

食安基発 0220 第 4 号  
平成 27 年 2 月 20 日

各 検疫所長 殿

医薬食品局食品安全部基準審査課長  
(公 印 省 略)

オラキンドックス及びカルバドックス試験法及び  
クレンブテロール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 27 年厚生労働省告示第 30 号）が本日公布されたことから、別添のとおり試験を実施するに際しての留意事項を通知します。

## 試験実施に際しての留意事項

## 1. オラキンドックス及びカルバドックス試験法

## 1) 試験法の概要

はちみつ以外の試料については試料を水酸化カリウム・メタノール溶液で加水分解した後、3-メチルキノキサリン-2-カルボン酸及びキノキサリン-2-カルボン酸を抽出し、塩酸酸性下でスチレンジビニルベンゼン共重合体ミニカラムにより精製した後、ヘキサンで洗浄する。酢酸エチルに転溶し、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及び弱塩基性陰イオン交換樹脂ミニカラムで精製した後、高速液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計 (LC-MS/MS) で定量及び確認する方法である。はちみつについては、3-メチルキノキサリン-2-カルボン酸及びキノキサリン-2-カルボン酸を試料から塩酸酸性下メタノールで抽出し、酢酸エチルに転溶した後、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及び弱塩基性陰イオン交換樹脂ミニカラムで精製し、LC-MS/MS で定量及び確認する方法である。

## 2) 留意事項

- ① 水酸化カリウム・メタノール溶液中での抽出時、予めスパークテル等を用い試料をほぐしておく。なお、2時間加熱をしても固形物が残る場合は時間を延長するか、スパークテル等を用いて固形物を細かくし、試料は完全に溶解させる。また、加熱アルカリ分解後の溶液は、放冷後ゼリー状に固まることがあるので、これを溶解させるためにメタノールを加えて振とうする。
- ② 加熱アルカリ分解後の溶液を吸引ろ過する際に、ろ過に時間がかかる場合には、ろ過助剤としてケイソウ土を使用すると良い。
- ③ 3-メチルキノキサリン-2-カルボン酸及びキノキサリン-2-カルボン酸の 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。

## 3-メチルキノキサリン-2-カルボン酸

定量用イオン ( $m/z$ ): プリカーサーイオン 189、プロダクトイオン 145

定性用イオン ( $m/z$ ): プリカーサーイオン 189、プロダクトイオン 143

## キノキサリン-2-カルボン酸

定量用イオン ( $m/z$ ): プリカーサーイオン 175、プロダクトイオン 129

定性用イオン ( $m/z$ ): プリカーサーイオン 175、プロダクトイオン 102

また、その他のイオンの例を示す。

## 3-メチルキノキサリン-2-カルボン酸

イオン化モード: ESI (-)

主なイオン ( $m/z$ ): プリカーサーイオン 187、

## プロダクトイオン 143、102

キノキサリン-2-カルボン酸

イオン化モード：ESI（－）

主なイオン ( $m/z$ )：プリカーサーイオン 173、  
プロダクトイオン 129、102

- ④ 検体から試験に用いる試料を採取するにあたっては、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。

## 2. クレンプテロール試験法

### 1) 試験法の概要

アセトニトリル/ヘキサン分配で脱脂し、シリカゲルミニカラム及び強酸性陽イオン交換体ミニカラムで精製した後、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。

### 2) 留意事項

- ① クレンプテロールの 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 277、プロダクトイオン 203

定性イオン ( $m/z$ )：プリカーサーイオン 277、プロダクトイオン 132

- ② 検体から試験に用いる試料を採取するにあたっては、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。