

カプタホール試験法（案）

カプタホールは、ポジティブリスト制度導入時に、食品中に「不検出」とする農薬等の成分である物質として新たに定められた。

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が別途通知されているところである。当該成分の試験法については、厚生省告示第370号において示されているが、この試験法は農産物に特化して開発されたものであり、畜水産物の全般に渡ってその試験法の性能が評価されたものではなかった。

そのため、畜水産物を対象としたカプタホールの試験法について開発が進められてきたところ、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

カプタホール

(2) 分析対象食品

畜水産物

(3) 試験法の概要

試料からリン酸酸性下アセトンで抽出し、*n*-ヘキサンに転溶する。アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂した後、合成ケイ酸マグネシウムミニカラムで精製する。さらにグラファイトカーボンミニカラムで精製後、GC-ECDで定量及び確認する方法である。

(4) 検出限界 0.01 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、えび、さけ、うなぎ、しじみ、牛乳、鶏卵及びはちみつ

表 検討結果の真度及び併行精度

	検討結果	目標値
真度	89～112%	70～120%
併行精度	2～6%	15%未満

3. 答申案

別紙のとおり。

(参考) これまでの経緯

平成17年11月29日 残留基準告示

平成27年 3月

～平成27年12月 残留農薬等公示分析法検討会で随時検討

平成28年 5月17日 薬事・食品衛生審議会へ諮問

平成28年 5月18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28年 5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28年 5月27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]

穂山 浩	国立医薬品食品衛生研究所食品部長
石井 里枝	埼玉県衛生研究所化学検査室長
○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基礎薬学部門教授
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組合員活動部部長
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）

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（250 mg）内径8～9 mmのポリエチレン製のカラム管に，グラファイトカーボン250 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。

合成ケイ酸マグネシウムミニカラム（910 mg）内径8～9 mm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910 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。

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，腎臓及び魚介類の場合

脂肪の場合は，分解をできるだけ避けるために包丁などで検体を細切均一化した後，その5.00 g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などで検体を細切均一化した後，その10.0 gを量り採る。しじみなど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10 vol%リン酸溶液を加え、磨砕均一化した後、検体10.0 gに相当する量を量り採る。

これに3 vol%リン酸溶液20 mL（しじみなどの場合は水10 mL）及びアセトン100 mLを加え、細砕した後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン50 mLを加えて細砕した後、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10 w/v%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）混液を加えて溶かし、正確に20 mLとする。この溶液から正確に2 mL（脂肪の場合は正確に4 mL）を分取し、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（1：4）混液5 mL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10.0 gを量り採る。これに3 vol%リン酸溶液20 mL及びアセトン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（はちみつの場合は水20 mL及びアセトン50 mL）を加えて細砕した後、上記と同様に遠心分離し、得られた上澄液を合わせ、40℃以下で約20 mL（はちみつの場合は約50 mL）まで濃縮する。これに10 w/v%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）混液を加えて溶かし、正確に20 mLとする。この溶液から正確に2 mLを分取し、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（1：4）混液5 mL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（910 mg）に*n*-ヘキサン5 mL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）5 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：9）混液30 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ニトリル5 mL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（250 mg）にアセトニトリル5 mL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15 mLを注入し、全溶出液を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2 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

カプタホール標準品をアセトンに溶解して500 mg/L とし標準原液とする。標準原液1 mL をアセトンで25 mL に定容し、20 mg/L 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0.01 ppm に相当する試験溶液中濃度は0.005 mg/L である。

b 定量試験

試験溶液を電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに注入し、a 検量線の作成によりカプタホールの定量を行う。

c 確認試験

電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフにより確認する。

d 測定条件

定量用

カラム：5%フェニル-メチルシリコン 内径0.25 mm, 長さ30 m, 膜厚0.25 μ m

カラム温度：50°C（1分）-25°C/分-125°C-10°C/分-300°C（5分）

注入口温度：230°C

検出器温度：300°C

キャリアーガス：ヘリウム

注入量：1 μ L

保持時間の目安：18分

確認用

カラム：35%フェニル-メチルシリコン 内径0.25 mm, 長さ30 m, 膜厚0.25 μ m

保持時間の目安：19分

他の条件は定量用と同じ。