



食安発第0825004号
平成18年8月25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
の試験法の一部改正について

食品、添加物等の規格基準の一部を改正する件（平成18年厚生労働省告示第473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0825001号当職通知をもって通知したところである。

今般、これに関連して、「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号当職通知。以下、「試験法通知」という。）別添の第3章個別試験法について、農薬ピラクロストロビンに係る試験法を別紙のとおり追加したので、関係者への周知方よろしく願います。

また、上記試験法を実施するに際しては、試験法通知別添の第1章総則部分を参考とされたい。

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 8 年 8 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、7の(1)の表の第1欄及び9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 一斉試験法

第3章 個別試験法

「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1月24日付け食安発第0124001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

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（農産物）
- ・ LC/MS による農薬等の一斉試験法（農産物）
- ・ GC/MS による農薬等の一斉試験法（畜水産物）
- ・ HPLC による動物用医薬品等の一斉試験法（畜水産物）
- ・ HPLC による動物用医薬品等の一斉試験法（畜水産物）

第3章 個別試験法

- ・ BHC、 γ -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、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、ハルフェンブロックス、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
- ・ 2,4-D、2,4-DB 及びクロプロップ試験法
- ・ 2,2-DPA 試験法
- ・ DCIP 試験法
- ・ DBEDC 試験法
- ・ EPN、アニロホス、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、テトラクロルピンホス、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、プロパホス、プロフェノホス、プロモホス、ペンスリド、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ピンホス試験法
- ・ EPTC 試験法
- ・ MCPA 及びジカンバ試験法
- ・ Sec-ブチルアミン試験法
- ・ 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、デルタメトリン及びトラロメトリン、ピフェントリン、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
- ・ 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
- ・ アシュラム試験法
- ・ 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、オメトエート及びメタミドホス試験法

- ・ アゾキシストロピン試験法
- ・ アニラジン試験法
- ・ アミトラス試験法
- ・ 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、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
- ・ アラニカルブ試験法
- ・ 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ベンダイオカルブ試験法
- ・ 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
- ・ アンプロリウム及びデコキネート試験法
- ・ 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
- ・ 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
- ・ 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、エブ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
- ・ イマゾ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、クロルプロファミン、チオベンカルブ、ピリプチカルブ及びペンディメタリン試験法
- ・ エチクロゼート試験法
- ・ エチプロール試験法
- ・ エテホン試験法
- ・ 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
- ・ オキスポコナゾールフマル酸塩試験法
- ・ オキシリニック酸試験法

- ・ オクスフェンダゾール、フェバンテル及びフェンペンダゾール試験法
- ・ オリサストロピン試験法
- ・ 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
- ・ 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
- ・ カルタップ、ベンスルタップ及びチオシクラム試験法
- ・ カルプロパミド試験法
- ・ カルベンダジム、チオフアネート、チオフアネートメチル及びベノミル試験法
- ・ カルボスルファン、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
- ・ カンタキサンチン試験法
- ・ 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
- ・ クロジナホッププロパルギル試験法
- ・ クロチアニジン試験法
- ・ 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
- ・ クロルスルフロン及びメトスルフロンメチル試験法
- ・ クロルフェナピル及びピ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
- ・ 酸化フェンブタズ試験法
- ・ シアゾファミド試験法
- ・ シアナジン試験法
- ・ ジアフェンチウロン試験法
- ・ シアン化水素試験法
- ・ 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
- ・ シクロスルファミロン試験法
- ・ ジクロフルアニド試験法
- ・ ジクロベニル試験法
- ・ 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

- ・ ジチアノン試験法
- ・ ジチオピル及びチアゾピル試験法
- ・ ジノカップ試験法
- ・ ジノテフラン試験法
- ・ シハロホップブ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、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及びスルフィソゾール試験法
- ・ 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
- ・ ゼラノール試験法
- ・ ダイムロン試験法
- ・ 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
- ・ ターバシル試験法
- ・ チアジニル試験法
- ・ チアベンダゾール及び5 - プロピルスルホニル - 1 H - ベンズイミダゾール - 2 - アミン試験法
- ・ チオジカルブ及びメソミル試験法
- ・ 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
- ・ テブ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
- ・ トリクロロ酢酸ナトリウム塩試験法
- ・ トリシクラゾール試験法
- ・ トリネキサバックエチル試験法

- ・ トリフルミゾール試験法
- ・ トリブロムサラン及びピチオノール試験法
- ・ トルフェンピラド試験法
- ・ 鉛試験法
- ・ ニコチン試験法
- ・ 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
- ・ ビフェナゼート試験法
- ・ ヒメキサゾール試験法
- ・ ピメトロジン試験法
- ・ **ピラクロストロピン試験法**
- ・ 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
- ・ ピリチオバックナトリウム塩試験法
- ・ 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
- ・ ピルリマイシン試験法
- ・ 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
- ・ フェンアミドン試験法
- ・ 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
- ・ フェンチン試験法
- ・ 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
- ・ フルカルバゾンナトリウム塩試験法
- ・ 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
- ・ プロヒドロジャスモン試験法
- ・ 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
- ・ ベンゾピシクロン試験法
- ・ 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
- ・ メタミトロン試験法
- ・ メチオカルブ試験法
- ・ メトプレン試験法
- ・ 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
- ・ ラクトパミン試験法
- ・ リン化水素試験法
- ・ 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
- ・ アゾシクロチン及びシヘキサチン試験法
- ・ 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
- ・ カルバドックス試験法
- ・ 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
- ・ クロルプロマジン試験法
- ・ ジエチルスチルベストロール試験法
- ・ 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
- ・ ダミノジッド試験法
- ・ デキサメタゾン試験法

- ・ トリアゾホス及びパラチオン試験法
- ・ - トレンボロン及び - トレンボロン試験法
- ・ 二臭化エチレン試験法
- ・ ニトロフラン類試験法
- ・ プロファム試験法

第3章 個別試験法

(追加：ピラクロストロビン試験法)

ピラクロストロピン試験法（農産物）

1．分析対象化合物

ピラクロストロピン

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。

ピラクロストロピン標準品 本品はピラクロストロピン98%以上を含み、融点は60～65 である。

4．試験溶液の調製

1) 抽出

穀類、豆類及び種実類の場合

試料10.0 gに水20 mLを加え、2時間放置する。これにメタノール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、メタノール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20 mLまで濃縮する。これに5%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30 mLを加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30 mLずつで2回振とう抽出する。アセトニトリル層を40 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン及び*n*-ヘキサン（1：19）混液5 mLを加えて溶かす。

果実、野菜及びハーブの場合

試料20.0 gに、メタノール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、メタノール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20 mLまで濃縮する。これに5%塩化ナトリウム溶液200 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及び*n*-ヘキサン（1：19）混液5 mLを加えて溶かす。

2) 精製

シリカゲル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シリカゲル（粒径63～200 μm）5 gを*n*-ヘキサンに懸濁させて充てんし、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、アセトン及び*n*-ヘキサン（1：19）混液45 mLを注入し、流出液は捨てる。次いでアセトン及び*n*-ヘキサン（3：17）混液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及び*n*-ヘキサン（1：19）混液3 mLを加えて溶かす。

エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルクロマトグラフィー

エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラム（500 mg）にアセトン、*n*-ヘキサン及びアセトン及び*n*-ヘキサン（1：19）混液各10 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに 得られた溶液を注入した後、アセトン及び*n*-ヘキサン（1：19）混液12 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及び水（3：2）混液に溶解し、穀類、豆類及び種実類の場合は正確に4 mL、果実、野菜及びハーブの場合は正確に8 mLとしたものを、孔径0.45 μmのメンブランフィルターを用いてろ過し、試験溶液とする。

5．検量線の作成

ピラクロストロピン標準品の0.025～0.5 mg/Lアセトニトリル及び水（3：2）混液溶液を数点調製し、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の検量線でピラクロストロピンの含量を求める。

7．確認試験

LC/MSにより確認する。

8．測定条件

1) HPLC

検出器：UV（波長275 nm）

カラム：トリアコンチルシリル化シリカゲル（粒径5 μm）、内径4.6 mm、長さ250 mm

カラム温度：40

移動相：アセトニトリル、水及びメタノール（11：8：1）混液

保持時間の目安：21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 μm）、内径2～2.1 mm、長さ150 mm

カラム温度：40

移動相：アセトニトリル及び0.01%ギ酸溶液混液（1：1）から（3：2）までの濃度勾配を20分間で行い、さらに（9：1）で5分間送液する。

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（*m/z*）：388

注入量：2 μL

保持時間の目安：19分

9．定量限界

0.01 mg/kg

10．留意事項

1) 試験法の概要

ピラクロストロピンを試料からメタノールで抽出し、*n*-ヘキサンに転溶する。果実、野菜及びハーブはそのまま、穀類、豆類及び種実類の場合はアセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂した後、シリカゲルカラム及びエチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラムにより精製し、HPLC-UVで測定、LC/MSで確認する方法である。

2) 注意点

HPLC分析において、試料由来の妨害成分を除去できない場合は、LC/MSを用いて測定を行う。

エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラムから妨害成分が溶出するため、あらかじめ、アセトン、*n*-ヘキサン及びアセトン及び*n*-ヘキサン（1：19）混液各10 mLで洗浄して使用する。

試料によって不溶物が残ることから、これを除去する目的でメンブランフィルターを使用する。

1 1 . 参考文献

なし

1 2 . 類型

C

ピラクロストロピン試験法（畜産物）

1．分析対象化合物

ピラクロストロピン

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。

ピラクロストロピン標準品 本品はピラクロストロピン98%以上を含み、融点は60～65 である。

4．試験溶液の調製

1) 抽出

筋肉、脂肪、肝臓、腎臓、その他の食用部分、卵及び乳の場合は、5.00 gを量り採る。乳の場合は、よく混合して均一化した後、その5.00 gを量り採る。

これにアセトニトリル50 mL、アセトニトリル飽和 *n*-ヘキサン50 mL及び無水硫酸ナトリウム10 gを加え、ホモジナイズした後、毎分3,000回転で5分間遠心分離を行う。アセトニトリル層を採り、ヘキサン層及び残留物にアセトニトリル50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様に遠心分離を行う。得られたアセトニトリル層を先のアセトニトリル層に合わせ、40 以下で濃縮し溶媒を除去する。これに5%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及び *n*-ヘキサン（1：19）混液5 mLを加えて溶かす。

2) 精製

シリカゲル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シリカゲル（粒径63～200 μm）5 gを *n*-ヘキサンに懸濁させて充てんし、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、アセトン及び *n*-ヘキサン（1：19）混液45 mLを注入し、流出液は捨てる。次いでアセトン及び *n*-ヘキサン（3：17）混液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及び *n*-ヘキサン（1：19）混液3 mLを加えて溶かす。

エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルクロマトグラフィー

エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラム（500 mg）にアセトン、*n*-ヘキサン及びアセトン及び *n*-ヘキサン（1：19）混液各10 mLを順次注入し、流出液は捨てる。このカラムに 得られた溶液を注入した後、アセトン及び *n*-ヘキサン（1：19）混液12 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及び水（3：2）混液に溶解し、正確に2 mLとしたものを孔径0.45 μmのメンブランフィルターを用いてろ過し、試験溶液とする。

5．検量線の作成

ピラクロストロピン標準品の0.025～0.5 mg/Lアセトニトリル及び水（3：2）混液溶液を数点調製し、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の検量線でピラクロストロピンの含量を求める。

7．確認試験

LC/MSにより確認する。

8．測定条件

1) HPLC

検出器：UV（波長275 nm）

カラム：トリアコンチルシリル化シリカゲル（粒径5 µm）、内径4.6 mm、長さ250 mm

カラム温度：40

移動相：アセトニトリル、水及びメタノール（11：8：1）混液

保持時間の目安：21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 µm）、内径2.1 mm、長さ150 mm

カラム温度：40

移動相：アセトニトリル及び0.01%ギ酸溶液混液（1：1）から（3：2）までの濃度勾配を20分間で行い、さらに（9：1）で5分間送液する。

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（*m/z*）：388

注入量：2 µL

保持時間の目安：19分

9．定量限界

0.01 mg/kg

10．留意事項

1) 試験法の概要

ピラクロストロピンを試料からアセトニトリルで抽出すると同時に *n*-ヘキサン洗浄し、*n*-ヘキサンに転溶した後、シリカゲルカラム及びエチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラムにより精製し、HPLC-UVで測定、LC/MSで確認する方法である。

2) 注意点

HPLC分析において、試料由来の妨害成分を除去できない場合は、LC/MSを用いて測定を行う。

エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラムから妨害成分が溶出するため、あらかじめ、アセトン、*n*-ヘキサン及びアセトン及び *n*-ヘキサン（1：19）混液各10 mLで洗浄して使用する。

試料によって不溶物が残ることから、これを除去する目的でメンブランフィルターを使用する。

11．参考文献

なし

12．類型

C