酢酸エチル　当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含まないものを用いる。
弱塩基性陰イオン交換樹脂ミニカラム（150mg）　内径12～13㎜のポリエチレン製のカラム管に，弱塩基性陰イオン交換樹脂150mgを充塡したもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。
スチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラム（500mg）　内径12～13㎜のポリエチレン製のカラム管に，スチレンジビニルベンゼン共重合体500mgを充塡したもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。
ｎ－ヘキサン　当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含まないものを用いる。
水　蒸留水，精製水，純水等の化学分析に適したものを用いる。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含む場合には，ｎ－ヘキサン等の溶媒で洗浄したものを用いる。
無水硫酸ナトリウム　当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含まないものを用いる。
メタノール　当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含まないものを用いる。

３．標準品

３－メチルキノキサリン－２－カルボン酸　本品は３－メチルキノキサリン－２－カルボン酸96％以上を含む。
キノキサリン－２－カルボン酸　本品はキノキサリン－２－カルボン酸95％以上を含む。

４．試験溶液の調製

ａ　抽出法

①　筋肉，肝臓，腎臓，魚介類，乳，卵及び脂肪の場合

脂肪の場合は，検体を細切均一化した後，その5.00ｇを量り採る。
脂肪以外の場合は，検体を細切均一化した後，その10.0ｇを量り採る。
これに２mol／１水酸化カリウム・メタノール溶液20mlを加え，還流冷却器を取り付けて，85℃の水浴中で２時間加熱した後，放冷する。これにメタノール60mlを加え，10分間激しく振とうした後，吸引ろ過する。ろ過器をメタノール20mlで洗い，洗液を先のろ液に合わせて，メタノールで正確に200mlとした後，20mlを採り，３mol／１塩酸２mlを加える。

②　はちみつの場合

検体を均一化した後，その10.0ｇを量り採る。これに水20mlを加えて溶かし，塩酸0.5mlを加える。これにメタノール100mlを加え，均一化した後，吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にメタノール50mlを加え，均一化した後，吸引ろ過する。得られたろ液を合わせて，メタノールで正確に200mlとする。この20mlを採り，水100mlを加え，酢酸エチル50mlで３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。この残留物にギ酸及びメタノール（１：500）混液５mlを加えて溶かす。

ｂ　精製法

①　筋肉，肝臓，腎臓，魚介類，乳，卵及び脂肪の場合

イ　スチレンジビニルベンゼン共重合体カラムクロマトグラフィー

スチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラム（500mg）に，水及びメタノール（１：10）混液10mlを注入し，流出液は捨てる。このカラムにａ　抽出法で得られた溶液を注入した後，水及びメタノール（１：10）混液６mlを注入し，溶出液を合わせて分液漏斗に移し，ｎ－ヘキサン20mlで２回振とうしてヘキサン層は捨てる。次いで，水100mlを加え，酢酸エチル50mlで３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。この残留物にギ酸及びメタノール（１：500）混液５mlを加えて溶かす。

ロ　エチレンジアミン－Ｎ－プロピルシリル化シリカゲルカラム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（500mg）にギ酸及びメタノール（１：500）混液10mlを注入し，流出液は捨てる。このカラムにイ　スチレンジビニルベンゼン共重合体カラムクロマトグラフィーで得られた溶液を注入し，更にギ酸及びメタノール（１：500）混液５mlを注入し，流出液は捨てる。次いでギ酸及びメタノール（３：97）混液20mlを注入し，溶出液を40℃以下で濃縮し，溶媒を除去する。この残留物にギ酸及びメタノール（３：97）混液２mlを加えて溶かし，水３mlを加え，よく混合する。

ハ　弱塩基性陰イオン交換樹脂カラムクロマトグラフィー

弱塩基性陰イオン交換樹脂ミニカラム（150mg）にメタノール５ml及び水５mlを順次注入し，流出液は捨てる。このカラムにロ　エチレンジアミン－Ｎ－プロピルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィーで得られた溶液を注入し，流出液は捨てる。次いで水５mlを注入し，流出液は捨てる。更にメタノール10mlを注入し，流出液を捨てた後，25％アンモニア水及びメタノール（１：19）混液５mlを注入し，溶出液を40℃以下で濃縮し，溶媒を除去する。この残留物を水及びメタノール（１：１）混液に溶かし，脂肪以外の場合は正確に１ml，脂肪の場合は正確に0.5mlとしたものを試験溶液とする。

②　はちみつの場合

イ　エチレンジアミン－Ｎ－プロピルシリル化シリカゲルカラム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（500mg）にギ酸及びメタノール（１：500）混液10mlを注入し，流出液は捨てる。このカラムにａ　抽出法で得られた溶液を注入し，更にギ酸及びメタノール（１：500）混液５mlを注入し，流出液は捨てる。次いでギ酸及びメタノール（３：97）混液20mlを注入し，溶出液を40℃以下で濃縮し，溶媒を除去する。この残留物にギ酸及びメタノール（３：97）混液２mlを加えて溶かし，水３mlを加え，よく混合する。

ロ　弱塩基性陰イオン交換樹脂カラムクロマトグラフィー

弱塩基性陰イオン交換樹脂ミニカラム（150mg）にメタノール５ml及び水５mlを順次注入し，流出液は捨てる。このカラムにイ　エチレンジアミン－Ｎ－プロピルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィーで得られた溶液を注入し，流出液は捨てる。次いで水５mlを注入し，流出液は捨てる。更にメタノール10mlを注入し，流出液を捨てた後，25％アンモニア水及びメタノール（１：19）混液５mlを注入し，溶出液を40℃以下で濃縮し，溶媒を除去する。この残留物を水及びメタノール（１：１）混液に溶かし，正確に１mlとしたものを試験溶液とする。

５．操作法

ａ　検量線の作成

３－メチルキノキサリン－２－カルボン酸及びキノキサリン－２－カルボン酸各標準品をそれぞれメタノールに溶かして標準原液を調製し，混合した後，水及びメタノール（１：１）混液を用いて標準溶液を数点調製する。それぞれ液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計に注入し，ピーク高法又はピーク面積法により検量線を作成する。なお，本法に従って試験溶液を調製した場合，試料中0.001mg／kgに相当する試験溶液中濃度は各化合物ともに0.001mg／１である。

ｂ　定量試験

試験溶液を液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計に注入し，ａ　検量線の作成により３－メチルキノキサリン－２－カルボン酸及びキノキサリン－２－カルボン酸の定量を行う。

ｃ　確認試験

液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計により確認する。