

薬生食基発1225第3号  
平成29年12月25日

各  $\left( \begin{array}{c} \text{都 道 府 県} \\ \text{保健所設置市} \\ \text{特 別 区} \end{array} \right)$  衛生主管部（局）長 殿

厚生労働省医薬・生活衛生局  
食品基準審査課長  
(公 印 省 略)

食品、添加物等の規格基準に定められた食品に  
残留する農薬等の試験法における留意事項について

食品、添加物等の規格基準の一部を改正する件（平成29年厚生労働省告示第361号）が本日公布されたことから、試験を実施するに際しての留意事項を別添のとおり通知します。

## 試験実施に際しての留意事項

## 1. ジエチルスチルベストロール試験法

## (1) 分析対象化合物

ジエチルスチルベストロール

ジエチルスチルベストロールグルクロン酸抱合体

## (2) 分析対象食品

畜水産物

## (3) 留意事項

## 1) 試験法の概要

ジエチルスチルベストロール及びジエチルスチルベストロールグルクロン酸抱合体を試料からエタノール及び水 (9 : 1) 混液で抽出する。ジエチルスチルベストロールグルクロン酸抱合体を $\beta$ -グルクロニダーゼで加水分解してジエチルスチルベストロールに変換した後、酢酸エチル及び $n$ -ヘキサン (3 : 1) 混液に転溶する。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で精製した後、液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計 (LC-MS/MS) で定量及び確認する方法である。

## 2) 注意点

- ① ジエチルスチルベストロールの LC-MS/MS 測定で、試験法開発時に使用したイオンを以下に示す。  
定量イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 267、プロダクトイオン 237  
定性イオン ( $m/z$ ) : プリカーサーイオン 267、プロダクトイオン 222
- ② 加水分解操作については、ジエチルスチルベストロールグルクロン酸抱合体標準品を用いて、加水分解が十分に行われていることを確認する。また、加水分解に用いる酵素濃度及び加温温度は、適宜変更しても良い。
- ③ 加水分解反応は、振とう機等を用いて、水浴中で緩やかに振とうしながら行う。
- ④ 加水分解を行う際、溶液の pH が 4.5~5.0 の範囲内であることを確認する。
- ⑤ ジエチルスチルベストロールは *trans* 体であるが、分析操作中に *cis* 体に変換することが報告されている。本試験法開発時には *trans* 体から *cis* 体への変換は確認されなかったが、過度な濃縮乾固を行った場合には *trans* 体から *cis* 体に変換する可能性があるため、溶媒除去の際は約 1 mL まで減圧濃縮し、穏やかに窒素気流を吹き付けて溶媒を除去すること。*trans* 体での回収率が低い場合は、*cis* 体の生成に留意すること。
- ⑥ *cis* 体の相対保持時間 (*trans* 体の保持時間を 1.00 とした場合の保持時間) は、告示の測定条件 (例) に従って操作した場合、1.3~1.5 付近である。

- ⑦ 試験法開発時に検討した食品：牛の筋肉、牛の脂肪、牛の肝臓、牛乳、鶏卵、さけ、しじみ及びはちみつ
- ⑧ 検体から試験に用いる試料を採取するに当たっては、別に規定する場合を除き、「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号医薬食品局食品安全部長通知）の第1章総則の4．試料採取に従うこととする。