

## 酢酸メレンゲステロール試験法（案）

酢酸メレンゲステロールについて、食品安全委員会が食品健康影響評価を行い、一日摂取許容量として  $0.025 \mu\text{g}/\text{kg}$  体重/日を設定した。

この評価結果を踏まえ、平成 29 年 2 月 1 日に開催された薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会農薬・動物用医薬品部会において、ポジティブリスト制度導入時に設定された基準値（いわゆる暫定基準）の見直しを行い、海外で使用が認められている牛の食用組織に新たな基準値を設定するとともに、一部の食品（豚の食用組織等）について「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。）とすることとされた。

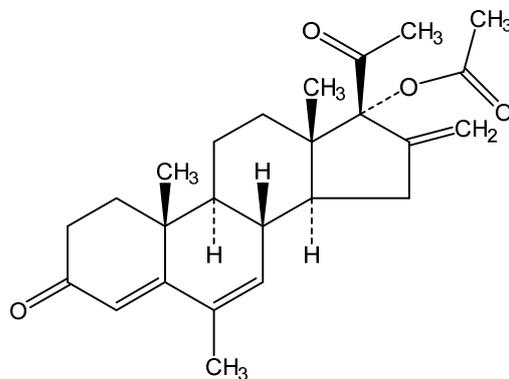
従来、不検出基準を含む動物用医薬品等については、試験法の検出限界により規制が行われることから、規格基準の改正と同時に試験法を告示し、併せてその検出限界が別途通知されているところである。

そのため、酢酸メレンゲステロ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

酢酸メレンゲステロール



#### (2) 分析対象食品

牛の筋肉、牛の脂肪、牛の肝臓、牛の腎臓、豚の筋肉

#### (3) 試験法の概要

酢酸メレンゲステロールを試料から酢酸酸性下、*n*-ヘキサン及び無水硫酸ナトリウム存在下で、アセトニトリルで抽出する。オクタデシ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で定量及び確認する方法である。

#### (4) 検出限界 $0.0005 \text{ mg}/\text{kg}$

## 2. 真度及び精度等の評価

以下の食品を対象として添加回収試験（添加濃度 0.0005～0.02 ppm）を行い、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、牛の腎臓、豚の筋肉

表 検討結果の真度及び併行精度（試行数 5 で実施）

食品	残留基準 (ppm)	添加濃度 (ppm)	真度 <sup>注1)</sup> (%)	併行精度 (RSD%)	併行精度の 目標値 (RSD%)
牛の筋肉 <sup>注2)</sup>	0.001	0.001	100	6	30>
		0.0005	95	4	
牛の脂肪	0.02	0.02	97	0.5	15>
牛の肝臓	0.01	0.01	84	4	25>
牛の腎臓	0.002	0.002	82	4	25>
豚の筋肉	不検出	0.0005	94	2	30>

注1) 真度の目標値は、全ての濃度において 70～120%。

注2) 牛の筋肉での添加濃度 0.0005ppm での検討は、試行数 10 で実施。

## 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19年 1月12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28年度 試験法開発・残留農薬等公示分析法検討会で随時検討  
平成29年 1月31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29年 1月31日 薬事・食品衛生審議会へ諮問  
平成29年 2月 1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29年 2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

● 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  
井之上 浩一 立命館大学薬学部薬学科臨床分析化学研究室准教授  
折戸 謙介 麻布大学獣医生理学教授  
魏 民 大阪市立大学大学院医学研究科分子病理学准教授  
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

(○：部会長)

答申(案)

## 酢酸メレンゲステロール試験法

### 1. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計を用いる。

### 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。

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

酢酸メレンゲステロール標準品 本品は酢酸メレンゲステロール 98%以上を含む。

### 4. 試験溶液の調製

#### a 抽出法

##### ① 筋肉、脂肪、肝臓及び腎臓の場合

試料 10.0 g を量り採る。これに n-ヘキサン飽和アセトニトリル 50ml、n-ヘキサン 50ml 及び酢酸 1 ml を加えて 1 分間細切均一化した後、無水硫酸ナトリウム 20 g を加えて 2 分間細切均一化する。毎分 3,000 回転で 5 分間遠心分離した後、n-ヘキサン層を捨て、アセトニトリル層を採る。残留物にアセトニトリル 50ml を加えて 2 分間細切均一化した後、上記と同様に遠心分離する。アセトニトリル層を採り、先のアセトニトリル層と合わせ、アセトニトリルで正確に 100ml とする。この溶液から正確に 5 ml を採り、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に 0.1vol%ギ酸及びメタノール (1 : 4) 混液 1 ml を加えて溶かす。

##### ② ①に掲げる食品以外の場合

①の場合に準じて抽出を行う。

#### b 精製法

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000mg) にメタノール 5ml、0.1vol%ギ酸及びメタノール (1 : 4) 混液 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、更に 0.1vol%ギ酸及びメタノール (1 : 4) 混液 15ml を注入する。全溶出液を採り、40℃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 0.1vol%ギ酸 (1 : 3) 混液に溶かし、正確に 1 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

酢酸メレンゲステロール標準品のアセトニトリル及び 0.1vol%ギ酸（1：3）混液の溶液を数点調製し、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 0.0005mg/kg に相当する試験溶液中の濃度は 0.00025mg/l 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 検量線で得られた酢酸メレンゲステロールの含量を求める。

### 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

（例）

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

カラム温度：40°Cに保持する。

移動相：0.1vol%ギ酸及び 0.1vol%ギ酸・アセトニトリル溶液の混液（1：3）から（1：9）

までの濃度勾配を 5 分間で行い、（1：99）で 5 分間保持する。

イオン化モード：エレクトロスプレーイオン化法 ポジ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 397、プロダクトイオン 337、279

注入量：5  $\mu$ l

保持時間の目安：4分