

クロルスロン試験法について（案）

クロルスロンについては、ポジティブリスト制度導入時に設定された暫定基準の見直しが平成 22 年に行われ、「現時点で得られている知見からは、クロルスロンの遺伝毒性及び発がん性について結論を導くことは困難であるため、ADI を設定することは適当でない」とする食品安全委員会の食品健康影響評価の結果を踏まえ、薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会において、「食品に含有されるものであってはならない」（以下「不検出基準」という。）と改定することとされた。

従来、不検出基準を含む農薬等については、試験法の検出限界により規制が行われることから、規格基準の改正と同時に試験法を告示し、併せてその検出限界を別途通知しているところである。

以上のとおり、クロルスロンの試験法について開発を進めてきたところ、今般、その開発が終了したため、同試験法について審議するものである。

1. 概要

(1) 分析対象の化合物

クロルスロン

(2) 分析対象食品

畜水産物

(3) 試験法

詳細な試験法は別紙のとおり。

(4) 検出限界 0.001 mg/kg

2. 真度及び精度の評価

以下の食品を対象として真度及び併行精度の確認を実施した。

牛の筋肉、牛の脂肪、牛の肝臓、豚の筋肉、牛乳、鶏卵、さけ、うなぎ、しじみ
はちみつ

表 検討結果の真度及び併行精度

	検討結果	目標値
真度	80.6～110.3%	70～120%
併行精度	1.7～8.8%	30%未満

3. 答申案

別紙のとおり。

(参考) これまでの経緯

平成19年	3月16日	厚生労働大臣から食品安全委員会委員長あてに残留基準設定に係る食品健康影響評価について要請
平成22年	7月1日	食品安全委員会から委員長から厚生労働大臣あてに食品健康影響評価について通知
平成22年	9月14日	薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会農薬・動物用医薬品部会
平成23年	3月8日	薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会
平成23年度		試験法開発
平成24年	6月～平成26年12月	残留農薬等公示分析法検討会で随時検討
平成27年	2月24日	厚生労働大臣から食品安全委員会委員長あてに告示試験法改定に係る食品健康影響評価について照会
平成27年	2月24日	食品安全委員会委員長から厚生労働大臣あてに回答について通知
平成27年	3月3日	薬事・食品衛生審議会へ諮問
平成27年	3月13日	薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会農薬・動物用医薬品部会

● 薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会農薬・動物用医薬品部会

[委員]

石井 里枝	埼玉県衛生研究所水・食品担当部長
○大野 泰雄	公益財団法人木原記念横浜生命科学振興財団理事長
尾崎 博	東京大学大学院農学生命科学研究科獣医薬理学教室教授
斉藤 貢一	星薬科大学薬品分析化学教室教授
佐々木 一昭	東京農工大学大学院農学研究院動物生命科学部門准教授
佐藤 清	一般財団法人残留農薬研究所技術顧問
佐野 元彦	東京海洋大学海洋生物資源学部門教授
永山 敏廣	明治薬科大学薬学部薬学教育研究センター薬学教育部門教授
根本 了	国立医薬品食品衛生研究所食品部第一室長
二村 睦子	日本生活協同組合連合会組織推進本部環境事業推進部長
宮井 俊一	一般社団法人日本植物防疫協会技術顧問
由田 克士	大阪市立大学大学院生活科学研究科公衆栄養学教授
吉成 浩一	静岡県立大学薬学部衛生分子毒性学分野教授
鰐淵 英機	大阪市立大学大学院医学研究科分子病理学教授

(○：部会長)

答申（案）

クロルスロン試験法（畜水産物）

クロルスロンはクロルスロンを分析対象とする。

1. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（以下「LC-MS/MS」という。）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。

なお、「（特級）」と記載したものは、日本工業規格試薬の特級の規格に適合するものであることを示す。

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となる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となる物質を含まないものを用いる。

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 (1,000 mg) 内径 10~12 mm のポリエチレン製のカラム管に、エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル 1,000 mg を充てん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。

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となる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となる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となる物質を含まないものを用いる。

3. 標準品

クロルスロン標準品 本品はクロルスロン 98%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

a 抽出法

筋肉、脂肪、肝臓、腎臓、魚介類、乳及び卵の場合は、検体を細切均一化した後、試料 10.0 g を量り採る。はちみつの場合は、検体を均一化した後、試料 10.0 g を量り採り、これに水 20 mL を加えて溶かす。

これにアセトン 100 mL を加え、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 50 mL を加えて細砕し、上記と同様に毎分 3,000 回転で 5 分間遠心分離し、上澄液を採る。得られた上澄液を合わせ、アセトンを加えて正確に 200 mL とする。この 20 mL を採り、10 w/v% 塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、酢酸エチル 100 mL 及び 50 mL 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 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。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 (1 : 1) 混液 2 mL を加えて溶かす。

b 精製法

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 (1,000 mg) にアセトン及び *n*-ヘキサン各 5 mL を順次注入し、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、さらにアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液 10 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトン 15 mL を注入し、溶出液を 40°C 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 (1 : 1) 混液に溶かし、正確に 5 mL としたものを試験溶液とする。

5. 操作法

a. 検量線の作成

クロルスロン標準品のアセトニトリル及び水 (1 : 1) 混液の溶液を数点調製し、それぞれ LC-MS/MS 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。なお、本法に従って試験溶液を調製した場合、試料中 0.001 mg/kg に相当する試験溶液中濃度は 0.0002 mg/L である。

b. 定量試験

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、a の検量線の作成で作成した検量線でクロルスロンの定量を行う。

c. 確認試験

LC-MS/MS により確認する。

d. 測定条件

(例)

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径 2.1 mm、長さ 150 mm、粒子径 3 µm

カラム温度：40°C

移動相：アセトニトリル及び 40 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液混液 (1 : 9) で 1 分間保持し、(4 : 1) までの濃度勾配を 9 分間で行う。

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 380、プロダクトイオン 344

プリカーサーイオン 378、プロダクトイオン 342

注入量：5 µL

保持時間の目安：6 分