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。
d　測定条件
カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル　内径2.1㎜、長さ150㎜、粒子径３μｍ
カラム温度：40℃
移動相：アセトニトリル及び10mmol／１酢酸アンモニウム溶液の混液（３：７）
イオン化モード：エレクトロスプレーイオン化法　ネガティブイオンモード
主なイオン（ｍ／ｚ）：
プリカーサーイオン321、プロダクトイオン152
プリカーサーイオン323、プロダクトイオン152
注入量：５μl
保持時間の目安：４分
第一のAの5のロを加え、同⑥を同⑧とし、同⑧の混じ次を加える。
⑺　カプタホール試験法（畜水産物）
１．装置
電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフを用いる。
２．試薬・試液
次に示すもの以外は、第２　添加物の部Ｃ　試薬・試液等の項に示すものを用いる。
アセトニトリル　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。
アセトン　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。
エーテル　ジエチルエーテル。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。
塩化ナトリウム　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。
グラファイトカーボンミニカラム（250mg）　内径８～９㎜のポリエチレン製のカラム管に、グラファイトカーボン250mg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。
合成ケイ酸マグネシウムミニカラム（910mg）　内径８～９㎜のポリエチレン製のカラム管に、合成ケイ酸マグネシウム910mg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。
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。
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。
３．標準品
カプタホール標準品　本品はカプタホール97％以上を含む。
４．試験溶液の調製
a　抽出法
①　筋肉、脂肪、肝臓及び腎臓並びに魚介類の場合
脂肪の場合は、分解をできるだけ避けるために包丁等で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、分解をできるだけ避けるために包丁等で検体を細切均一化した後、その10.0ｇを量り採る。しじみ等の一個体が小さいものは、検体を正確に量り、重量比で１／２量の10vol％リン酸溶液を加え、細切均一化した後、検体10.0ｇに相当する量を量り採る。
これに３vol％リン酸溶液20ml（しじみ等の場合は水10ml）及びアセトン100mlを加えて細砕した後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン50mlを加えて細砕した後、吸引ろ過する。得られたろ液を合わせて、40℃以下で約20mlまで濃縮する。これに10ｗ／ｖ％塩化ナトリウム溶液100mlを加え、ｎ－ヘキサン100ml及び50mlで２回振とう抽出する。抽出液を合わせ、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30mlを加え、ｎ－ヘキサン飽和アセトニトリル30mlで２回振とう抽出する。抽出液を合わせ、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－ヘキサンの混液（１：１）を加えて溶かし、正確に20mlとする。この溶液から正確に２ml（脂肪の場合は正確に４ml）を採り、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にエーテル及びｎ－ヘキサンの混液（１：４）５mlを加えて溶かす。
②　乳、卵及びはちみつの場合
検体を均一化した後、その10.0ｇを量り採る。これに３vol％リン酸溶液20ml及びアセトン100mlを加えて細砕した後、毎分3,000回転で５分間遠心分離し、上澄液を採る。残留物にアセトン50ml（はちみつの場合は水20ml及びアセトン50ml）を加えて細砕した後、上記と同様に遠心分離する。得られた上澄液を合わせ、40℃以下で約20ml（はちみつの場合は約50ml）まで濃縮する。これに10ｗ／ｖ％塩化ナトリウム溶液100mlを加え、ｎ－ヘキサン100ml及び50mlで２回振とう抽出する。抽出液を合わせ、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30mlを加え、ｎ－ヘキサン飽和アセトニトリル30mlで２回振とう抽出する。抽出液を合わせ、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－ヘキサンの混液（１：１）を加えて溶かし、正確に20mlとする。この溶液から正確に２mlを採り、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にエーテル及びｎ－ヘキサンの混液（１：４）５mlを加えて溶かす。
b　精製法
①　合成ケイ酸マグネシウムカラムクロマトグラフィー
合成ケイ酸マグネシウムミニカラム（910mg）にｎ－ヘキサン５ml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、エーテル及びｎ－ヘキサンの混液（１：４）５mlを注入し、流出液は捨てる。この溶液に酢酸エチル及びｎ－ヘキサンの混液（１：９）30ml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ニトリル５mlを加えて溶かす。
②　グラファイトカーボンカラムクロマトグラフィー
グラファイトカーボンミニカラム（250mg）にアセトニトリル５mlを注入し、流出液は捨てる。このカラムに①　合成ケイ酸マグネシウムカラムクロマトグラフィーで得られたアセトニトリル溶液を注入した後、アセトニトリル15ml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ｎ－ヘキサンに溶かし、正確に２mlとしたものを試験溶液とする。
５．操作法
a　検量線の作成
カプタホール標準品をアセトンに溶かして500mg／１とし標準原液とする。標準原液１mlをアセトンで正確に25mlとし、20mg／１溶液（アセトン）を調製する。この溶液をｎ－ヘキサンで希釈した溶液を数点調製し、それぞれ電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入し、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0.01mg／kgに相当する試験溶液中濃度は0.005mg／１である。