

令和 6 年度
輸出環境整備緊急対策委託事業
(農畜水産物のモニタリング検査法の
確立事業)
報告書（概要版）

令和 8 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	3
IV. 試験法の検討及び妥当性確認の詳細	
1. デキサメタゾン及びメチルテストステロン	5
2. クロラムフェニコール	7
3. マラカイトグリーン, ロイコマラカイトグリーン, クリスタルバイオレット及び ロイコクリスタルバイオレット	8
4. AHD, AMOZ, AOZ, SEM 及び DNSH	9
5. クロルプロマジン	10
6. 塩化ジデシルジメチルアンモニウム	11
7. ヘプタクロル, ヘプタクロルエポキシド, アルドリン, ディルドリン及び 総 DDT	12
8. ナナフロシン	14
9. ビコザマイシン	15
10. ジメトリダゾール (親物質), メトロニダゾール (親物質), ロニダゾール (親物 質), イプロニダゾール (親物質) 及びイプロニダゾール (代謝物)	16
11. セフロキシム	18
12. オイゲノール	19

令和 6 年度輸出環境整備緊急対策委託事業
(農畜水産物のモニタリング検査法の確立事業)
報告書 (概要版)

I. 目的

農林水産物の輸出においては輸出先の規制に対応する必要があり，輸出拡大を実現するためには規制に対応するための環境整備が重要となっている。また，EU 等の輸出先国・地域の中には，農畜水産物中の農薬，動物用医薬品等の残留物質等のモニタリング検査の実施を輸出の要件の1つとする場合もあり，輸出先国・地域の規則に基づきモニタリング検査を実施している。

モニタリング検査の実施に当たっては，輸出先国・地域の求める検査対象・品目を含める必要があり，また，検査法の水準も規則で定められていることが多く，それらを満たした検査法を確立した上で実施する必要がある。

そのため，本事業においては，モニタリング検査の実施に当たり必要となる検査法を確立することを目的とする。

II. 事業内容

本事業においては，次の(1)から(3)までに掲げる内容を実施する。

(1) 検査法の検討

表-1に掲げる成分，Matrix 及び目標とする定量下限の組合せで，試験法の検討を実施する。

(2) 検査法の妥当性確認

確立した検査法について，EU 規則(EU 2021/808 等)に基づいた添加回収試験等による室内の妥当性確認を実施する。

(3) 報告

以下の報告書等について本事業終了までに監督職員に提出する。

(提出する報告書等)

① 事業成果報告書(詳細版)：本事業で確立した検査法の詳細として，検査法の使用する機器や手技，収集した試験結果や検量線等のデータも含めてまとめたもの。また，実施過程で作成した資料なども添付する。

② 事業成果報告書(概要版)：本事業で確立した検査法の概要として，対象組織，対象物質，検査法の分析方法，妥当性評価(選択性，添加回収試験結果，評価結果)をまとめたもの。

(提出方法)

・電子メールにてファイル等を監督職員に送付する。

- ・電子媒体(CD-R 又はDVD-R)1部

表-1 試験法の検討を実施する成分, Matrix, 目標定量下限及び対象

	分類	成分	Matrix	目標定量下限	対象
1	A1c	デキサメタゾン	筋肉及び皮	0.05 μ g/kg	ウナギ
2	A1c	メチルテストステロン	筋肉及び皮	1 μ g/kg	ウナギ
3	A2a	クロラムフェニコール	筋肉及び皮	0.15 μ g/kg	ウナギ
4	A3a	マラカイトグリーン	筋肉及び皮	0.5 μ g/kg	ウナギ
5	A3a	ロイコマラカイトグリーン	筋肉及び皮	0.5 μ g/kg	ウナギ
6	A3a	クリスタルバイオレット	筋肉及び皮	0.5 μ g/kg	ウナギ
7	A3a	ロイコクリスタルバイオレット	筋肉及び皮	0.5 μ g/kg	ウナギ
8	A2b	AHD	血清	0.5 μ g/kg	牛
9	A2b	AMOZ	血清	0.5 μ g/kg	牛
10	A2b	AOZ	血清	0.5 μ g/kg	牛
11	A2b	SEM	血清	0.5 μ g/kg	牛
12	A2b	DNSH	血清	0.5 μ g/kg	牛
13	A2d	クロルプロマジン	血清	0.1 μ g/kg	牛
14	A3b	塩化ジテシルジメチルアンモニウム	筋肉	0.01 mg/kg	牛
15	農薬	ヘパタクロル	筋肉及び皮	0.005 mg/kg	ウナギ
16	農薬	ヘパタクロルエホキシド	筋肉及び皮	0.005 mg/kg	ウナギ
17	農薬	アルドリノ	筋肉及び皮	0.005 mg/kg	ウナギ
18	農薬	ディルトリン	筋肉及び皮	0.005 mg/kg	ウナギ
19	農薬	総 DDT	筋肉及び皮	0.01 mg/kg	ウナギ
20	A3c	ナフロシン	腎臓	0.01 mg/kg	牛
21	A3c	ナフロシン	筋肉	0.01 mg/kg	牛
22	A3c	ヒコサマイシン	腎臓	0.01 mg/kg	牛
23	A3c	ヒコサマイシン	筋肉	0.01 mg/kg	牛
24	A2c	ジメトリタゾール(親物質)	卵	0.2 μ g/kg	家きん
25	A2c	メトロニタゾール(親物質)	卵	0.1 μ g/kg	家きん
26	A2c	ロニタゾール(親物質)	卵	0.2 μ g/kg	家きん
27	A2c	イプロニタゾール(親物質)	卵	0.1 μ g/kg	家きん
28	A2c	イプロニタゾール(代謝物)	卵	0.1 μ g/kg	家きん
29	A3c	セフロキシム	筋肉	0.01 mg/kg	牛
30	A3c	セフロキシム	腎臓	0.01 mg/kg	牛
31	A3f	オイゲノール	筋肉及び皮	0.01 mg/kg	ウナギ

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ウナギ、牛筋肉、牛腎臓及び家きん卵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、牛血液試料は農林水産省を通じて提供された。

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。

表-1-1 検討した試験方法及び定量下限の概要(ウナギ)

分類	物質	残留マーカ―	試験方法	定量下限 (LOQ)	対象
A1c	デキサメタゾン	デキサメタゾン	LC-MS/MS	0.05 μ g/kg	ウナギ(筋肉及び皮)
A1c	メチルテストステロン	メチルテストステロン	LC-MS/MS	1 μ g/kg	ウナギ(筋肉及び皮)
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 μ g/kg	ウナギ(筋肉及び皮)
A3a	マラカイトグリーン	マラカイトグリーン	LC-MS/MS	0.5 μ g/kg	ウナギ(筋肉及び皮)
A3a	ロイコマラカイトグリーン	ロイコマラカイトグリーン	LC-MS/MS	0.5 μ g/kg	ウナギ(筋肉及び皮)
A3a	クリスタルバイオレット	クリスタルバイオレット	LC-MS/MS	0.5 μ g/kg	ウナギ(筋肉及び皮)
A3a	ロイコクリスタルバイオレット	ロイコクリスタルバイオレット	LC-MS/MS	0.5 μ g/kg	ウナギ(筋肉及び皮)
農薬	ヘプタクロル	ヘプタクロル	GC	0.005 mg/kg (5 μ g/kg)	ウナギ(筋肉及び皮)
農薬	ヘプタクロルエポキシド	ヘプタクロルエポキシド	GC	0.005 mg/kg (5 μ g/kg)	ウナギ(筋肉及び皮)
農薬	アルトリン	アルトリン	GC	0.005 mg/kg (5 μ g/kg)	ウナギ(筋肉及び皮)
農薬	デイルトリン	デイルトリン	GC	0.005 mg/kg (5 μ g/kg)	ウナギ(筋肉及び皮)
農薬	総 DDT	pp'-DDT, op'-DDT, pp'-DDE 及び pp'-DDD	GC	0.01 mg/kg (10 μ g/kg)	ウナギ(筋肉及び皮)
A3f	オイゲノール	オイゲノール	GC-MS/MS	0.01 mg/kg (10 μ g/kg)	ウナギ(筋肉及び皮)

表-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 (LOQ)	対象
A2b	AHD	AHD	LC-MS/MS	0.5 μ g/kg	牛(血清)
A2b	AMOZ	AMOZ	LC-MS/MS	0.5 μ g/kg	牛(血清)
A2b	AOZ	AOZ	LC-MS/MS	0.5 μ g/kg	牛(血清)
A2b	SEM	SEM	LC-MS/MS	0.5 μ g/kg	牛(血清)
A2b	DNSH	DNSH	LC-MS/MS	0.5 μ g/kg	牛(血清)
A2d	クロルプロマジン	クロルプロマジン	LC-MS/MS	0.1 μ g/kg	牛(血清)
A3b	塩化ジテシルジメチルアンモニウム	塩化ジテシルジメチルアンモニウム(C8, C10, C12 のアルキル鎖を持つアルキル四級アンモニウム塩の混合物)	LC-MS/MS	0.01 mg/kg (10 μ g/kg)	牛(筋肉)
A3c	ナフロシン	ナフロシン	LC-MS/MS	0.01 mg/kg (10 μ g/kg)	牛(腎臓)
A3c	ナフロシン	ナフロシン	LC-MS/MS	0.01 mg/kg (10 μ g/kg)	牛(筋肉)
A3c	ヒコサマイシン	ヒコサマイシン	LC-MS/MS	0.01 mg/kg (10 μ g/kg)	牛(腎臓)
A3c	ヒコサマイシン	ヒコサマイシン	LC-MS/MS	0.01 mg/kg (10 μ g/kg)	牛(筋肉)
A3c	セフロキシム	セフロキシム	LC-MS/MS	0.01 mg/kg (10 μ g/kg)	牛(筋肉)
A3c	セフロキシム	セフロキシム	LC-MS/MS	0.01 mg/kg (10 μ g/kg)	牛(腎臓)

表-1-3 検討した試験方法及び定量下限の概要(家きん)

分類	物質	残留マーカ	試験方法	定量下限 (LOQ)	対象
A2c	ジメトリタゾール (親物質)	ジメトリタゾール	LC-MS/MS	0.2 μ g/kg	家きん (卵)
A2c	メトロニタゾール (親物質)	メトロニタゾール	LC-MS/MS	0.1 μ g/kg	家きん (卵)
A2c	ロニタゾール (親物質)	ロニタゾール	LC-MS/MS	0.2 μ g/kg	家きん (卵)
A2c	イプロニタゾール (親物質)	イプロニタゾール	LC-MS/MS	0.1 μ g/kg	家きん (卵)
A2c	イプロニタゾール (代謝物)	イプロニタゾール (代謝物)	LC-MS/MS	0.1 μ g/kg	家きん (卵)

IV. 試験法の検討及び妥当性確認の詳細

1. デキサメタゾン及びメチルテストステロン

1) 対象組織

ウナギ(筋肉及び皮)

2) 測定対象物質

デキサメタゾン(DMS)

メチルテストステロン(MeTES)

3) 分析法の要旨

試料から測定対象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。グラファイトカーボン/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、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

ウナギ(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、いずれの測定対象物質においても、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)

ウナギ(筋肉及び皮)の試料 2 g に DMS が 0.025 $\mu\text{g/kg}$, 0.05 $\mu\text{g/kg}$ 及び 0.075 $\mu\text{g/kg}$, MeTES が 0.5 $\mu\text{g/kg}$, 1 $\mu\text{g/kg}$ 及び 1.5 $\mu\text{g/kg}$ 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 3 濃度 6 併行 3 回繰り返し実施した。

ウナギ(筋肉及び皮)について DMS は、真度の目標値(50~120 %)及び精度の目標値(併行精度 30 %以下, 室内精度 30 %以下)を満たした。MeTES は添加濃度 0.5 $\mu\text{g/kg}$ 及び 1 $\mu\text{g/kg}$ において、真度の目標値(50~120 %)及び精度の目標値(併行精度 30 %以下, 室内精度 30 %以下)を、添加濃度 1.5 $\mu\text{g/kg}$ において、真度の目標値(70~120 %)及び精度の目標値(併行精度 30 %以下, 室内精度 30 %以下)を満たした。

また、各内標準物質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、いずれの測定対象物質においても目標値(10 以上)を満たした。

④ 要約

①～③の結果から，本試験法はウナギ(筋肉及び皮)を対象とした，DMS(定量下限 0.05 μ g/kg)及び MeTES(定量下限 1 μ g/kg)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) 対象組織

ウナギ(筋肉及び皮)

2) 測定対象物質

クロラムフェニコール(CP) [CP グルクロン酸抱合体(CP-G)を含む]

3) 分析法の要旨

試料から測定対象物質をメタノールで抽出した。 β -グルクロニダーゼで加水分解を行い CP-G を CP に変換した後、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

ウナギ(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測定対象物質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)

ウナギ(筋肉及び皮)の試料 2 g に測定対象物質が 0.075 $\mu\text{g/kg}$, 0.15 $\mu\text{g/kg}$ 及び 0.225 $\mu\text{g/kg}$ 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 3 濃度 6 併行 3 回繰り返し実施した。

ウナギ(筋肉及び皮)について CP は、真度の目標値(50~120 %)及び精度の目標値(併行精度 30 %以下, 室内精度 30 %以下)を満たした。

また、内標準物質の回収率は 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、本試験法はウナギ(筋肉及び皮)を対象とした CP(定量下限 0.15 $\mu\text{g/kg}$)の残留分析法として妥当であると評価された。

3. マラカイトグリーン，ロイコマラカイトグリーン，クリスタルバイオレット及びロイコクリスタルバイオレット

1) 対象組織

ウナギ(筋肉及び皮)

2) 測定対象物質

マラカイトグリーン(MG)

ロイコマラカイトグリーン(LMG)

クリスタルバイオレット(CV)

ロイコクリスタルバイオレット(LCV)

3) 分析法の要旨

15 %BHT・エタノール溶液及び50 %クエン酸溶液を加えて均一化した試料から測定対象物質をアセトンで抽出した。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

ウナギ(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，いずれの測定対象物質においても，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)

ウナギ(筋肉及び皮)の試料2 gに各測定対象物質が0.25 μ g/kg，0.5 μ g/kg及び0.75 μ 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3濃度6併行3回繰り返し実施した。

ウナギ(筋肉及び皮)についてMG，LMG，CV及びLCVは，いずれも真度の目標値(50～120 %)及び精度の目標値(併行精度30 %以下，室内精度30 %以下)を満たした。

また，各内標準物質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，いずれの測定対象物質においても目標値(10以上)を満たした。

④ 要約

①～③の結果から，本試験法はウナギ(筋肉及び皮)を対象としたMG，LMG，CV及びLCV(定量下限0.5 μ g/kg)の残留分析法として妥当であると評価された。

4. AHD, AMOZ, AOZ, SEM 及び DNSH

1) 対象組織

牛血清

2) 測定対象物質

AHD : 1-アミノヒダントイン

AMOZ : 3-アミノ-5-モルフォリノメチル-2-オキサゾリドン

AOZ : 3-アミノ-2-オキサゾリドン

SEM : セミカルバジド

DNSH : 3,5-ジニトロサリチル酸ヒドラジド

3) 分析法の要旨

試料から測定対象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

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、いずれの測定対象物質においても、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)

牛血清の試料 1 g に各測定対象物質が 0.25 $\mu\text{g/kg}$, 0.5 $\mu\text{g/kg}$ 及び 0.75 $\mu\text{g/kg}$ 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 3 濃度 6 併行 3 回繰り返し実施した。

牛血清について AHD, AMOZ, AOZ, SEM 及び DNSH は、いずれも真度の目標値(50～120 %)及び精度の目標値(併行精度 30 %以下, 室内精度 30 %以下)を満たした。

また、各内標準物質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、いずれの測定対象物質においても目標値(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 AHD, AMOZ, AOZ, SEM 及び DNSH (定量下限 0.5 $\mu\text{g/kg}$)の残留分析法として妥当であると評価された。

5. クロルプロマジン

1) 対象組織

牛血清

2) 測定対象物質

クロルプロマジン (CPM)

3) 分析法の要旨

試料から測定対象物質をアセトニトリル及びギ酸の混液で抽出し、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、クロマトグラム上に測定対象物質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)

牛血清の試料 1 g に測定対象物質が 0.05 $\mu\text{g/kg}$, 0.1 $\mu\text{g/kg}$ 及び 0.15 $\mu\text{g/kg}$ 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 3 濃度 6 併行 3 回繰り返し実施した。

牛血清について CPM は、真度の目標値 (50～120 %) 及び精度の目標値 (併行精度 30 % 以下, 室内精度 30 % 以下) を満たした。

また、内標準物質の回収率は 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、本試験法は牛血清を対象とした CPM (定量下限 0.1 $\mu\text{g/kg}$) の残留分析法として妥当であると評価された。

6. 塩化ジデシルジメチルアンモニウム

1) 対象組織

牛筋肉

2) 測定対象物質

塩化ジオクチルジメチルアンモニウム(塩化 DDAC-C8)

塩化ジデシルジメチルアンモニウム(塩化 DDAC-C10)

塩化ジドデシルジメチルアンモニウム(塩化 DDAC-C12)

3) 分析法の要旨

試料から測定対象物質をアセトニトリルで抽出し、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、いずれの測定対象物質においても、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 5 g に各測定対象物質が 10 μ g/kg, 100 μ g/kg 及び 150 μ 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 3 濃度 6 併行 3 回繰り返し実施した。

牛筋肉について塩化 DDAC-C8, 塩化 DDAC-C10 及び塩化 DDAC-C12 は添加濃度 10 μ g/kg 及び 100 μ g/kg において、いずれも真度の目標値(80~120 %)及び精度の目標値(併行精度 25 %以下, 室内精度 25 %以下)を, 添加濃度 150 μ g/kg において, 真度の目標値(80~120 %)及び精度の目標値(併行精度 22 %以下, 室内精度 22 %以下)を満たした。

また, 内標準物質の回収率は 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, いずれの測定対象物質においても目標値(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塩化 DDAC-C8, 塩化 DDAC-C10 及び塩化 DDAC-C12(定量下限 10 μ g/kg)の残留分析法として妥当であると評価された。

7. ヘプタクロル、ヘプタクロルエポキシド、アルドリン、ディルドリン及び総 DDT

1) 対象組織

ウナギ(筋肉及び皮)

2) 測定対象物質

ヘプタクロル：ヘプタクロル(HEPT)

ヘプタクロルエポキシド：*cis*-ヘプタクロルエポキシド(*cis*-HCE)及び *trans*-ヘプタクロルエポキシド(*trans*-HCE)

アルドリン：アルドリン(ALD)

ディルドリン：ディルドリン(DLD)

総 DDT：*p, p'*-DDT(*p*-T)，*o, p'*-DDT(*o*-T)，*p, p'*-DDE(*p*-E)及び *p, p'*-DDD(*p*-D)

3) 分析法の要旨

試料から測定対象物質をアセトニトリルで抽出した。ヘキサンで転溶し、アセトニトリル/ヘキサン分配後、フロリジルで精製し、ガスクロマトグラフで定量を行った。

4) 妥当性評価

① 選択性

ウナギ(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、いずれの測定対象物質においても、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、*cis*-HCE、DLD、*o*-T、*p*-E 及び *p*-D 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)

ウナギ(筋肉及び皮)の試料 10 g に HEPT、*cis*-HCE、*trans*-HCE、ALD 及び DLD が 2.5 μ g/kg、5 μ g/kg 及び 7.5 μ g/kg、*p*-T、*o*-T、*p*-E 及び *p*-D が 10 μ g/kg、20 μ g/kg 及び 30 μ 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 3 濃度 6 併行 3 回繰り返し実施した。

ウナギ(筋肉及び皮)について HEPT、*cis*-HCE、*trans*-HCE、ALD 及び DLD は、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 %以下、室内精度 30 %以下)を、*p*-T、*o*-T、*p*-E 及び *p*-D は、いずれも真度の目標値(80～120 %)及び精度の目標値(併行精度 25 %以下、室内精度 25 %以下)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、いずれの測定対象物質においても目標値(10 以上)を満たした。

④ 要約

①～③の結果から，本試験法はウナギ(筋肉及び皮)を対象とした HEPT, *cis*-HCE, *trans*-HCE, ALD 及び DLD(定量下限 5 μ g/kg)，並びに *p*-T, *o*-T, *p*-E 及び *p*-D(定量下限 10 μ g/kg)の残留分析法として妥当であると評価された。

8. ナナフロシン

1) 対象組織

牛腎臓

牛筋肉

2) 測定対象物質

ナナフロシン (NNF)

3) 分析法の要旨

試料から測定対象物質をメタノール及び塩酸の混液(1000:1)で抽出した後、液体クロマトグラフト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測定対象物質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 2 g に測定対象物質が 5 μ g/kg, 10 μ g/kg 及び 15 μ 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 3 濃度 6 併行 3 回繰り返し実施した。

牛腎臓及び牛筋肉について NNF は添加濃度 5 μ g/kg において、真度の目標値(70～120 %)及び精度の目標値(併行精度 30 %以下, 室内精度 30 %以下)を、添加濃度 10 μ g/kg 及び 15 μ g/kg において、いずれも真度の目標値(80～120 %)及び精度の目標値(併行精度 25 %以下, 室内精度 25 %以下)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 NNF(定量下限 10 μ g/kg)の残留分析法として妥当であると評価された。

9. ビコザマイシン

1) 対象組織

牛腎臓

牛筋肉

2) 測定対象物質

ビコザマイシン (BZM)

3) 分析法の要旨

試料から測定対象物質をアセトニトリル及び水の混液 (9:1) で抽出した。ヘキサン洗淨し、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測定対象物質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 2 g に測定対象物質が 5 μ g/kg, 10 μ g/kg 及び 15 μ 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 3 濃度 6 併行 3 回繰り返し実施した。

牛腎臓及び牛筋肉について BZM は添加濃度 5 μ g/kg において、真度の目標値 (70～120 %) 及び精度の目標値 (併行精度 30 % 以下, 室内精度 30 % 以下) を、添加濃度 10 μ g/kg 及び 15 μ g/kg において、いずれも真度の目標値 (80～120 %) 及び精度の目標値 (併行精度 25 % 以下, 室内精度 25 % 以下) 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 BZM (定量下限 10 μ g/kg) の残留分析法として妥当であると評価された。

10. ジメトリダゾール(親物質), メトロニダゾール(親物質), ロニダゾール(親物質),
イプロニダゾール(親物質)及びイプロニダゾール(代謝物)

1) 対象組織

家きん卵

2) 測定対象物質

ジメトリダゾール(親物質) (DTZ)

メトロニダゾール(親物質) (MNZ)

ロニダゾール(親物質) (RNZ)

イプロニダゾール(親物質) (INZ)

イプロニダゾール(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アセトンで抽出し, 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

家きん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, いずれの測定
対象物質においても, 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)

家きん卵の試料 4 g に DTZ 及び RNZ が 0.1 μ g/kg, 0.2 μ g/kg 及び 0.3 μ g/kg,
MNZ, INZ 及び INZOH が 0.05 μ g/kg, 0.1 μ g/kg 及び 0.15 μ 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 3 濃度 6 併行 3 回繰り返し実施
した。

家きん卵について DTZ 及び RNZ は添加濃度 0.1 μ g/kg, 0.2 μ g/kg 及び
0.3 μ g/kg において, いずれも真度の目標値(50~120 %)及び精度の目標値(併行精
度 30 %以下, 室内精度 30 %以下)を, MNZ, INZ 及び INZOH は添加濃度
0.05 μ g/kg, 0.1 μ g/kg 及び 0.15 μ g/kg において, いずれも真度の目標値(50~
120 %)及び精度の目標値(併行精度 30 %以下, 室内精度 30 %以下)を満たした。

また, 各内標準物質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, いずれの測定対象物
質においても目標値(10 以上)を満たした。

④ 要約

①～③の結果から，本試験法は家きん卵を対象とした DTZ 及び RNZ (定量下限 $0.2 \mu\text{g/kg}$) 並びに MNZ, INZ 及び INZOH (定量下限 $0.1 \mu\text{g/kg}$) の残留分析法として妥当であると評価された。

11. セフロキシム

1) 対象組織

牛腎臓

牛筋肉

2) 測定対象物質

セフロキシム (CXM)

3) 分析法の要旨

試料から測定対象物質をアセトニトリル及び水の混液(1:1)で抽出した。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測定対象物質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 2 g に測定対象物質が 5 μ g/kg , 10 μ g/kg 及び 15 μ 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 3 濃度 6 併行 3 回繰り返し実施した。

牛腎臓及び牛筋肉について CXM は添加濃度 5 μ g/kg において、真度の目標値(70~120 %)及び精度の目標値(併行精度 30 %以下, 室内精度 30 %以下)を、添加濃度 10 μ g/kg 及び 15 μ g/kg において、いずれも真度の目標値(80~120 %)及び精度の目標値(併行精度 25 %以下, 室内精度 25 %以下)を満たした。

また、内標準物質の回収率は 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 CXM(定量下限 10 μ g/kg)の残留分析法として妥当であると評価された。

12. オイゲノール

1) 対象組織

ウナギ(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

試料から測定対象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

ウナギ(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測定対象物質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)

ウナギ(筋肉及び皮)の試料 2 g にオイゲノールが 5 μ g/kg, 10 μ g/kg 及び 15 μ 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 3 濃度 6 併行 3 回繰り返し実施した。

ウナギ(筋肉及び皮)についてオイゲノールは、添加濃度 5 μ g/kg において、真度の目標値(70~120 %)及び精度の目標値(併行精度 30 %以下, 室内精度 30 %以下)を、添加濃度 10 μ g/kg 及び 15 μ g/kg において、いずれも真度の目標値(80~120 %)及び精度の目標値(併行精度 25 %以下, 室内精度 25 %以下)を満たした。

また、内標準物質の回収率は 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、本試験法はウナギ(筋肉及び皮)を対象としたオイゲノール(定量下限 10 μ g/kg)の残留分析法として妥当であると評価された。