の検討及び妥当性確認を実施するSubstances, Matrix,  
目標定量下限及び対象(牛)

分類	Substances	Matrix	目標定量下限	対象
A1c	Medroxyprogesterone	Urine	0.5 $\mu$ g/kg	牛尿
A2a	Chloramphenicol	Urine	0.15 $\mu$ g/kg	牛尿
A2c	Dimetridazol	Muscle	0.2 $\mu$ g/kg	牛筋肉
A2c	Metronidazol	Muscle	0.1 $\mu$ g/kg	牛筋肉
A2c	Ronidazol	Muscle	0.2 $\mu$ g/kg	牛筋肉
A2c	Ipronidazole	Muscle	0.1 $\mu$ g/kg	牛筋肉
A2c	Ipronidazole Hydroxymetabolite	Muscle	0.1 $\mu$ g/kg	牛筋肉
A2c	Dimetridazol	Serum	0.2 $\mu$ g/kg	牛血清
A2c	Metronidazol	Serum	0.1 $\mu$ g/kg	牛血清
A2c	Ronidazol	Serum	0.2 $\mu$ g/kg	牛血清
A2c	Dimetridazol Hydroxymetabolite Ronidazol Hydroxymetabolite	Serum	0.2 $\mu$ g/kg	牛血清
A2c	Metronidazol Hydroxymetabolite	Serum	0.1 $\mu$ g/kg	牛血清
A2c	Ipronidazole	Serum	0.1 $\mu$ g/kg	牛血清
A2c	Ipronidazole Hydroxymetabolite	Serum	0.1 $\mu$ g/kg	牛血清
A3d	Trichlorfon	Muscle	0.004 mg/kg	牛筋肉
A3d	Bromofenofos	Muscle	0.01 mg/kg	牛筋肉
B1a	Cefquinome	Kidney	0.01 mg/kg	牛腎臓
B1a	Cefquinome	Muscle	0.01 mg/kg	牛筋肉
B1a	Ceftiofur	Kidney	0.1 mg/kg	牛腎臓
B1a	Ceftiofur	Muscle	0.1 mg/kg	牛筋肉
B1a	Colistin	Kidney	0.05 mg/kg	牛腎臓
B1a	Colistin	Muscle	0.05 mg/kg	牛筋肉
B1a	Gamithromycin	Liver	0.01 mg/kg	牛肝臓
A3c	Gamithromycin	Muscle	0.01 mg/kg	牛筋肉
B1b	Eprinomectin	Liver	0.01 mg/kg	牛肝臓
B1b	Eprinomectin	Muscle	0.01 mg/kg	牛筋肉
B1b	Levamisole	Liver	0.005 mg/kg	牛肝臓
B1b	Levamisole	Muscle	0.005 mg/kg	牛筋肉
B1b	Oxyclozanide	Liver	0.01 mg/kg	牛肝臓
B1b	Oxyclozanide	Muscle	0.01 mg/kg	牛筋肉
B1d	Flunixin	Liver	0.01 mg/kg	牛肝臓
B1d	Flunixin	Muscle	0.01 mg/kg	牛筋肉

表-1-2 試験法の検討及び妥当性確認を実施するSubstances, Matrix,  
目標定量下限及び対象(鶏)

分類	Substances	Matrix	目標定量下限	対象
A3c	Mirosamicin	Kidney	0.01 mg/kg	鶏腎臓
A3c	Mirosamicin	Muscle	0.01 mg/kg	鶏筋肉
A3d	Gliccalpyramide	Liver	0.01 mg/kg	鶏肝臓
A3d	Gliccalpyramide	Muscle	0.01 mg/kg	鶏筋肉
A3d	Trichlorfon	Muscle	0.004 mg/kg	鶏筋肉
農薬	Cyfluthrin	Fat	0.01 mg/kg	鶏脂肪

表-1-3 試験法の検討及び妥当性確認を実施するSubstances, Matrix,  
目標定量下限及び対象(卵)

分類	Substances	Matrix	目標定量下限	対象
A3d	Trichlorfon	Egg	0.004 mg/kg	鶏卵
A3d	Permethrin	Egg	0.05 mg/kg	鶏卵

表-1-4 試験法の検討及び妥当性確認を実施するSubstances, Matrix,  
目標定量下限及び対象(乳)

分類	Substances	Matrix	目標定量下限	対象
A3c	Cefuroxime	Milk	0.01 mg/kg	牛乳
A3c	Orbifloxacin	Milk	0.01 mg/kg	牛乳
A3d	Bromofenofos	Milk	0.01 mg/kg	牛乳
A3d	Trichlorfon	Milk	0.004 mg/kg	牛乳
B1a	Cefquinome	Milk	0.01 mg/kg	牛乳
B1a	Danofloxacin	Milk	0.01 mg/kg	牛乳
B1a	Dicloxacillin	Milk	0.01 mg/kg	牛乳
B1a	Marbofloxacin	Milk	0.01 mg/kg	牛乳
B1b	Oxyclozanide	Milk	0.01 mg/kg	牛乳

※牛乳で試験法検討及び妥当性確認を実施し、山羊乳及び羊乳についても適用できるかを確認する。

表-1-5 試験法の検討及び妥当性確認を実施するSubstances, Matrix,  
目標定量下限及び対象(魚)

分類	Substances	Matrix	目標定量下限	対象
A3f	Eugenol	Fin fish (Muscle and Skin)	0.01 mg/kg	魚 (筋肉及び皮)

表-1-6 試験法の検討及び妥当性確認を実施するSubstances, Matrix,  
目標定量下限及び対象(ケーシング)

分類	Substances	Matrix	目標定量下限	対象
A2b	Nifursol	Casing	0.5 $\mu$ g/kg	ケーシング

### III. 試験法の検討及び妥当性確認の概要

試験法の検討及び妥当性確認で使用した牛筋肉、牛肝臓、牛腎臓、鶏筋肉、鶏肝臓、鶏腎臓、鶏卵、牛乳、山羊乳及び水産物(ブリ)試料は小売店またはインターネット販売より市販品を購入した。また、牛尿、牛血清、鶏脂肪、羊乳及びケーシング試料は農林水産省より提供された。

各物質及び残留マーカについて検討した試験方法及び定量下限の概要を表-1に示した。尿に関しては容量で採取したため、結果の単位は厳密には $\mu\text{g/L}$ となるが、 $\mu\text{g/kg}$ と表記した。

表-1-1-1 検討した試験方法及び定量下限の概要(牛)

分類	物質	残留マーカ	試験方法	定量下限	対象
A1c	メドロキシ プロゲステロン	酢酸メドロキシ プロゲステロン	LC-MS/MS	0.5 $\mu\text{g/kg}$	牛尿
A2a	クロラムフェニコール	クロラムフェニコール	LC-MS/MS	0.15 $\mu\text{g/kg}$	牛尿
A2c	ジメトリタゾール	ジメトリタゾール	LC-MS/MS	0.2 $\mu\text{g/kg}$	牛筋肉 牛血清
A2c	メロニタゾール	メロニタゾール	LC-MS/MS	0.1 $\mu\text{g/kg}$	牛筋肉 牛血清
A2c	ロニタゾール	ロニタゾール	LC-MS/MS	0.2 $\mu\text{g/kg}$	牛筋肉 牛血清
A2c	イプロニタゾール	イプロニタゾール	LC-MS/MS	0.1 $\mu\text{g/kg}$	牛筋肉 牛血清
A2c	イプロニタゾール ヒドロキシ代謝物	イプロニタゾール ヒドロキシ代謝物	LC-MS/MS	0.1 $\mu\text{g/kg}$	牛筋肉 牛血清
A2c	ジメトリタゾール ヒドロキシ代謝物 ロニタゾール ヒドロキシ代謝物	ジメトリタゾール ヒドロキシ代謝物 ロニタゾール ヒドロキシ代謝物	LC-MS/MS	0.2 $\mu\text{g/kg}$	牛血清
A2c	メロニタゾール ヒドロキシ代謝物	メロニタゾール ヒドロキシ代謝物	LC-MS/MS	0.1 $\mu\text{g/kg}$	牛血清
A3d	トリクロホン	トリクロホン	LC-MS/MS	0.004 mg/kg	牛筋肉
A3d	フロムフェノス	脱リン酸 フロムフェノス	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	牛筋肉
B1a	セフキノム	セフキノム	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	牛腎臓 牛筋肉
B1a	セフチオフル	デスフロイル セフチオフル	LC-MS/MS	0.1 mg/kg	牛腎臓 牛筋肉
B1a	コリスチン	コリスチン A 及び コリスチン B	LC-MS/MS	0.05 mg/kg	牛腎臓 牛筋肉

表-1-1-2 検討した試験方法及び定量下限の概要(牛)

分類	物質	残留マーカ	試験方法	定量下限	対象
B1a	ガミシロマイシン	ガミシロマイシン	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	牛肝臓
A3c	ガミシロマイシン	ガミシロマイシン	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	牛筋肉
B1b	エプリノメクチン	エプリノメクチン B1a	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	牛肝臓 牛筋肉
B1b	レバミゾール	レバミゾール	LC-MS/MS	0.005 mg/kg	牛肝臓 牛筋肉
B1b	オキシクロサニト	オキシクロサニト	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	牛肝臓 牛筋肉
B1d	フルニキシ	フルニキシ	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	牛肝臓 牛筋肉

表-1-2 検討した試験方法及び定量下限の概要(鶏)

分類	物質	残留マーカ	試験方法	定量下限	対象
A3c	ミロサマイシン	ミロサマイシン	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	鶏腎臓 鶏筋肉
A3d	グリカルビラミト	グリカルビラミト	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	鶏肝臓 鶏筋肉
A3d	トリクロルホン	トリクロルホン	LC-MS/MS	0.004 mg/kg	鶏筋肉
農薬	シフルリン	シフルリン 各異性体	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	鶏脂肪

表-1-3 検討した試験方法及び定量下限の概要(卵)

分類	物質	残留マーカ	試験方法	定量下限	対象
A3d	トリクロルホン	トリクロルホン	LC-MS/MS	0.004 mg/kg	鶏卵
A3d	ヘルメトリン	cis-ヘルメトリン及び trans-ヘルメトリン	LC-MS/MS	0.05 mg/kg	鶏卵

表-1-4 検討した試験方法及び定量下限の概要(乳)

分類	物質	残留マーカー	試験方法	定量下限	対象 <sup>*1</sup>
A3c	セフロキシム	セフロキシム	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	牛乳
B1a	セフキノム	セフキノム	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	牛乳
B1a	ジクロキサリシ	ジクロキサリシ	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	牛乳
A3c	オルビフロキサシ	オルビフロキサシ	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	牛乳
B1a	タノフロキサシ	タノフロキサシ	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	牛乳
B1a	マルボフロキサシ	マルボフロキサシ	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	牛乳
A3d	ブロムフェノス	脱リン酸 ブロムフェノス	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	牛乳
A3d	トリクロホン	トリクロホン	LC-MS/MS	0.004 mg/kg	牛乳
B1b	オキシクロサニト	オキシクロサニト	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	牛乳

\*1:牛乳で試験法検討及び妥当性確認を実施し、山羊乳及び羊乳についても適用できることを確認した。

表-1-5 検討した試験方法及び定量下限の概要(魚)

分類	物質	残留マーカー	試験方法	定量下限	対象
A3f	オイゲノール	オイゲノール	GC-MS/MS	0.01 mg/kg	魚(筋肉及び皮)

表-1-6 検討した試験方法及び定量下限の概要(ケーシング)

分類	物質	残留マーカー	試験方法	定量下限	対象
A2b	ニフルソール	DNSH	LC-MS/MS	0.5 μg/kg	ケーシング

#### IV. 試験法の検討及び妥当性確認の詳細

##### 1. メドロキシプロゲステロン

###### 1) 適用組織

牛尿

###### 2) 測定対象物質

酢酸メドロキシプロゲステロン(MPA)

###### 3) 分析法の要旨

試料を $\beta$ -グルクロニダーゼで加水分解を行った後、オクタデシルシリル化シリカゲル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で精製し、液体クロマトグラフータンデム質量分析計で定量を行った。

###### 4) 妥当性評価

###### ① 選択性

牛尿においてブランク試料を本試験法に従って試験したところ、クロマトグラム上に酢酸メドロキシプロゲステロンの定量を妨害するピークが検出されないことを確認した。

###### ② 添加回収試験(真度及び精度)

牛尿の試料 5 mL に酢酸メドロキシプロゲステロンが 0.5  $\mu$ g/L となるように添加し、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は 1 日試行 2 回、5 日間実施した。

酢酸メドロキシプロゲステロンは牛尿について真度の目標値(70~120 %)及び精度の目標値(併行精度 30 %未満, 室内精度 35 %未満)を満たした。

また、内標準として用いたメドロキシプロゲステロン-d<sub>6</sub>17-アセテートの回収率は 40 %以上であった。

###### ③ 定量下限

定量下限相当添加の試料溶液から得られたピークの SN 比は、目標値(10 以上)を満たした。

###### ④ 要約

①~③の結果から、本試験法は牛尿を対象とした定量下限 0.5  $\mu$ g/L での残留分析法として妥当であると評価された。

## 2. クロラムフェニコール

### 1) 適用組織

牛尿

### 2) 測定対象物質

クロラムフェニコール (CP) (クロラムフェニコールグルクロン酸抱合体を含む)

### 3) 分析法の要旨

試料を $\beta$ -グルクロニダーゼで加水分解を行った後、ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラムで精製し、液体クロマトグラフータンデム質量分析計で定量を行った。

### 4) 妥当性評価

#### ① 選択性

牛尿においてブランク試料を本試験法に従って試験したところ、クロマトグラム上にクロラムフェニコールの定量を妨害するピークが検出されないことを確認した。

#### ② 添加回収試験(真度及び精度)

牛尿の試料 1 mL にクロラムフェニコールが 0.15  $\mu$ g/L となるように添加し、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は 1 日試行 2 回、5 日間実施した。

クロラムフェニコールは牛尿について真度の目標値(70~120 %)及び精度の目標値(併行精度 30 %未満, 室内精度 35 %未満)を満たした。

また、内標準として用いたクロラムフェニコール- $d_5$ の回収率は 40 %以上であった。

#### ③ 定量下限

定量下限相当添加の試料溶液から得られたピークの SN 比は、目標値(10 以上)を満たした。

#### ④ 要約

①~③の結果から、本試験法は牛尿を対象とした定量下限 0.15  $\mu$ g/L での残留分析法として妥当であると評価された。

### 3. ジメトリダゾール, メトロニダゾール, ロニダゾール及びイプロニダゾール

#### 3.1 牛筋肉

##### 1) 適用組織

牛筋肉

##### 2) 測定対象物質

ジメトリダゾール (DTZ)

メトロニダゾール (MNZ)

ロニダゾール (RNZ)

イプロニダゾール (INZ)

イプロニダゾールヒドロキシ代謝物: 1-メチル-2-(2'-ヒドロキシイソプロピル)-5-ニトロイミダゾール (INZO)

##### 3) 分析法の要旨

試料から目的物質をアセトンで抽出した。酢酸エチル及び酢酸の混液(95:5)で転溶し、強酸性陽イオン交換体ミニカラムで精製した後、液体クロマトグラフ-タンデム質量分析計で定量を行った。

##### 4) 妥当性評価

###### ① 選択性

牛筋肉においてブランク試料を本試験法に従って試験したところ、ジメトリダゾール、メトロニダゾール、ロニダゾール、イプロニダゾール及び1-メチル-2-(2'-ヒドロキシイソプロピル)-5-ニトロイミダゾールのいずれにおいても、クロマトグラム上に定量を妨害するピークが検出されないことを確認した。

###### ② 添加回収試験(真度及び精度)

牛筋肉の試料10 gにジメトリダゾール及びロニダゾールが各0.2  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、メトロニダゾール、イプロニダゾール及び1-メチル-2-(2'-ヒドロキシイソプロピル)-5-ニトロイミダゾールが各0.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ となるように添加し、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は1日試行2回、5日間実施した。

ジメトリダゾール、メトロニダゾール、ロニダゾール、イプロニダゾール及び1-メチル-2-(2'-ヒドロキシイソプロピル)-5-ニトロイミダゾールは牛筋肉についていずれも真度の目標値(70~120 %)及び精度の目標値(併行精度 30 %未満, 室内精度 35 %未満)を満たした。

また、内標準として用いたジメトリダゾール- $d_3$ 、メトロニダゾール- $d_4$ 、ロニダゾール- $d_3$ 、イプロニダゾール- $d_3$ 及び1-(メチル- $d_3$ )-2-(2'-ヒドロキシイソプロピル)-5-ニトロイミダゾールの回収率はいずれも 40 %以上であった。

③ 定量下限

定量下限相当添加の試料溶液から得られたピークの SN 比は、ジメトリダゾール、メトロニダゾール、ロニダゾール、イプロニダゾール及び 1-メチル-2-(2'-ヒドロキシイソプロピル)-5-ニトロイミダゾールのいずれの項目においても目標値(10 以上)を満たした。

④ 要約

①～③の結果から、本試験法は牛筋肉を対象とした、定量下限としてジメトリダゾール及びロニダゾールについては  $0.2 \mu\text{g}/\text{kg}$ 、メトロニダゾール、イプロニダゾール及び 1-メチル-2-(2'-ヒドロキシイソプロピル)-5-ニトロイミダゾールについては  $0.1 \mu\text{g}/\text{kg}$  での残留分析法として妥当であると評価された。

### 3.2 牛血清

#### 1) 適用組織

牛血清

#### 2) 測定対象物質

ジメトリダゾール (DTZ)

メトロニダゾール (MNZ)

ロニダゾール (RNZ)

ジメトリダゾールヒドロキシ代謝物及びロニダゾールヒドロキシ代謝物：2-ヒドロキシメチル-1-メチル-5-ニトロイミダゾール (HMMNI)

メトロニダゾールヒドロキシ代謝物：1-(2-ヒドロキシエチル)-2-ヒドロキシメチル-5-ニトロイミダゾール (MNZOH)

イプロニダゾール (INZ)

イプロニダゾールヒドロキシ代謝物：1-メチル-2-(2'-ヒドロキシイソプロピル)-5-ニトロイミダゾール (INZOH)

#### 3) 分析法の要旨

試料から目的物質を酢酸エチル及び酢酸の混液 (95:5) で抽出し、強酸性陽イオン交換体ミニカラムで精製した後、液体クロマトグラフータンデム質量分析計で定量を行った。

#### 4) 妥当性評価

##### ① 選択性

牛血清においてブランク試料を本試験法に従って試験したところ、ジメトリダゾール、メトロニダゾール、ロニダゾール、2-ヒドロキシメチル-1-メチル-5-ニトロイミダゾール、1-(2-ヒドロキシエチル)-2-ヒドロキシメチル-5-ニトロイミダゾール、イプロニダゾール及び1-メチル-2-(2'-ヒドロキシイソプロピル)-5-ニトロイミダゾールのいずれにおいても、クロマトグラム上に定量を妨害するピークが検出されないことを確認した。なお、2-ヒドロキシメチル-1-メチル-5-ニトロイミダゾールにおいては測定対象物質のピーク保持時間に検体由来のピークが検出されたが、定量下限の1/3未満であった。

##### ② 添加回収試験 (真度及び精度)

牛血清の試料 2 g にジメトリダゾール、ロニダゾール及び2-ヒドロキシメチル-1-メチル-5-ニトロイミダゾールが各 0.2  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、メトロニダゾール、1-(2-ヒドロキシエチル)-2-ヒドロキシメチル-5-ニトロイミダゾール、イプロニダゾール及び1-メチル-2-(2'-ヒドロキシイソプロピル)-5-ニトロイミダゾールが各 0.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$  となるように添加し、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は1日試行2回、5日間実施した。

ジメトリダゾール, メトロニダゾール, ロニダゾール, 2-ヒドロキシメチル-1-メチル-5-ニトロイミダゾール, 1-(2-ヒドロキシエチル)-2-ヒドロキシメチル-5-ニトロイミダゾール, イプロニダゾール及び1-メチル-2-(2'-ヒドロキシイソプロピル)-5-ニトロイミダゾールは牛血清についていずれも真度の目標値(70~120 %)及び精度の目標値(併行精度 30 %未満, 室内精度 35 %未満)を満たした。

また, 内標準として用いたジメトリダゾール-d<sub>3</sub>, メトロニダゾール-d<sub>4</sub>, ロニダゾール-d<sub>3</sub>, 2-ヒドロキシメチル-1-(メチル-d<sub>3</sub>)-5-ニトロイミダゾール, 1-(2-ヒドロキシエチル-d<sub>4</sub>)-2-ヒドロキシメチル-5-ニトロイミダゾール, イプロニダゾール-d<sub>3</sub>及び1-(メチル-d<sub>3</sub>)-2-(2'-ヒドロキシイソプロピル)-5-ニトロイミダゾールの回収率はいずれも 40 %以上であった。

### ③ 定量下限

定量下限相当添加の試料溶液から得られたピークのSN比は, ジメトリダゾール, メトロニダゾール, ロニダゾール, 2-ヒドロキシメチル-1-メチル-5-ニトロイミダゾール, 1-(2-ヒドロキシエチル)-2-ヒドロキシメチル-5-ニトロイミダゾール, イプロニダゾール及び1-メチル-2-(2'-ヒドロキシイソプロピル)-5-ニトロイミダゾールのいずれの項目においても目標値(10以上)を満たした。

### ④ 要約

①~③の結果から, 本試験法は牛血清を対象とした, 定量下限としてジメトリダゾール, ロニダゾール及び2-ヒドロキシメチル-1-メチル-5-ニトロイミダゾールについては 0.2  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , メトロニダゾール, 1-(2-ヒドロキシエチル)-2-ヒドロキシメチル-5-ニトロイミダゾール, イプロニダゾール及び1-メチル-2-(2'-ヒドロキシイソプロピル)-5-ニトロイミダゾールについては 0.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$  での残留分析法として妥当であると評価された。

#### 4. トリクロロホン

##### 1) 適用組織

牛筋肉  
鶏筋肉  
鶏卵  
牛乳  
山羊乳  
羊乳

##### 2) 測定対象物質

トリクロロホン

##### 3) 分析法の要旨

試料から目的物質をアセトニトリルで抽出と同時にヘキサン洗浄した。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、液体クロマトグラフータンデム質量分析計で定量を行った。

##### 4) 妥当性評価

###### ① 選択性

牛筋肉、鶏筋肉、鶏卵、牛乳、山羊乳及び羊乳においてブランク試料を本試験法に従って試験したところ、クロマトグラム上にトリクロロホン定量を妨害するピークが検出されないことを確認した。

###### ② 添加回収試験(真度及び精度)

牛筋肉、鶏卵及び牛乳の試料 5 g にトリクロロホンが 4  $\mu$ g/kg となるように添加し、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は 1 日試行 2 回、5 日間実施した。  
トリクロロホンは牛筋肉、鶏卵及び牛乳について、真度の目標値(70~120 %)及び精度の目標値(併行精度 25 %未満、室内精度 30 %未満)を満たした。

###### ③ 添加回収試験(真度)

鶏筋肉、山羊乳及び羊乳の試料 5 g にトリクロロホンが 4  $\mu$ g/kg となるように添加し、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は 1 日試行 5 回実施した。  
トリクロロホンは鶏筋肉、山羊乳及び羊乳について真度の目標値(70~120 %)を満たした。

###### ④ 定量下限

定量下限相当添加の試料溶液から得られたピークの SN 比は、目標値(10 以上)を満たした。

⑤ 要約

①～④の結果から，本試験法は牛筋肉，鶏筋肉，鶏卵，牛乳，山羊乳及び羊乳を対象とした定量下限  $4 \mu\text{g}/\text{kg}$  での残留分析法として妥当であると評価された。

## 5. ブロムフェノホス

### 1) 適用組織

牛筋肉  
牛乳  
山羊乳  
羊乳

### 2) 測定対象物質

ブロムフェノホス

脱リン酸ブロムフェノホス(塩基性条件下での加水分解により脱リン酸ブロムフェノホスに変換される代謝物を含む。)

### 3) 分析法の要旨

#### a) 牛筋肉

試料にアセトン及び水酸化ナトリウム溶液を加えて加熱し、ブロムフェノホス及び塩基性条件下での加水分解により脱リン酸ブロムフェノホスに変換される代謝物を脱リン酸ブロムフェノホスに変換した。酸性下、ヘキサンで転溶した後、水酸化ナトリウム溶液で転溶した。酸性下でヘキサン及び酢酸エチルの混液で転溶し、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、液体クロマトグラフータンデム質量分析計で定量を行った。

#### b) 牛乳、山羊乳及び羊乳

試料にアセトン及び水酸化ナトリウム溶液を加えて加熱し、ブロムフェノホス及び塩基性条件下での加水分解により脱リン酸ブロムフェノホスに変換される代謝物を脱リン酸ブロムフェノホスに変換した。塩基性下、ヘキサンで洗浄した後、酸性下、ヘキサンで転溶し、液体クロマトグラフータンデム質量分析計で定量を行った。

### 4) 妥当性評価

#### ① 選択性

牛筋肉、牛乳、山羊乳及び羊乳においてブランク試料を本試験法に従って試験したところ、クロマトグラム上にブロムフェノホス定量を妨害するピークが検出されないことを確認した。

#### ② 添加回収試験(真度及び精度)

牛筋肉の試料 20 g 及び牛乳の試料 10 g にブロムフェノホス及び脱リン酸ブロムフェノホスが各 10  $\mu$ g/kg となるように添加し、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は 1 日試行 2 回、5 日間実施した。

ブロムフェノホス及び脱リン酸ブロムフェノホスは牛筋肉及び牛乳についていずれも真度の目標値(70~120 %)及び精度の目標値(併行精度 25 %未満、室内精度 30 %未満)を満たした。

③ 添加回収試験(真度)

山羊乳及び羊乳の試料 10 g にブロムフェノホス及び脱リン酸ブロムフェノホスが各 10  $\mu$ g/kg となるように添加して、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は 1 日試行 5 回実施した。

ブロムフェノホス及び脱リン酸ブロムフェノホスは山羊乳及び羊乳について真度の目標値(70~120 %)を満たした。

④ 定量下限

定量下限相当添加の試料溶液から得られたピークの SN 比は、目標値(10 以上)を満たした。

⑤ 要約

①~④の結果から、本試験法は牛筋肉、牛乳、山羊乳及び羊乳を対象とした定量下限 10  $\mu$ g/kg での残留分析法として妥当であると評価された。

## 6. セフキノム、セフロキシム及びジクロキサシリン

### 6.1 牛腎臓及び牛筋肉(セフキノム)

#### 1) 適用組織

牛腎臓

牛筋肉

#### 2) 測定対象物質

セフキノム (CEQ)

#### 3) 分析法の要旨

試料から目的物質をアセトン及びリン酸塩緩衝液 (pH6.0) の混液 (1:1) で抽出した。クロロホルム洗浄し、ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラムで精製した後、液体クロマトグラフータンデム質量分析計で定量を行った。

#### 4) 妥当性評価

##### ① 選択性

牛腎臓及び牛筋肉においてブランク試料を本試験法に従って試験したところ、クロマトグラム上にセフキノムの定量を妨害するピークが検出されないことを確認した。

##### ② 添加回収試験(真度及び精度)

牛腎臓及び牛筋肉の試料 5 g にセフキノムが各 10  $\mu$ g/kg となるように添加し、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は 1 日試行 2 回、5 日間実施した。

セフキノムは牛腎臓及び牛筋肉について真度の目標値 (70~120 %) 及び精度の目標値 (併行精度 25 %未満, 室内精度 30 %未満) を満たした。

また、内標準として用いたセフキノム- $d_7$  の回収率は 40 %以上であった。

##### ③ 定量下限

定量下限相当添加の試料溶液から得られたピークの SN 比は、目標値 (10 以上) を満たした。

##### ④ 要約

①~③の結果から、本試験法は牛腎臓及び牛筋肉を対象とした定量下限 10  $\mu$ g/kg での残留分析法として妥当であると評価された。

## 6.2 乳(セフキノム, セフロキシム及びジクロキサシリン)

### 1) 適用組織

牛乳

山羊乳

羊乳

### 2) 測定対象物質

セフキノム(CEQ), セフロキシム(CXM)及びジクロキサシリン(DCX)

### 3) 分析法の要旨

試料から目的物質をリン酸塩緩衝液(pH8.0)で抽出した。ヘキサン洗浄し、ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラムで精製した後、液体クロマトグラフータンデム質量分析計で定量を行った。

### 4) 妥当性評価

#### ① 選択性

牛乳, 山羊乳及び羊乳においてブランク試料を本試験法に従って試験したところ, セフキノム, セフロキシム及びジクロキサシリンのいずれにおいても, クロマトグラム上に定量を妨害するピークが検出されないことを確認した。

#### ② 添加回収試験(真度及び精度)

牛乳の試料 5 g にセフキノム, セフロキシム及びジクロキサシリンが各 10  $\mu$ g/kg となるように添加し, 本試験法に従って操作を行った。なお, 試験は 1 日試行 2 回, 5 日間実施した。

セフキノム, セフロキシム及びジクロキサシリンは牛乳についていずれも真度の目標値(70~120 %)及び精度の目標値(併行精度 25 %未満, 室内精度 30 %未満)を満たした。

また, 内標準として用いたセフキノム- $d_7$ , セフロキシム- $d_3$ 及びジクロキサシリン- $^{13}C_4$ の回収率はいずれも 40 %以上であった。

#### ③ 添加回収試験(真度)

山羊乳及び羊乳の試料 5 g にセフキノム, セフロキシム及びジクロキサシリンが各 10  $\mu$ g/kg となるように添加して, 本試験法に従って操作を行った。なお, 試験は 1 日試行 5 回実施した。

セフキノム, セフロキシム及びジクロキサシリンは山羊乳及び羊乳についていずれも真度の目標値(70~120 %)を満たした。

また, 内標準として用いたセフキノム- $d_7$ , セフロキシム- $d_3$ 及びジクロキサシリン- $^{13}C_4$ の回収率はいずれも 40 %以上であった。

④ 定量下限

定量下限相当添加の試料溶液から得られたピークの SN 比は、セフキノム、セフロキシム及びジクロキサシリンのいずれの項目においても目標値(10 以上)を満たした。

⑤ 要約

①～④の結果から、本試験法は牛乳、山羊乳及び羊乳を対象とした定量下限 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$  での残留分析法として妥当であると評価された。

## 7. セフチオフル

### 1) 適用組織

牛腎臓

牛筋肉

### 2) 測定対象物質

セフチオフル

デスフロイルセフチオフル

ジチオエリスリトールによりデスフロイルセフチオフルに変換される代謝物

### 3) 分析法の要旨

試料から目的物質をジチオエリスリトール・ホウ酸緩衝液で抽出し、加温してセフチオフル及びその代謝物をデスフロイル化した。ヨードアセトアミド・リン酸緩衝液を加えて放置し、デスフロイルセフチオフルアセトアミドに誘導した後、ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラムで精製し、液体クロマトグラフータンデム質量分析計で定量を行った。

### 4) 妥当性評価

#### ① 選択性

牛腎臓及び牛筋肉においてブランク試料を本試験法に従って試験したところ、クロマトグラム上にデスフロイルセフチオフルの定量を妨害するピークが検出されないことを確認した。

#### ② 添加回収試験(真度及び精度)

牛腎臓及び牛筋肉の試料 5 g にデスフロイルセフチオフルが 100  $\mu$ g/kg となるようにセフチオフルを添加し、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は 1 日試行 2 回、5 日間実施した。

デスフロイルセフチオフルは牛腎臓及び牛筋肉について真度の目標値(70~120 %)及び精度の目標値(併行精度 15 %未満, 室内精度 20 %未満)を満たした。

#### ③ 定量下限

定量下限相当添加の試料溶液から得られたピークの SN 比は、目標値(10 以上)を満たした。

#### ④ 要約

①~③の結果から、本試験法は牛腎臓及び牛筋肉を対象とした定量下限 100  $\mu$ g/kg での残留分析法として妥当であると評価された。

## 8. コリスチン

### 1) 適用組織

牛腎臓

牛筋肉

### 2) 測定対象物質

コリスチン A (CL-A)

コリスチン B (CL-B)

### 3) 分析法の要旨

試料から目的物質を 1 mol/L 塩酸で抽出した。ヘキサン洗浄し、ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラムで精製した後、液体クロマトグラフータンデム質量分析計で定量を行った。

### 4) 妥当性評価

#### ① 選択性

牛腎臓及び牛筋肉においてブランク試料を本試験法に従って試験したところ、コリスチン A 及びコリスチン B のいずれにおいても、クロマトグラム上に定量を妨害するピークが検出されないことを確認した。

#### ② 添加回収試験(真度及び精度)

牛腎臓及び牛筋肉の試料 5 g にコリスチン A 及びコリスチン B が各 25  $\mu$ g/kg となるように添加し、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は 1 日試行 2 回、5 日間実施した。

コリスチン A 及びコリスチン B は牛腎臓及び牛筋肉について真度の目標値 (70~120 %) 及び精度の目標値 (併行精度 15 %未満, 室内精度 20 %未満) を満たした。

#### ③ 定量下限

定量下限相当添加の試料溶液から得られたピークの SN 比は、コリスチン A 及びコリスチン B のいずれの項目においても目標値 (10 以上) を満たした。

#### ④ 要約

①~③の結果から、本試験法は牛腎臓及び牛筋肉を対象とした定量下限 50  $\mu$ g/kg での残留分析法として妥当であると評価された。

## 9. ガミスロマイシン

### 1) 適用組織

牛肝臓

牛筋肉

### 2) 測定対象物質

ガミスロマイシン

### 3) 分析法の要旨

試料から目的物質をクエン酸緩衝液 (pH4.0) 及びメタノールの混液 (1:1) で抽出した。ヘキサン洗浄し、ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラムで精製した後、液体クロマトグラフータンデム質量分析計で定量を行った。

### 4) 妥当性評価

#### ① 選択性

牛肝臓及び牛筋肉においてブランク試料を本試験法に従って試験したところ、クロマトグラム上にガミスロマイシンの定量を妨害するピークが検出されないことを確認した。

#### ② 添加回収試験 (真度及び精度)

牛肝臓及び牛筋肉の試料 5 g にガミスロマイシンが 10  $\mu$ g/kg となるように添加し、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は 1 日試行 2 回、5 日間実施した。

ガミスロマイシンは牛肝臓及び牛筋肉について真度の目標値 (70~120 %) 及び精度の目標値 (併行精度 25 %未満, 室内精度 30 %未満) を満たした。

#### ③ 定量下限

定量下限相当添加の試料溶液から得られたピークの SN 比は、目標値 (10 以上) を満たした。

#### ④ 要約

①~③の結果から、本試験法は牛肝臓及び牛筋肉を対象とした定量下限 10  $\mu$ g/kg での残留分析法として妥当であると評価された。

## 10. エプリノメクチン

### 1) 適用組織

牛肝臓

牛筋肉

### 2) 測定対象物質

エプリノメクチン B1a

### 3) 分析法の要旨

試料から目的物質をメタノールで抽出した。グラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムで精製した後、液体クロマトグラフータンデム質量分析計で定量を行った。

### 4) 妥当性評価

#### ① 選択性

牛肝臓及び牛筋肉においてブランク試料を本試験法に従って試験したところ、クロマトグラム上にエプリノメクチン B1a の定量を妨害するピークが検出されないことを確認した。

#### ② 添加回収試験(真度及び精度)

牛肝臓及び牛筋肉の試料 10 g にエプリノメクチン B1a が各 10  $\mu$ g/kg となるように添加し、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は 1 日試行 2 回、5 日間実施した。

エプリノメクチン B1a は牛肝臓及び牛筋肉について、真度の目標値(70~120 %)及び精度の目標値(併行精度 25 %未満, 室内精度 30 %未満)を満たした。

#### ③ 定量下限

定量下限相当添加の試料溶液から得られたピークの SN 比は、目標値(10 以上)を満たした。

#### ④ 要約

①~③の結果から、本試験法は牛肝臓及び牛筋肉を対象とした定量下限 10  $\mu$ g/kg での残留分析法として妥当であると評価された。

## 11. レバミゾール及びオキシクロザニド

### 11.1 牛肝臓及び牛筋肉(レバミゾール及びオキシクロザニド)

#### 1) 適用組織

牛肝臓  
牛筋肉

#### 2) 測定対象物質

レバミゾール(LEV)  
オキシクロザニド(OCZ)

#### 3) 分析法の要旨

試料から目的物質をヘキサン飽和アセトニトリルで抽出し、ヘキサンで洗浄を行った。その後、液体クロマトグラフータンデム質量分析計で定量を行った。

#### 4) 妥当性評価

##### ① 選択性

牛肝臓及び牛筋肉においてブランク試料を本試験法に従って試験したところ、レバミゾール及びオキシクロザニドのいずれにおいても、クロマトグラム上に定量を妨害するピークが検出されないことを確認した。なお、牛肝臓においてはオキシクロザニドのピーク保持時間に検体由来のピークが検出されたが、定量下限の1/3未満であった。

##### ② 添加回収試験(真度及び精度)

牛肝臓及び牛筋肉の試料5gにレバミゾールが5 $\mu$ g/kg、オキシクロザニドが10 $\mu$ g/kgとなるように添加し、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は1日試行2回、5日間実施した。

レバミゾール及びオキシクロザニドは牛肝臓及び牛筋肉についていずれも真度の目標値(70~120%)及び精度の目標値(併行精度25%未満、室内精度30%未満)を満たした。

##### ③ 定量下限

定量下限相当添加の試料溶液から得られたピークのSN比は、レバミゾール及びオキシクロザニドのいずれの項目においても目標値(10以上)を満たした。

##### ④ 要約

①~③の結果から、本試験法は牛肝臓及び牛筋肉を対象とした、定量下限としてレバミゾールについては5 $\mu$ g/kg、オキシクロザニドについては10 $\mu$ g/kgでの残留分析法として妥当であると評価された。

## 11.2 乳(オキシクロザニド)

### 1) 適用組織

牛乳  
山羊乳  
羊乳

### 2) 測定対象物質

オキシクロザニド

### 3) 分析法の要旨

試料から目的物質をヘキサン飽和アセトニトリルで抽出し、ヘキサンで洗浄を行った。その後、液体クロマトグラフータンデム質量分析計で定量を行った。

### 4) 妥当性評価

#### ① 選択性

牛乳、山羊乳及び羊乳においてブランク試料を本試験法に従って試験したところ、クロマトグラム上にオキシクロザニドの定量を妨害するピークが検出されないことを確認した。

#### ② 添加回収試験(真度及び精度)

牛乳の試料 5 g にオキシクロザニドが 10  $\mu$ g/kg となるように添加し、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は 1 日試行 2 回、5 日間実施した。

オキシクロザニドは牛乳について真度の目標値(70~120 %)及び精度の目標値(併行精度 25 %未満、室内精度 30 %未満)を満たした。

#### ③ 添加回収試験(真度)

山羊乳及び羊乳の試料 5 g にオキシクロザニドが 10  $\mu$ g/kg となるように添加して、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は 1 日試行 5 回実施した。

オキシクロザニドは山羊乳及び羊乳についていずれも真度の目標値(70~120 %)を満たした。

#### ④ 定量下限

定量下限相当添加の試料溶液から得られたピークの SN 比は、目標値(10 以上)を満たした。

#### ⑤ 要約

①~④の結果から、本試験法は牛乳、山羊乳及び羊乳を対象とした定量下限 10  $\mu$ g/kg での残留分析法として妥当であると評価された。

## 12. フルニキシシ

### 1) 適用組織

牛肝臓

牛筋肉

### 2) 測定対象物質

フルニキシシ

### 3) 分析法の要旨

試料から目的物質をアセトニトリルで抽出と同時にヘキサン洗浄した。液体クロマトグラフータンデム質量分析計で定量を行った。

### 4) 妥当性評価

#### ① 選択性

牛肝臓及び牛筋肉においてブランク試料を本試験法に従って試験したところ、クロマトグラム上にフルニキシシ定量を妨害するピークが検出されないことを確認した。

#### ② 添加回収試験(真度及び精度)

牛肝臓及び牛筋肉の試料 5 g にフルニキシシが 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$  となるように添加し、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は 1 日試行 2 回、5 日間実施した。

フルニキシシは牛肝臓及び牛筋肉について真度の目標値(70~120 %)及び精度の目標値(併行精度 25 %未満, 室内精度 30 %未満)を満たした。

#### ③ 定量下限

定量下限相当添加の試料溶液から得られたピークの SN 比は、目標値(10 以上)を満たした。

#### ④ 要約

①~③の結果から、本試験法は牛肝臓及び牛筋肉を対象とした定量下限 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$  での残留分析法として妥当であると評価された。

### 13. ミロサマイシン

#### 1) 適用組織

鶏腎臓

鶏筋肉

#### 2) 測定対象物質

ミロサマイシン

#### 3) 分析法の要旨

試料から目的物質をクエン酸緩衝液 (pH4.0) 及びメタノールの混液 (1:1) で抽出した。ヘキサン洗浄し、ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラムで精製した後、液体クロマトグラフータンデム質量分析計で定量を行った。

#### 4) 妥当性評価

##### ① 選択性

鶏腎臓及び鶏筋肉においてブランク試料を本試験法に従って試験したところ、クロマトグラム上にミロサマイシンの定量を妨害するピークが検出されないことを確認した。

##### ② 添加回収試験 (真度及び精度)

鶏腎臓及び鶏筋肉の試料 5 g にミロサマイシンが 10  $\mu$ g/kg となるように添加し、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は 1 日試行 2 回、5 日間実施した。

ミロサマイシンは鶏腎臓及び鶏筋肉について真度の目標値 (70~120 %) 及び精度の目標値 (併行精度 25 %未満, 室内精度 30 %未満) を満たした。

##### ③ 定量下限

定量下限相当添加の試料溶液から得られたピークの SN 比は、目標値 (10 以上) を満たした。

##### ④ 要約

①~③の結果から、本試験法は鶏腎臓及び鶏筋肉を対象とした定量下限 10  $\mu$ g/kg での残留分析法として妥当であると評価された。

#### 14. グリカルピラミド

##### 1) 適用組織

鶏肝臓

鶏筋肉

##### 2) 測定対象物質

グリカルピラミド

##### 3) 分析法の要旨

試料から目的物質を塩酸で抽出した。スルホン酸塩修飾ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラムで精製した後、液体クロマトグラフータンデム質量分析計で定量を行った。

##### 4) 妥当性評価

###### ① 選択性

鶏肝臓及び鶏筋肉においてブランク試料を本試験法に従って試験したところ、クロマトグラム上にグリカルピラミドの定量を妨害するピークが検出されないことを確認した。

###### ② 添加回収試験(真度及び精度)

鶏肝臓及び鶏筋肉の試料 5 g にグリカルピラミドが 10  $\mu$ g/kg となるように添加し、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は 1 日試行 2 回、5 日間実施した。

グリカルピラミドは鶏肝臓及び鶏筋肉について真度の目標値(70~120 %)及び精度の目標値(併行精度 25 %未満, 室内精 30 %未満)を満たした。

###### ③ 定量下限

定量下限相当添加の試料溶液から得られたピークの SN 比は、目標値(10 以上)を満たした。

###### ④ 要約

①~③の結果から、本試験法は鶏肝臓及び鶏筋肉を対象とした定量下限 10  $\mu$ g/kg での残留分析法として妥当であると評価された。

## 15. シフルトリン

### 1) 適用組織

鶏脂肪

### 2) 測定対象物質

シフルトリン各異性体

### 3) 分析法の要旨

試料から目的物質をアセトニトリルで抽出した。ジルコニアコート化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、液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計で定量を行った。

### 4) 妥当性評価

#### ① 選択性

鶏脂肪においてブランク試料を本試験法に従って試験したところ、クロマトグラム上にシフルトリン定量を妨害するピークが検出されないことを確認した。

#### ② 添加回収試験(真度及び精度)

鶏脂肪の試料 1 g にシフルトリンが 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$  となるように添加し、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は 1 日試行 2 回、5 日間実施した。

シフルトリンは鶏脂肪について真度の目標値(70~120 %)及び精度の目標値(併行精度 25 %未満, 室内精度 30 %未満)を満たした。

#### ③ 定量下限

定量下限相当添加の試料溶液から得られたピークの SN 比は、目標値(10 以上)を満たした。

#### ④ 要約

①~③の結果から、本試験法は鶏脂肪を対象とした定量下限 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$  での残留分析法として妥当であると評価された。

## 16. ペルメトリン

### 1) 適用組織

鶏卵

### 2) 測定対象物質

*cis*-ペルメトリン及び *trans*-ペルメトリン

### 3) 分析法の要旨

試料から目的物質をアセトンで抽出した。ジルコニアコート化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、液体クロマトグラフータンデム質量分析計で定量を行った。

### 4) 妥当性評価

#### ① 選択性

鶏卵においてブランク試料を本試験法に従って試験したところ、クロマトグラム上にペルメトリン定量を妨害するピークが検出されないことを確認した。

#### ② 添加回収試験(真度及び精度)

鶏卵の試料 10 g にペルメトリンが 50  $\mu$ g/kg となるように添加し、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は 1 日試行 2 回、5 日間実施した。

ペルメトリンは鶏卵について真度の目標値(70~120 %)及び精度の目標値(併行精度 15 %未満, 室内精度 20 %未満)を満たした。

#### ③ 定量下限

定量下限相当添加の試料溶液から得られたピークの SN 比は、目標値(10 以上)を満たした。

#### ④ 要約

①~③の結果から、本試験法は鶏卵を対象とした定量下限 50  $\mu$ g/kg での残留分析法として妥当であると評価された。

## 17. オルビフロキサシン，ダノフロキサシン及びマルボフロキサシン

### 1) 適用組織

牛乳

山羊乳

羊乳

### 2) 測定対象物質

オルビフロキサシン(OBFX)

ダノフロキサシン(DNFX)

マルボフロキサシン(MBFX)

### 3) 分析法の要旨

試料から目的物質を0.2%メタリン酸及びアセトニトリルの混液(3:2)で抽出し、ジビニルベンゼン-*N*-ビニルピロリドン共重合体ミニカラムで精製した後、液体クロマトグラフータンデム質量分析計で定量を行った。

### 4) 妥当性評価

#### ① 選択性

牛乳、山羊乳及び羊乳においてブランク試料を本試験法に従って試験したところ、オルビフロキサシン、ダノフロキサシン及びマルボフロキサシンのいずれにおいても、クロマトグラム上に定量を妨害するピークが検出されないことを確認した。

#### ② 添加回収試験(真度及び精度)

牛乳の試料5gにオルビフロキサシン、ダノフロキサシン及びマルボフロキサシンが各10 µg/kgとなるように添加し、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は1日試行2回、5日間実施した。

オルビフロキサシン、ダノフロキサシン及びマルボフロキサシンは牛乳についていずれも真度の目標値(70~120%)及び精度の目標値(併行精度25%未満、室内精度30%未満)を満たした。

#### ③ 添加回収試験(真度)

山羊乳及び羊乳の試料5gにオルビフロキサシン、ダノフロキサシン及びマルボフロキサシンが各10 µg/kgとなるように添加して、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は1日試行5回実施した。

オルビフロキサシン、ダノフロキサシン及びマルボフロキサシンは山羊乳及び羊乳についていずれも真度の目標値(70~120%)を満たした。

④ 定量下限

定量下限相当添加の試料溶液から得られたピークの SN 比は、オルビフロキサシン、ダノフロキサシン及びマルボフロキサシンのいずれの項目においても目標値(10 以上)を満たした。

⑤ 要約

①～④の結果から、本試験法は牛乳、山羊乳及び羊乳を対象とした定量下限 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$  での残留分析法として妥当であると評価された。

## 18. オイゲノール

### 1) 適用組織

魚(筋肉及び皮)

### 2) 測定対象物質

オイゲノール

### 3) 分析法の要旨

試料から目的物質をアセトニトリルで抽出した。オクタデシルシリル化シリカゲル/トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムで精製した後、ガスクロマトグラフータンデム質量分析計で定量を行った。

### 4) 妥当性評価

#### ① 選択性

魚(筋肉及び皮)においてブランク試料を本試験法に従って試験したところ、クロマトグラム上にオイゲノールの定量を妨害するピークが検出されないことを確認した。なお、測定対象物質のピーク保持時間に検体由来のピークが検出されたが、定量下限の1/3未満であった。

#### ② 添加回収試験(真度及び精度)

魚(筋肉及び皮)の試料2gにオイゲノールが10  $\mu\text{g}/\text{kg}$  となるように添加し、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は1日試行2回、5日間実施した。

オイゲノールは魚(筋肉及び皮)について真度の目標値(70~120%)及び精度の目標値(併行精度25%未満、室内精度30%未満)を満たした。

また、内標準として用いたオイゲノール- $\text{d}_3$ の回収率は40%以上であった。

#### ③ 定量下限

定量下限相当添加の試料溶液から得られたピークのSN比は、目標値(10以上)を満たした。

#### ④ 要約

①~③の結果から、本試験法は魚(筋肉及び皮)を対象とした定量下限10  $\mu\text{g}/\text{kg}$  での残留分析法として妥当であると評価された。

## 19. ニフルソール

### 1) 適用組織

ケーシング

### 2) 測定対象物質

DNSH : 3,5-ジニトロサリチル酸ヒドラジド

### 3) 分析法の要旨

試料から目的物質を塩酸で抽出した。o-ニトロベンズアルデヒドで誘導体化した後、酢酸エチルで転溶し、液体クロマトグラフータンデム質量分析計で定量を行った。

### 4) 妥当性評価

#### ① 選択性

ケーシングにおいてブランク試料を本試験法に従って試験したところ、クロマトグラム上に DNSH の定量を妨害するピークが検出されないことを確認した。

#### ② 添加回収試験(真度及び精度)

ケーシングの試料 5 g に DNSH が 0.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$  となるように添加し、本試験法に従って操作を行った。なお、試験は 1 日試行 2 回、5 日間実施した。

DNSH はケーシングについて真度の目標値(70~120 %)及び精度の目標値(併行精度 30 %未満, 室内精度 35 %未満)を満たした。

また、内標準として用いた DNSH- $^{13}\text{C}_6$  の回収率は 40 %以上であった。

#### ③ 定量下限

定量下限相当添加の試料溶液から得られたピークの SN 比は、目標値(10 以上)を満たした。

#### ④ 要約

①~③の結果から、本試験法はケーシングを対象とした定量下限 0.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$  での残留分析法として妥当であると評価された。