

令和 4 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 6 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. DNSH, AOZ, AMOZ, AHD 及び SEM	9
2. 塩化ジデシルジメチルアンモニウム	11
3. ホスホマイシン	13
4. ジミナゼン	
4.1 牛肝臓	15
4.2 牛筋肉	16
5. ドキシサイクリン	17
6. アモキシシリン	18
7. ツラスロマイシン	19
8. PFOS, PFOA, PFNA 及び PFHxS	
8.1 牛筋肉及び鶏筋肉	20
8.2 鶏卵	21
9. クロルプロマジン	22
10. スルファジメトキシシン	24
11. カナマイシン	25
12. 水銀, 鉛, ヒ素及びカドミウム	26
13. ジメトリダゾール, メトロニダゾール及びロニダゾール	27
14. セフチオフル	29
15. フェバンテル	31
16. ダイオキシン類及びダイオキシン様 PCB 類	32

令和 4 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4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の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」，「食品中の金属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
A2b	DNSH	Muscle	0.5 µg/kg	牛筋肉
A3b	Didecyldimethyl ammonium chloride	Muscle	0.01 mg/kg	牛筋肉
A3c	Fosfomycin	Muscle	0.01 mg/kg	牛筋肉
A3d	Diminazene	Liver	0.01 mg/kg	牛肝臓
		Muscle	0.01 mg/kg	牛筋肉
B1a	Doxycycline	Muscle	0.01 mg/kg	牛筋肉
B1a	Amoxicillin	Kidney	0.005 mg/kg	牛腎臓
		Muscle	0.005 mg/kg	牛筋肉
B1a	Tulathromycin	Liver	0.1 mg/kg	牛肝臓
		Muscle	0.1 mg/kg	牛筋肉
汚染物質	PFOS	Muscle	0.05 µg/kg	牛筋肉
汚染物質	PFOA	Muscle	0.05 µg/kg	牛筋肉
汚染物質	PFNA	Muscle	0.05 µg/kg	牛筋肉
汚染物質	PFHxS	Muscle	0.05 µg/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
A2b	DNSH	Muscle	0.5 µg/kg	鶏筋肉
A2d	Chlorpromazine	Kidney	0.1 µg/kg	鶏腎臓
A3b	Didecyldimethyl ammonium chloride	Muscle	0.01 mg/kg	鶏筋肉
B1a	Sulfadimethoxine	Liver	0.01 mg/kg	鶏肝臓
		Muscle	0.01 mg/kg	鶏筋肉
汚染物質	PFOS	Muscle	0.05 µg/kg	鶏筋肉
汚染物質	PFOA	Muscle	0.05 µg/kg	鶏筋肉
汚染物質	PFNA	Muscle	0.05 µg/kg	鶏筋肉
汚染物質	PFHxS	Muscle	0.05 µg/kg	鶏筋肉

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
A2b	DNSH	Egg	0.5 µg/kg	鶏卵
A2d	Chlorpromazine	Egg	0.1 µg/kg	鶏卵
A3b	Didecyldimethyl ammonium chloride	Egg	0.01 mg/kg	鶏卵
A3c	Kanamycin	Egg	0.1 mg/kg	鶏卵
A3c	Doxycycline	Egg	0.01 mg/kg	鶏卵
汚染物質	Arsenic	Egg	10 µg/kg	鶏卵
汚染物質	Cadmium	Egg	10 µg/kg	鶏卵
汚染物質	Lead	Egg	10 µg/kg	鶏卵
汚染物質	Mercury	Egg	10 µg/kg	鶏卵
汚染物質	PFOS	Egg	0.05 µg/kg	鶏卵
汚染物質	PFOA	Egg	0.05 µg/kg	鶏卵
汚染物質	PFNA	Egg	0.05 µg/kg	鶏卵
汚染物質	PFHxS	Egg	0.05 µg/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
A2b	AOZ	Milk	0.5 µg/kg	牛乳
A2b	AMOZ	Milk	0.5 µg/kg	牛乳
A2b	AHD	Milk	0.5 µg/kg	牛乳
A2b	SEM	Milk	0.5 µg/kg	牛乳
A2b	DNSH	Milk	0.5 µg/kg	牛乳
A2c	Dimetridazol	Milk	0.2 µg/kg	牛乳
A2c	Metronidazol	Milk	0.1 µg/kg	牛乳
A2c	Ronidazol	Milk	0.2 µg/kg	牛乳
A2d	Chlorpromazine	Milk	0.1 µg/kg	牛乳
A3b	Didecyldimethyl ammonium chloride	Milk	0.01 mg/kg	牛乳
A3c	Fosfomycin	Milk	0.05 mg/kg	牛乳
B1a	Ceftiofur	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
A2b	DNSH	Fin Fish (Muscle and Skin)	0.5 µg/kg	魚 (筋肉及び皮)
A2d	Chlorpromazine	Fin Fish (Muscle and Skin)	0.1 µg/kg	魚 (筋肉及び皮)
A3d	Febantel	Fin fish (Muscle and Skin)	0.01 mg/kg	魚 (筋肉及び皮)
汚染物質	Dioxins and dioxin-like PCBs	Fin Fish (Muscle)	WHO-PCDD/F-TEQ : 0.7 pg/g wet weight WHO-PCDD/F-PCB- TEQ : 1.3 pg/g wet weight	魚 (筋肉)

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、ハマチ、カンパチ、キハダマダゴ)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、羊乳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。

表-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
A2b	DNSH	DNSH	LC-MS/MS	0.5 µg/kg	牛筋肉
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	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	牛筋肉
A3c	ホスホマイシン	ホスホマイシン	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	牛筋肉
A3d	ジミナゼン	ジミナゼン アセチレート	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	牛肝臓
				0.01 mg/kg	牛筋肉
B1a	トキシサイクリン	トキシサイクリン	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	牛筋肉
B1a	アモキシシリン	アモキシシリン	LC-MS/MS	0.005 mg/kg	牛腎臓
				0.005 mg/kg	牛筋肉
B1a	ツラスロマイシン	代謝物 M1 及び 代謝物 M1 の異性体	LC-MS/MS	0.1 mg/kg	牛肝臓
				0.1 mg/kg	牛筋肉
汚染物質	PFOS	PFOS	LC-MS/MS	0.05 µg/kg	牛筋肉
汚染物質	PFOA	PFOA	LC-MS/MS	0.05 µg/kg	牛筋肉
汚染物質	PFNA	PFNA	LC-MS/MS	0.05 µg/kg	牛筋肉
汚染物質	PFHxS	PFHxS	LC-MS/MS	0.05 µg/kg	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
A2b	DNSH	DNSH	LC-MS/MS	0.5 µg/kg	鶏筋肉
A2d	クロルプロマジン	クロルプロマジン	LC-MS/MS	0.1 µg/kg	鶏腎臓
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	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	鶏筋肉
B1a	スルファジメトキシ	スルファジメトキシ	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	鶏肝臓
				0.01 mg/kg	鶏筋肉
汚染物質	PFOS	PFOS	LC-MS/MS	0.05 µg/kg	鶏筋肉
汚染物質	PFOA	PFOA	LC-MS/MS	0.05 µg/kg	鶏筋肉
汚染物質	PFNA	PFNA	LC-MS/MS	0.05 µg/kg	鶏筋肉
汚染物質	PFHxS	PFHxS	LC-MS/MS	0.05 µg/kg	鶏筋肉

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
A2b	DNSH	DNSH	LC-MS/MS	0.5 µg/kg	鶏卵
A2d	クロルプロマジン	クロルプロマジン	LC-MS/MS	0.1 µg/kg	鶏卵
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	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	鶏卵
A3c	カナマイシン	カナマイシン A	LC-MS/MS	0.1 mg/kg	鶏卵
A3c	トキシサイクリン	トキシサイクリン	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	鶏卵
汚染物質	ヒ素	ヒ素	ICP-MS	10 µg/kg	鶏卵
汚染物質	カドミウム	カドミウム	ICP-MS	10 µg/kg	鶏卵
汚染物質	鉛	鉛	ICP-MS	10 µg/kg	鶏卵
汚染物質	水銀	水銀	ICP-MS	10 µg/kg	鶏卵
汚染物質	PFOS	PFOS	LC-MS/MS	0.05 µg/kg	鶏卵
汚染物質	PFOA	PFOA	LC-MS/MS	0.05 µg/kg	鶏卵
汚染物質	PFNA	PFNA	LC-MS/MS	0.05 µg/kg	鶏卵
汚染物質	PFHxS	PFHxS	LC-MS/MS	0.05 µg/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	試験方法	定量下限	対象 ^{*1}
A2b	AOZ	AOZ	LC-MS/MS	0.5 µg/kg	牛乳
A2b	AMOZ	AMOZ	LC-MS/MS	0.5 µg/kg	牛乳
A2b	AHD	AHD	LC-MS/MS	0.5 µg/kg	牛乳
A2b	SEM	SEM	LC-MS/MS	0.5 µg/kg	牛乳
A2b	DNSH	DNSH	LC-MS/MS	0.5 µg/kg	牛乳
A2c	ジメトリタゾール	2-ヒドロキシメチル -1-メチル-5-ニトロ イミダゾール	LC-MS/MS	0.2 µg/kg	牛乳
A2c	メトロニタゾール	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	LC-MS/MS	0.1 µg/kg	牛乳
A2c	ロニタゾール	2-ヒドロキシメチル -1-メチル-5-ニトロ イミダゾール	LC-MS/MS	0.2 µg/kg	牛乳
A2d	クロルフロマジン	クロルフロマジン	LC-MS/MS	0.1 µg/kg	牛乳
A3b	塩化ジデシル ジメチルアンモニウム	塩化ジデシル ジメチルアンモニウム	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	牛乳
A3c	ホスホマイシン	ホスホマイシン	LC-MS/MS	0.01 mg/kg ^{*2}	牛乳
B1a	セフトオフル	デスフロイル セフトオフル	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。

*2: EU の基準がなく、試験法の検討結果から定量下限を下げる事ができたため、牛筋肉に合わせ提案時の 0.05 mg/kg から 0.01 mg/kg に変更した。山羊乳及び羊乳についても定量下限を 0.05 mg/kg から 0.01 mg/kg に変更した。

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	試験方法	定量下限	対象
A2b	DNSH	DNSH	LC-MS/MS	0.5 µg/kg	魚(筋肉及び皮)
A2d	クロルプロマジン	クロルプロマジン	LC-MS/MS	0.1 µg/kg	魚(筋肉及び皮)
A3d	フェバンテル	オクスフェンタゾール スルホン	LC-MS/MS	0.01 mg/kg	魚(筋肉及び皮)
汚染物質	ダイオキシン類及び ダイオキシン様 PCB 類	PCDD/PCDF PCDD/PCDF- PCB	GC-MS/MS	WHO-PCDD/F- TEQ : 0.7 pg/g wet weight WHO-PCDD/F- PCB-TEQ : 1.3 pg/g wet weight	魚 (筋肉)

IV. 試験法の検討及び妥当性確認の詳細

1. DNSH, AOZ, AMOZ, AHD 及び SEM

1) 適用組織

牛筋肉 (DNSH)

鶏筋肉 (DNSH)

鶏卵 (DNSH)

牛乳 (DNSH, AOZ, AMOZ, AHD 及び SEM)

山羊乳 (DNSH, AOZ, AMOZ, AHD 及び SEM)

羊乳 (DNSH, AOZ, AMOZ, AHD 及び SEM)

魚(筋肉及び皮) (DNSH)

2) 測定対象物質

DNSH : 3,5-ジニトロサリチル酸ヒドラジド

AOZ : 3-アミノ-2-オキサゾリドン

AMOZ : 3-アミノ-5-モルフォリノメチル-2-オキサゾリドン

AHD : 1-アミノヒダントイン

SEM : セミカルバジド

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

牛筋肉、鶏筋肉、鶏卵、牛乳、山羊乳、羊乳及び魚(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、DNSH, AOZ, AMOZ, AHD 及び SEM 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、SEM は牛乳及び羊乳において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)

牛筋肉、鶏卵及び牛乳の試料 5 g に DNSH, AOZ, AMOZ, AHD 及び SEM が各 0.5 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。魚(筋肉及び皮)の試料 1 g に DNSH が 0.5 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 1 日試行 2 回、5 日間実施した。

DNSH は牛筋肉、鶏卵、牛乳及び魚(筋肉及び皮)について、AOZ, AMOZ, AHD 及び SEM 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 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- $^{13}\text{C}_6$, AOZ-d $_4$, AMOZ-d $_5$, AHD- $^{13}\text{C}_3$ 及び SEM- $^{13}\text{C}_1^{15}\text{N}_2$ 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)

鶏筋肉、山羊乳及び羊乳の試料 5 g に DNSH, AOZ, AMOZ, AHD 及び SEM が各 0.5 $\mu\text{g/kg}$ 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。

DNSH は鶏の筋肉、山羊乳及び羊乳について、AOZ, AMOZ, AHD 及び SEM 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 DNSH- $^{13}\text{C}_6$, AOZ-d $_4$, AMOZ-d $_5$, AHD- $^{13}\text{C}_3$ 及び SEM- $^{13}\text{C}_1^{15}\text{N}_2$ 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、DNSH, AOZ, AMOZ, AHD 及び SEM 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、本試験法は牛筋肉、鶏筋肉、鶏卵、牛乳、山羊乳、羊乳及び魚(筋肉及び皮)を対象とした定量下限 0.5 $\mu\text{g/kg}$ での残留分析法として妥当であると評価された。

2. 塩化ジデシルジメチルアンモニウム

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

塩化ジデシルジメチルアンモニウム (DDAC)

3) 分析法の要旨

試料から目的物質をメタノール及び 50 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液の混液 (4:1) 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、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塩化ジデシルジメチルアンモニウ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。なお、牛乳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)

牛筋肉、鶏卵及び牛乳の試料 5 g に塩化ジデシルジメチルアンモニウムが各 10 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 1 日試行 2 回、5 日間実施した。

塩化ジデシルジメチルアンモニウムは牛筋肉、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。

また、内標準として用いた塩化ジデシルジメチルアンモニウム-d₆ の回収率は 40 % 以上であった。

③ 添加回収試験(真度)

鶏筋肉、山羊乳及び羊乳の試料 5 g に塩化ジデシルジメチルアンモニウムが各 10 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 1 日試行 5 回実施した。

塩化ジデシルジメチルアンモニウムは鶏筋肉、山羊乳及び羊乳について真度の目標値 (70~120 %) を満たした。

また、内標準として用いた塩化ジデシルジメチルアンモニウム-d₆の回収率は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、塩化ジデシルジメチルアンモニウムにおいて目標値(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 10 μ g/kg での残留分析法として妥当であると評価された。

3. ホスホマイシン

1) 適用組織

牛筋肉

牛乳

山羊乳

羊乳

2) 測定対象物質

ホスホマイシン (FOM)

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。ヘキサン洗浄し、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム及び3級アルキルアミン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

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ホスホ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)

牛筋肉及び牛乳の試料 10 g にホスホマイシンが 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。

ホスホマイシンは牛筋肉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。

また、内標準として用いたホスホマイシン-¹³C₃の回収率は 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 10 g にホスホマイシンが 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 5 回実施した。

ホスホマイシン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。

また、内標準として用いたホスホマイシン-¹³C₃の回収率は 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、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 μ g/kg での残留分析法として妥当であると評価された。

4. ジミナゼン

4.1 牛肝臓

1) 適用組織

牛肝臓

2) 測定対象物質

ジミナゼンアセチュレート

3) 分析法の要旨

試料から目的物質をアセトニトリル及び 0.2 %メタリン酸の混液で抽出した。カルボキシジビニルベンゼン-*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ジミナゼンアセチュレート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)

牛肝臓の試料 10 g にジミナゼンアセチュレートが 10 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 1 日試行 2 回，5 日間実施した。

ジミナゼンアセチュレートは牛肝臓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，本試験法は牛肝臓を対象とした定量下限 10 μ g/kg での残留分析法として妥当であると評価された。

4.2 牛筋肉

1) 適用組織

牛筋肉

2) 測定対象物質

ジミナゼンアセチュレート

3) 分析法の要旨

試料から目的物質をアセトニトリル及び 0.2 %メタりん酸の混液で抽出した。ヘキサン洗浄し、カルボキシジビニルベンゼン-*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ジミナゼンアセチュレート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)

牛筋肉の試料 10 g にジミナゼンアセチュレートが 10 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 1 日試行 2 回、5 日間実施した。

ジミナゼンアセチュレートは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、本試験法は牛筋肉を対象とした定量下限 10 μ g/kg での残留分析法として妥当であると評価された。

5. ドキシサイクリン

1) 適用組織

牛筋肉及び鶏卵

2) 測定対象物質

ドキシサイクリン

3) 分析法の要旨

試料から目的物質を 10 mmol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム含有マッギルベイン緩衝液(pH4.0)で抽出した。スチレンジビニルベンゼ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

牛筋肉及び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ドキシサイクリ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)

牛筋肉及び鶏卵の試料 5 g にドキシサイクリンが 10 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 1 日試行 2 回、5 日間実施した。

ドキシサイクリンは牛筋肉及び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 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、本試験法は牛筋肉及び鶏卵を対象とした定量下限 10 μ g/kg の残留分析法として妥当であると評価された。

6. アモキシシリン

1) 適用組織

牛腎臓

牛筋肉

2) 測定対象物質

アモキシシリン (AMO)

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アモキシシリ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)

牛腎臓及び牛筋肉の試料 5 g にアモキシシリンが 5 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 1 日試行 2 回、5 日間実施した。

アモキシシリン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 30 %未満) を満たした。

また、内標準として用いたアモキシシリン- d_4 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 5 μ g/kg での残留分析法として妥当であると評価された。

7. ツラスロマイシン

1) 適用組織

牛肝臓

牛筋肉

2) 測定対象物質

ツラスロマイシン

代謝物 M1

代謝物 M1 異性体

3) 分析法の要旨

試料からツラスロマイシン及びその代謝物を酢酸エチル存在下 2 mol/L 塩酸で抽出した。塩酸酸性条件下で加熱して代謝物 M1 及び代謝物 M1 異性体に変換し、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

牛肝臓及び牛筋肉においてブランク試料を本試験に従って試験したところ、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)

牛肝臓及び牛筋肉の試料 10 g に代謝物 M1 をツラスロマイシンとして 0.1 mg/kg (代謝物 M1 としては 0.072 mg/kg) となるように添加し、本試験法に従って操作を行った。同様に牛肝臓及び牛筋肉の試料 10 g にツラスロマイシン A 0.1 mg/kg 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。

代謝物 M1 及びツラスロマイシン A 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 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、本試験法は牛肝臓及び牛筋肉を対象とした定量下限 0.1 mg/kg での残留分析法として妥当であると評価された。

8. PFOS, PFOA, PFNA 及び PFHxS

8.1 牛筋肉及び鶏筋肉

1) 適用組織

牛筋肉

鶏筋肉

2) 測定対象物質

パーフルオロオクタンスルホン酸 (PFOS)

パーフルオロオクタン酸 (PFOA)

パーフルオロノナン酸 (PFNA)

パーフルオロヘキサンスルホン酸 (PFHxS)

3) 分析法の要旨

試料から目的物質をアセトニトリルで塩析抽出した。分散型固相抽出で精製した後、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、PFOS, PFOA, PFNA 及び PFHxS 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、牛筋肉の PFNA 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 30 %未満であった。

② 添加回収試験(真度及び精度)

牛筋肉及び鶏筋肉の試料 5 g に PFOS, PFOA, PFNA 及び PFHxS が各 0.05 $\mu\text{g/kg}$, 0.25 $\mu\text{g/kg}$, 2.5 $\mu\text{g/kg}$, 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 1 日試行 2 回、5 日間実施した。

PFOS, PFOA, PFNA 及び PFHxS は牛筋肉及び鶏筋肉についていずれも真度の目標値 (80~120 %) 及び精度の目標値 (室内精度 20 %未満) を満たした。

また、内標準として用いた MPFOS, MPFOA, MPFNA 及び MPFHxS の回収率はいずれも 40 %以上であった。

③ 定量下限

PFOS, PFOA, PFNA 及び PFHxS いずれも、定量下限相当濃度添加試料の試験結果に基づく標準偏差の 10 倍が目標定量下限以下であることを満たした。

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 0.05 $\mu\text{g/kg}$ での残留分析法として妥当であると評価された。

8.2 鶏卵

1) 適用組織

鶏卵

2) 測定対象物質

パーフルオロオクタンスルホン酸 (PFOS)

パーフルオロオクタン酸 (PFOA)

パーフルオロノナン酸 (PFNA)

パーフルオロヘキサンスルホン酸 (PFHxS)

3) 分析法の要旨

試料から目的物質をアセトニトリルで塩析抽出した。分散型固相抽出及びグラフアイトカーボン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、PFOS、PFOA、PFNA 及び PFHxS 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、PFOA 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 30 %未満であった。

② 添加回収試験(真度及び精度)

鶏卵の試料 5 g に PFOS、PFOA、PFNA 及び PFHxS が各 0.05 μ g/kg, 0.25 μ g/kg, 2.5 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 1 日試行 2 回, 5 日間実施した。

PFOS、PFOA、PFNA 及び PFHxS は鶏卵中についていずれも真度の目標値(80~120 %) 及び精度の目標値(室内精度 20 %未満)を満たした。

また、内標準として用いた MPFOS、MPFOA、MPFNA 及び MPFHxS の回収率はいずれも 40 %以上であった。

③ 定量下限

PFOS、PFOA、PFNA 及び PFHxS いずれも、定量下限相当濃度添加試料の試験結果に基づく標準偏差の 10 倍が目標定量下限以下であることを満たした。

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 0.05 μ g/kg での残留分析法として妥当であると評価された。

9. クロルプロマジン

1) 適用組織

鶏腎臓

鶏卵

魚(筋肉及び皮)

牛乳

山羊乳

羊乳

2) 測定対象物質

クロルプロマジン

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。シクロヘキ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

鶏腎臓、鶏卵、魚(筋肉及び皮)、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、鶏卵、魚(筋肉及び皮)及び牛乳の試料 5 g にクロルプロマジンが 0.1 $\mu\text{g/kg}$ 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 1 日試行 2 回、5 日間実施した。

クロルプロマジンは鶏腎臓、鶏卵、魚(筋肉及び皮)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 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ルプロマジン- d_6 の回収率は 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 にクロルプロマジンが 0.1 $\mu\text{g/kg}$ 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 1 日試行 5 回実施した。

クロルプロマジン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。

また、内標準として用いたクロルプロマジン- d_6 の回収率は 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、目標値(10 以上)を満たした。

⑤ 要約

①～④の結果から、本試験法は鶏腎臓、鶏卵、魚(筋肉及び皮)、牛乳、山羊乳及び羊乳を対象とした定量下限 $0.1 \mu\text{g/kg}$ での残留分析法として妥当であると評価された。

10. スルファジメトキシシン

1) 適用組織

鶏肝臓

鶏筋肉

2) 測定対象物質

スルファジメトキシシン (SDM)

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、アセトニトリル飽和ヘキサンで洗浄を行った。その後、ギ酸を加えて、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スルファジメトキシ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)

鶏肝臓及び鶏筋肉の試料 10 g にスルファジメトキシシンが 10 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 1 日試行 2 回、5 日間実施した。

スルファジメトキシシン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、スルファジメトキシシンにおいて目標値(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 μ g/kg での残留分析法として妥当であると評価された。

11. カナマイシン

1) 適用組織

鶏卵

2) 測定対象物質

カナマイシン A

3) 分析法の要旨

試料から目的物質を 10 mmol/L 酢酸アンモニウム, 0.4 mmol/L エチレンジアミン
四酢酸二ナトリウム, 0.5 %塩化ナトリウム及び 2 %トリクロロ酢酸溶液で抽出した。
スルホン酸塩修飾メタクリレート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
にカナマイシン A 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)

鶏卵の試料 5 g にカナマイシン A が 100 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 1 日試行 2 回, 5 日間実施した。

カナマイシン A 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 100 μ g/kg での残留分
析法として妥当であると評価された。

12. 水銀，鉛，ヒ素及びカドミウム

1) 適用組織

鶏卵

2) 測定対象物質

水銀，鉛，ヒ素及びカドミウム

3) 分析法の要旨

試料について，硝酸を用いてマイクロ波分解を行い，ICP質量分析計で定量した。

4) 妥当性評価

① 選択性

鶏卵において水銀，鉛，ヒ素及びカドミウムについて，異なる m/z で測定値を比較した。

試料の水銀，鉛，ヒ素及びカドミウムの測定値比は，いずれも0.9～1.1の範囲内であった。

② 添加回収試験(真度及び精度)

鶏卵の試料約0.5 gに水銀，鉛，ヒ素及びカドミウムが各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。

水銀，鉛，ヒ素及びカドミウムは鶏卵につ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15 %未満，室内精度20 %未満)を満たした。

③ 要約

①及び②の結果から，本試験法は鶏卵を対象とした定量下限10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ での水銀，鉛，ヒ素及びカドミウムの分析法として妥当であると評価された。

13. ジメトリダゾール，メトロニダゾール及びロニダゾール

1) 適用組織

牛乳

山羊乳

羊乳

2) 測定対象物質

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

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 (MNZOH)

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

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，2-ヒドロキシメチル-1-メチル-5-ニトロイミダゾール及び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 10 g に 2-ヒドロキシメチル-1-メチル-5-ニトロイミダゾールが 0.2 μ g/kg，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が 0.1 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 1 日試行 2 回，5 日間実施した。

2-ヒドロキシメチル-1-メチル-5-ニトロイミダゾール及び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 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2-ヒドロキシメチル-1-(メチル- d_3)-5-ニトロイミダゾール及び1-(2-ヒドロキシエチル- d_4)-2-ヒドロキシメチル-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 添加回収試験(真度)

山羊乳及び羊乳の試料 10 g に 2-ヒドロキシメチル-1-メチル-5-ニトロイミダゾールが $0.2 \mu\text{g/kg}$, 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が $0.1 \mu\text{g/kg}$ 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。

2-ヒドロキシメチル-1-メチル-5-ニトロイミダゾール及び 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 2-ヒドロキシメチル-1-(メチル- d_3)-5-ニトロイミダゾール及び 1-(2-ヒドロキシエチル- d_4)-2-ヒドロキシメチル-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。

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, 2-ヒドロキシメチル-1-メチル-5-ニトロイミダゾール及び 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, 定量下限として 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 $0.2 \mu\text{g/kg}$, 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については $0.1 \mu\text{g/kg}$ での残留分析法として妥当であると評価された。

14. セフチオフル

1) 適用組織

牛乳
山羊乳
羊乳

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、オクタデシ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)

牛乳の試料 5 g にデスフロイルセフチオフルが 10 μ 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 にデスフロイルセフチオフルが 100 μ g/kg となるようにセフチオフルを添加して、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。

デスフロイルセフチオフル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、本試験法は牛乳、山羊乳及び羊乳を対象とした定量下限 10 μ g/kg での残留分析法として妥当であると評価された。

15. フェバンテル

1) 適用組織

魚(筋肉及び皮)

2) 測定対象物質

オクスフェンダゾールスルホン

オクスフェンダゾール

フェンベンダゾール

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と同時にヘキサン洗浄した。目的物質をスルホン化しオクスフェンダゾールスルホンとした後、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

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)

魚(筋肉及び皮)の試料 10 g にオクスフェンダゾールスルホンが 10 μ g/kg, オクスフェンダゾール及びフェンベンダゾールが各 8 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 1 日試行 2 回, 5 日間実施した。

オクスフェンダゾールスルホン, オクスフェンダゾール及びフェンベンダゾールは魚(筋肉及び皮)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, オクスフェンダゾールスルホン, オクスフェンダゾール及びフェンベン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, 本試験法は魚(筋肉及び皮)を対象とした定量下限 10 μ g/kg での残留分析法として妥当であると評価された。

16. ダイオキシン類及びダイオキシン類様 PCB

1) 適用組織

魚(筋肉)

2) 測定対象物質

ダイオキシン類及びダイオキシン類様PCB, 詳細は下の通り。

	塩素数	物質名	略 号
PCDD	4	2, 3, 7, 8-Techlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin	2, 3, 7, 8-TeCDD
	5	1, 2, 3, 7, 8-Pechlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin	1, 2, 3, 7, 8-PeCDD
	6	1, 2, 3, 4, 7, 8-Hxchlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin	1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDD
		1, 2, 3, 6, 7, 8-Hxchlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin	1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDD
		1, 2, 3, 7, 8, 9-Hxchlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin	1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDD
	7	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-Hpchlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDD
	8	0chlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin	OCDD
PCDF	4	2, 3, 7, 8-Techlorodibenzofuran	2, 3, 7, 8-TeCDF
	5	1, 2, 3, 7, 8-Pechlorodibenzofuran	1, 2, 3, 7, 8-PeCDF
		2, 3, 4, 7, 8-Pechlorodibenzofuran	2, 3, 4, 7, 8-PeCDF
	6	1, 2, 3, 4, 7, 8-Hxchlorodibenzofuran	1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDF
		1, 2, 3, 6, 7, 8-Hxchlorodibenzofuran	1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDF
		1, 2, 3, 7, 8, 9-Hxchlorodibenzofuran	1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF
		2, 3, 4, 6, 7, 8-Hxchlorodibenzofuran	2, 3, 4, 6, 7, 8-HxCDF
	7	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-Hpchlorodibenzofuran	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDF
		1, 2, 3, 4, 7, 8, 9-Hpchlorodibenzofuran	1, 2, 3, 4, 7, 8, 9-HpCDF
	8	0chlorodibenzofuran	OCDF

	塩素数	物質名	略称及びID Number
コプラナーPCB	4	3, 4, 4', 5-Techlorobiphenyl	3, 4, 4', 5-TeCB(#81)
		3, 3', 4, 4' -Techlorobiphenyl	3, 3', 4, 4' -TeCB(#77)
	5	3, 3', 4, 4', 5-Pechlorobiphenyl	3, 3', 4, 4', 5-PeCB(#126)
	6	3, 3', 4, 4', 5, 5' -Hxchlorobiphenyl	3, 3', 4, 4', 5, 5' -HxCB(#169)
	5	2', 3, 4, 4', 5-Pechlorobiphenyl	2', 3, 4, 4', 5-PeCB(#123)
		2, 3', 4, 4', 5-Pechlorobiphenyl	2, 3', 4, 4', 5-PeCB(#118)
		2, 3, 3', 4, 4' -Pechlorobiphenyl	2, 3, 3', 4, 4' -PeCB(#105)
		2, 3, 4, 4', 5-Pechlorobiphenyl	2, 3, 4, 4', 5-PeCB(#114)
	6	2, 3', 4, 4', 5, 5' -Hxchlorobiphenyl	2, 3', 4, 4', 5, 5' -HxCB(#167)
		2, 3, 3', 4, 4', 5-Hxchlorobiphenyl	2, 3, 3', 4, 4', 5-HxCB(#156)
		2, 3, 3', 4, 4', 5' -Hxchlorobiphenyl	2, 3, 3', 4, 4', 5' -HxCB(#157)
	7	2, 3, 3', 4, 4', 5, 5' -Hpchlorobiphenyl	2, 3, 3', 4, 4', 5, 5' -HpCB(#189)

3) 分析法の要旨

試料をアルカリでけん化した後、目的物質をヘキサンで抽出した。その後、硫酸洗浄、多層シリカゲルカラム、DMSO処理、活性炭シリカゲルカラム、アルミナカラムで精製し、ガスクロマトグラフトリプル四重極形質量分析計で定量を行った。

4) 妥当性評価

① 検量線の直線性、最小検出量

PCDD及びPCDFは4,5塩素化物が0.01~20 ng/mL, 6,7塩素化物が 0.02~40 ng/mL, 8塩素化物が 0.05~100 ng/mLの範囲で6点を3回繰り返し測定, コプラナーPCBは0.01~200 ng/mLの範囲で8点を3回繰り返し測定し検量線を作成した。

平均RRFのRSDr%は10 %未満, 検量線の相関係数 $r=0.995$ 以上の良好な相関を示した。また, 最小濃度の標準溶液(4,5塩素化物が20 fg/2 μ L, 6,7塩素化物が40 fg/2 μ L, 8塩素化物が 100 fg/2 μ L, ノンオルトコプラナーPCB が20 fg/2 μ L, モノオルトコプラナーPCB が10 fg/1 μ L)のS/N比は全て10以上であった。

② 特異性

可能な限りダイオキシン類の濃度の低い魚(キハダマグロ)を選定し, コントロール試料として本試験方法で試験を行った。不検出異性体に関しては当該保持時間に妨害ピークがなく, 検出された異性体に関しては異性体ピーク近傍に定量を阻害するピークがないことを確認した。

③ 添加回収試験(真度)

含有されるダイオキシン類がおおむね定量下限未満であることをあらかじめ確認したコントロール試料(キハダマグロ)50 gに対して, 最大許容基準値MRL(PCDD+PCDFで3.5 pg-TEQ/g, ダイオキシン類で6.5 pg-TEQ/g)の0.5倍(0.5MRL), 1.0倍(1.0MRL)及び2.0倍(2.0MRL)となるようにダイオキシン類を添加した試料について本試験方法で添加回収試験を行い, 平均回収率及び併行相対標準偏差(RSDr%)を求めた。コントロール試料から検出された#77, #126, #169, #123, #118, #167及び#156においてはコントロール試料の検出濃度(n=3の平均値)を差し引いて回収率を算出した。なお, 試験はそれぞれの添加濃度で繰り返し6回実施した。

全ての添加濃度において, PCDD+PCDF及びダイオキシン類のTEQ並びに各異性体濃度いずれも真度の目標値(平均回収率80~120 %)を満たした。また, 添加回収試験における内標準(サロゲート)の回収率はいずれも40 %以上であった。

④ 測定の不確かさ(精度)

含有されるダイオキシン類がおおむね定量下限未満であることをあらかじめ確認したコントロール試料(キハダマグロ)50 gに、それぞれ試料中濃度として0.5MRL, 1.0MRL, 2.0MRLに相当するようにダイオキシン類を添加した試料について本試験方法で試験を行った。各測定値を一元配置の分散分析により解析し、得られた室内再現精度(RSD_r%)を各濃度における測定の不確かさとした。なお試験は1日6回、3日間繰り返し実施した。

各濃度の6回×3日間繰り返し試験における室内再現精度はTEQ(0.60～1.56 %)及び各異性体(0.50～4.27 %)全てにおいて精度の目標値15 %以下と良好な結果であった。

⑤ 定量下限

試料を用いずに、本試験方法で定量下限相当の添加回収試験を繰り返し5回行った。その5回の測定値の標準偏差の10倍を定量下限とし、試料量50 gの定量下限を算出した。

定量下限値から算出されるTEQ合計値はPCDD+PCDFで0.036 pg-TEQ/g, ダイオキシン類で0.038 pg-TEQ/gとなり、それぞれ最大許容基準値MRL(PCDD+PCDFで3.5 pg-TEQ/g, ダイオキシン類で6.5 pg-TEQ/g)の1/5を下回った。

⑥ 要約

①～⑤の結果から、本試験法は魚(筋肉)を対象とした最大許容基準値MRL(PCDD+PCDFで3.5 pg-TEQ/g, ダイオキシン類で6.5 pg-TEQ/g)を判断する残留分析法として妥当であると評価された。