

2020年3月

食品衛生分科会

審議事項に関する資料

(1) 審議事項

- ①「乳及び乳製品の成分規格等に関する省令」における水牛乳に係る規格基準の設定について…………… 1

- ②食品中の農薬等の残留基準の設定について
 - ・イプフルフェノキン…………… 1 1
(新規の国内登録申請、畜産物及び魚介類の基準値設定)
 - ・ブロフラニリド…………… 1 7
(新規の国内登録申請)
 - ・ベンズピリモキサン…………… 2 1
(新規の国内登録申請、畜産物及び魚介類の基準値設定)

- ③農薬等の告示試験法の設定について
 - ・デキサメタゾン及びベタメタゾン試験法…………… 2 5

「乳及び乳製品の成分規格等に関する省令」における 水牛乳に係る規格基準の設定について

1. 経緯

乳及び乳製品並びにこれらを主要原料とする食品については、食品衛生法（昭和 22 年法律第 233 号）第 11 条第 1 項に基づき、乳及び乳製品の成分規格等に関する省令（昭和 26 年厚生省令第 52 号。以下「乳等省令」という。）により規格基準が定められている。

乳等省令第 2 条（定義）では、「乳」とは、生乳、牛乳、特別牛乳、生山羊乳、殺菌山羊乳、生めん羊乳、成分調整牛乳、低脂肪牛乳、無脂肪牛乳及び加工乳をいう。」と定義され、水牛の乳（以下、「水牛乳」という。）は含まれていないため、現在、水牛乳は「乳」として取り扱われておらず、また、「乳製品」の定義にも水牛乳は含まれていないため、水牛乳の加工品も「乳製品」として取り扱われていない。

一方、Codex において、「乳」とは搾乳動物から得られた通常の乳腺分泌物と定義され、水牛乳を使用したチーズはナチュラルチーズ（モッツァレラチーズ等）として取り扱われている。

このため、国際的な整合性を図る観点から、水牛乳及び水牛乳製品に関する乳等省令上の取り扱い及び必要な規格基準等の設定について、令和元年 6 月 3 日に開催した当部会において審議した。

なお、標記については、厚生労働大臣から薬事・食品衛生審議会長宛てに令和元年 5 月 30 日付けで諮問されている。

2. 水牛乳について

(1) 国際社会における水牛乳について

水牛乳は、一般に水牛 (buffalo) と呼ばれている動物から搾取した乳である。家畜化された buffalo については、形態学や行動の基準によって、河川タイプと湿地タイプの 2 つに分類され、生乳の生産に使用されているのは主に河川タイプである。河川タイプの buffalo は、インド亜大陸原産で、バルカン、イタリア、エジプトなどで飼育されている。

乳の定義について、Codex の乳・乳製品部会 (CCMMP) が作成した Codex STAN 206-1999「酪農用語の使用に関する一般規格」においては、「MILK とは、1 回以上の搾乳によって得られる、何かを加えたり取り除いたりしていない、搾乳動物の通常の乳腺分泌物であり、液体のまま消費すること、または更に加工することを目的としたものである。」と規定されており、畜種は限定されていない。

また、Codex STAN 262-2006「CODEX STANDARD FOR MOZZARELLA」では、モッツァレラチーズの原料について、「牛乳又は水牛乳若しくはそれらの混合物若しくはこれらの乳から得られた製品」として水牛乳を規定している。

水牛乳としての生産量が最も多いインドでは、Food Safety and Standards (Food Products Standards and Food Additives) Regulation, 2011 において、「MILK とは、何かを加えたり取り除いたりしていない、健康な搾乳動物の搾乳から得られる通常の乳腺分泌物である。」及び「MILK PRODUCTS とは、MILK から得られる製品である。」と規定されており、全ての乳製品の原料に、乳若しくは水牛乳が規定されている。

水牛乳の生産量が世界第 6 位 (2016 年) であるイタリアが加盟している EU では、

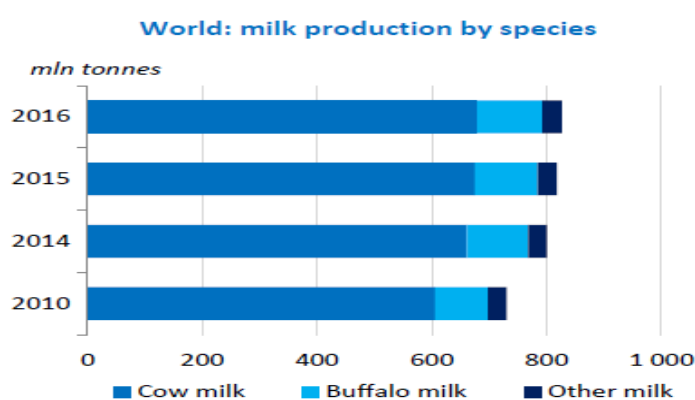
EU 規則「REGULATION (EU) No 1308/2013」において、「MILK とは、1 回以上の搾乳によって得られる、何かを加えたり取り除いたりしていない、搾乳動物の通常の乳腺分泌物である。」と規定されており、乳製品の原料について制限していない。

(2) 国際社会における水牛乳の生乳生産量等

2016 年のデータを参照した場合、水牛乳の生乳生産量は 113,519 千トン(13.7%) であり、牛乳の 678,581 千トン (82.0%) に次いで多く、乳等省令で規定している山羊乳及びめん羊乳よりも多い。(図 1、表 1 参照)

また、主要な生乳生産国は、2016 年のデータを参照した場合、インドが 79,652 千トン、パキスタンが 27,298 千トンであり、両国を合わせると 106,950 千トン (対全世界比約 94%) となる。(表 2 参照)

図 1 乳の国際的な生産量



(THE WORLD DAIRY SITUATION 2017)

表 1 畜種別生乳生産量

(千トン)

乳の種類	2005	2010	2014	2015	2016	2016 各種比率(%)
牛乳	547,840	605,612	660,787	675,212	678,581	82.0
水牛乳	<u>79,374</u>	<u>93,010</u>	<u>106,911</u>	<u>109,501</u>	<u>113,519</u>	<u>13.7</u>
山羊乳	16,708	17,668	18,814	18,998	19,256	2.3
羊乳	8,798	10,079	10,339	10,557	10,606	1.3
その他の乳	2,642	3,827	3,873	4,051	3,995	0.5

(国際酪農連盟日本国内委員会 提供資料)

表2 国別水牛生乳生産量

(千トン)

国名	2005	2010	2014	2015	2016	2016 各国比率(%)
<u>インド</u>	52,070	62,350	74,710	76,459	79,652	<u>70.2</u>
<u>パキスタン</u>	20,488	22,955	25,744	26,510	27,298	<u>24.0</u>
中国	2,800	3,050	3,100	3,136	3,136	2.8
ネパール	863	1,032	1,188	1,168	1,167	1.0
エジプト	2,300	2,653	1,072	1,121	1,143	1.0
イタリア	206	201	221	227	241	0.2
イラン	232	240	239	237	237	0.2
トルコ	38	35	55	63	63	0.1
ブルガリア	7	8	9	9	9	0.0
その他	369	485	573	571	573	0.5

(国際酪農連盟日本国内委員会 提供資料)

3. 水牛乳の成分等について

乳固形分は、牛乳の12.10%に対して、水牛乳は16.77%と高く、また、年間を通じて牛乳より高い水準(16.39~18.48%)となっている。脂質も、牛乳の3.50%に対して、水牛乳は7.45%と高く、年間を通じて牛乳より高い水準(6.57~7.97%)となっている。(表3、表4参照)

表3 各種動物の乳の組成

(%)

成分	全固形分	無脂乳固形分	タンパク質	カゼイン	脂質	乳糖	灰分
ウシ	12.10	8.60	3.25	2.6	3.50	4.60	0.75
スイギュウ	16.77	9.32	3.78	3.2	7.45	4.90	0.78

(全固形分(乳固形分) = 無脂乳固形分 + 脂質(乳脂肪分))

(牛乳 乳業技術第1巻(朝倉書店))

表4 インド産水牛乳の成分について

成分	1月	2月	3月	4月	5月	6月
乳固形分(%)	18.45	18.2	18.48	16.39	17.51	16.61
無脂乳固形分(%)	10.82	11.62	11.41	9.71	10.61	9.81
乳脂肪分(%)	7.63	6.58	7.07	6.68	6.9	6.8

	7月	8月	9月	10月	11月	12月	平均
乳固形分(%)	17.29	17.78	17.79	17.98	18.47	18.4	17.61
無脂乳固形分(%)	10.72	10.76	10.39	10.38	10.5	11.03	10.66
乳脂肪分(%)	6.57	7.02	7.4	7.6	7.97	7.37	6.94

(国際酪農連盟日本国内委員会 提供資料)

水牛乳の比重は、1.030~1.037 (インド)、1.0258~1.0364 (イタリア) とのデータがあり、現行の乳等省令の生乳の比重 1.028 以上と同等以上と考えられる。また、酸度は、0.12~0.14 (インド)、0.135~0.1575 (イタリア) とのデータがあり、現行の乳等省令の生乳の酸度 (ジャージー種の牛以外の牛から搾取したもの) 0.18%以下と同等以上と考えられる。(表5、表6参照)

なお、比重は、水を加え増量すると低下することから、生乳や途中の工程で乳への加水等の行為を防ぐために、正常乳の指標として定められており、酸度は、生乳が時間の経過とともに細菌により乳糖が分解され酸度が上昇することから、鮮度の指標として定められている。

表5 インド産水牛乳の一般的な組成について

組成	
乳脂肪分 (%)	6.1-9.6
無脂乳固形分 (%)	9.0-10.0
酸度 (乳酸として) (%)	0.12-0.14
比重 (g/ml)	1.030-1.037

(国際酪農連盟日本国内委員会 提供資料)

表6 イタリア産水牛乳の組成について

	脂質(%)	タンパク質 (%)	乳糖(%)	無脂乳固形分 (%)	酸度 (乳酸として) (%)	比重 (g/l)
最小値	6.23	3.66	3.52	7.96	0.135	1025.8
平均値	8.11	4.52	4.81	10.12	0.15	1032.9
最大値	9.72	5.07	5.38	10.96	0.1575	1036.4
標準偏差	0.47	0.18	0.12	0.21	-	0.74

酸度は titratable acidity から換算

(国際酪農連盟日本国内委員会 提供資料)

生水牛乳の生菌数としては、 $8.9 \times 10^5 \sim 52.6 \times 10^5$ cfu/ml（インド）、 $0.15 \times 10^5 \sim 46.53 \times 10^5$ cfu/ml（イタリア）とのデータがある。現行の乳等省令の生乳に係る微生物の基準は、細菌数（直接個体鏡検法）であり、生菌数とは単純に比較することはできないが、1ml 当たり 400 万以下と定められている。なお、EU 規則では、牛以外の生乳に係る生菌数の基準は 150×10^4 cfu/ml 未満となっており、インドでは、生乳に係る生菌数の基準はない。（表 7、表 8 参照）

表 7 インド産生水牛乳の生菌数について

サンプル	生菌数 (cfu/ml)
1 (n=16)	8.9×10^5
2 (n=8)	39.2×10^5
3 (n=6)	52.6×10^5

(International Journal of Current Microbiology and Applied Sciences(2015) 4(4):874-884)

表 8 イタリア産生水牛乳の生菌数について

	生菌数 (1000cfu/ml)
最小値	15
平均値	144
最大値	4653
標準偏差	590.27

(国際酪農連盟日本国内委員会 提供資料)

4. 食品健康影響評価

食品安全基本法（平成 15 年法律第 48 号）第 24 条第 1 項第 1 号及び第 3 項の規定に基づき、令和 2 年 3 月 5 日付けで食品安全委員会委員長に対して食品健康影響評価を求めた。当該評価の結果の概要は以下のとおりである（参考 1）。

- 乳を搾取してはならない水牛の要件について、改正後の規格基準が順守される限りにおいて、これにより人の健康に悪影響を及ぼすとは考え難い。
- 加工乳及び乳製品（加糖練乳を除く。）の原料として使用する生水牛乳の要件を規定することについて、比重及び酸度の要件については、衛生面に直接影響するものではないことから、これにより人の健康に悪影響を及ぼすとは考え難い。また細菌数の要件については、搾乳から集乳までの各段階において規格基準が順守される限りにおいて、これにより人の健康に悪影響を及ぼすとは考え難い。
- 水牛乳を原料としたナチュラルチーズのリステリア・モノサイトゲネスに係る成分規格については、平成 25 年 5 月 20 日付けの府食第 393 号にて通知された食品健康影響評価を踏まえ、リスク管理機関において成分規格を設定するものであり、これにより人の健康に悪影響を及ぼすとは考え難い。

5. 水牛乳に係る乳等省令の改正について

(1) 改正の概要

国際的には、乳の定義には水牛乳が含まれており、また、水牛乳を原料とした乳製品が流通することが可能となっている。

水牛乳の成分は、牛乳と同等以上であり、生水牛乳にも生乳と同じ規格を用いて管理することが妥当と考えられ、水牛乳を使用した乳製品にも現行の乳製品と同じ規格を用いて管理することが妥当と考えられる。また、生水牛乳にて生菌数が高い数値で検出されているデータがあることから、生水牛乳においても生乳と同様に細菌数を管理する必要があると考えられ、また、加工乳及び乳製品においても、現行の加工乳及び乳製品と同じ規格を用いて管理する必要があると考えられる。

以上のことから、乳及び乳製品の国際的な整合性を図るために、以下の項目について、現行の乳等の規格基準に水牛乳を規定する。

① 乳等省令第2条 (定義)

(ア) 乳等省令中の「乳」について

「乳」及び「加工乳」に「生水牛乳」を規定する。

(イ) 乳等省令中の「乳製品」について

「生水牛乳」を規定するもの。

13, クリーム、14, バター、24, 濃縮乳、25, 脱脂濃縮乳、28, 加糖練乳、29, 加糖脱脂練乳、30, 全粉乳、31, 脱脂粉乳、32, クリームパウダー、36, 加糖粉乳、37, 調製粉乳、38, 調製液状乳、41, 乳飲料

② 生水牛乳の規格基準

生乳と同様の成分規格を規定する。

③ 水牛乳を使用した乳製品の成分規格

乳脂肪分、乳固形分、大腸菌群等のほかナチュラルチーズのリステリア・モノサイトゲネスをはじめとする乳製品の規格基準について、現行の規格基準をそのまま用いることとする。

(2) 具体的な改正 (案)

以上を踏まえ、乳等省令を以下のように改正する。

なお、法制上の観点から、文言等については変更があり得る。

[定義]

第2条

この省令において「乳」とは、生乳、牛乳、特別牛乳、生山羊乳、殺菌山羊乳、生めん羊乳、生水牛乳、成分調整牛乳、低脂肪牛乳、無脂肪牛乳及び加工乳をいう。

8 この省令において「生水牛乳」とは、搾取したままの水牛乳をいう。

12 この省令において「加工乳」とは、生乳、牛乳、特別牛乳若しくは生水牛乳又はこれらを原料として製造した食品を加工したもの（成分調整牛乳、低脂肪牛乳、無脂肪牛乳、発酵乳及び乳酸菌飲料を除く。）をいう。

14 この省令において「クリーム」とは、生乳、牛乳、特別牛乳又は生水牛乳から乳脂肪分以外の成分を除去したものをいう。

※ クリームも含め、クリーム以降の以下の乳製品（定義に、「生乳、牛乳又は（若しくは）特別牛乳」との記載がある製品）についても、同様に「生水牛乳」を追記する。

バター、濃縮乳、脱脂濃縮乳、加糖練乳、加糖脱脂練乳、全粉乳、脱粉乳、クリームパウダー、加糖粉乳、調製粉乳、調製液状乳、乳飲料

別表

二 乳等の成分規格並びに製造、調理及び保存の方法の基準

(一) 乳等一般の成分規格及び製造の方法の基準

(2) 次の各号のいずれかに該当する牛、山羊、めん羊又は水牛から乳を搾取してはならないこと。

1 分べん後5日以内のもの

2 乳に影響のある薬剤を服用させ、又は注射した後、その薬剤が乳に残留している期間内のもの

3 生物学的製剤を注射し著しく反応を呈しているもの

(3) 牛乳、特別牛乳、殺菌山羊乳、成分調整牛乳、低脂肪牛乳及び無脂肪牛乳を製造する場合並びに生乳又は生水牛乳を使用する加工乳及び乳製品（加糖練乳を除く。）を製造する場合には、次の要件を備えた生乳、生山羊乳又は生水牛乳を使用すること。

c 生水牛乳

比重（摂氏一五度において） 一・〇二八以上

酸度（乳酸として） 〇・一八%以下

細菌数（直接個体鏡検法で一m l 当たり） 四〇〇万以下

（以下、略）

(五) 乳等の成分又は製造若しくは保存の方法に関するその他の規格又は基準

(2) 加工乳以外の乳、クリーム、濃縮乳及び脱脂濃縮乳にあつては他物（牛乳、成分調整牛乳、低脂肪牛乳、無脂肪牛乳、クリーム、濃縮乳又は脱脂濃縮乳を超高温直接加熱殺菌する場合において直接殺菌に使用される水蒸気並びに脱脂濃縮乳中のたんぱく質量の調整のために使用される乳糖及び生乳、牛乳、特別牛乳、生水牛乳、成分調整牛乳、低脂肪牛乳又は無脂肪牛乳からろ過により得られたものを除く。）を混入し、加工乳にあつては水、生乳、牛乳、特別牛乳、生水牛乳、成分調整牛乳、低脂肪牛乳、無脂肪牛乳、全粉乳、脱脂粉乳、濃縮乳、脱脂濃縮乳、無糖練乳、無糖脱脂練乳、クリーム並びに添加物を使用していないバター、バターオイル、バターミルク及びバターミルクパウダー以外のものを使用しないこと。

(5) 無糖練乳、無糖脱脂練乳、加糖練乳、加糖脱脂練乳、全粉乳、脱脂粉乳及び加糖粉乳にあつては他物（次の表の上欄の区分に従い、同表中欄に掲げる添加物で同表下欄に定める量を超えずに使用されるもの並びに加糖練乳、加糖脱脂練乳又は加糖粉乳に使用されるしょ糖並びに脱脂粉乳中のたんぱく質量の調整のために使用される乳糖及び生乳、牛乳、特別牛乳、生水牛乳、成分調整牛乳、低脂肪牛乳又

は無脂肪牛乳からろ過により得られたものを除く。)を使用しないこと。ただし、その種類及び混合割合につき厚生労働大臣の承認を受けた添加物については、この限りでない。

(以下、略)

(七) 乳等の成分規格の試験法

(1) 乳及び乳製品

8 乳及び乳製品の細菌数の測定法

a 生乳、生山羊乳及び生水牛乳の直接個体鏡検法による細菌数の測定法

B 測定法

検体をその容器とともに二五回以上よく振り、牛乳細菌用ミクロピペットでその検体を適当に吸収し、白布をもつてピペットの外壁に附着した乳を清しきし、次にピペット内の検体をその先端より白布を用いて吸引し、検体を正確に 0.01ml となし、その全部を載物硝子上に放出し塗沫まつ針を用いて 1cm^2 の面積に一樣に塗り約五分間かすかに加温、乾燥した後、別記の色素溶液に瞬間浸して染色し、直ちに余液を振り落とし、乾燥するのを待つて水洗し、再び乾燥して標本を作成する。

油浸レンズを装置した顕微鏡を用い、対物測微計をもつて視野の直径を 0.206mm に調節し、前記の標本を鏡検し、一六以上の代表的視野の細菌数を個々に測定し、一視野に対する平均数を求める。これに三〇万を乗じた数値の上位二けたを有効数字として略算したものを生乳、生山羊乳又は生水牛乳 1ml 中の細菌数とする。

(以下、略)

b 牛乳、特別牛乳、殺菌山羊乳、成分調整牛乳、低脂肪牛乳、無脂肪牛乳、加工乳、クリーム、調製液状乳、乳飲料、濃縮乳、脱脂濃縮乳、無糖練乳、無糖脱脂練乳、加糖練乳、加糖脱脂練乳、全粉乳、脱脂粉乳、クリームパウダー、ホエイパウダー、たんぱく質濃縮ホエイパウダー、バターミルクパウダー、加糖粉乳及び調製粉乳の標準平板培養法による細菌数(生菌数)の測定法

A 検体の採取及び試料の調製法

牛乳、特別牛乳、殺菌山羊乳、成分調整牛乳、低脂肪牛乳、無脂肪牛乳、加工乳、クリーム、調製液状乳及び乳飲料にあつては容器包装のまま採取するか、又はその成分規格に適合するかしないかを判断することのできる数量を滅菌採取器具を用いて無菌的に滅菌採取瓶に採り、濃縮乳及び脱脂濃縮乳にあつてはa 生乳、生山羊乳又は生水牛乳の直接個体鏡検法による細菌数の測定法A 検体の採取に定める方法により約 200g を採取する。この場合、四度以下の温度で保持し運搬する。検体はその後四時間以内に試験に供しなくてはならない。四時間を超えた場合は、その旨を成績書に付記しなければならない。

次に、濃縮乳及び脱脂濃縮乳を除き、滅菌採取瓶に採取したものにあってはそのまま、容器包装のまま採取したものにあってはその全部を滅菌広口瓶に無菌的に移し、二五回以上よく振り滅菌牛乳用ピペットをもって滅菌希釈瓶を用いて一〇倍及び一〇〇倍の希釈液を、更に希釈をする場合には滅菌化学用ピペットをもって同様に希釈液をつくる。

無糖練乳、無糖脱脂練乳、加糖練乳、加糖脱脂練乳、全粉乳、脱脂粉乳、クリームパウダー、ホエイパウダー、たんぱく質濃縮ホエイパウダー、バターミルクパウダー、加糖粉乳及び調製粉乳にあっては容器包装のまま採取するか、又はその成分規格に適合するかしないかを判断することのできる数量を滅菌採取器具を用いて無菌的に滅菌採取瓶に採り、濃縮乳及び脱脂濃縮乳にあっては滅菌採取瓶のまま、二五回以上よく振り、滅菌スプーンで検体一〇gを共栓三角フラスコ（栓を除いて重量八五g以下で一〇〇m lの所にかく線を有するもの）に採り、滅菌生理食塩水を加え一〇〇m lとして一〇倍希釈液をつくり、以下牛乳、特別牛乳、殺菌山羊乳、成分調整牛乳、低脂肪牛乳、無脂肪牛乳、加工乳、クリーム、調製液状乳及び乳飲料と同様に希釈液をつくる。

(以下、略)

(参考)

これまでの経緯

令和元年5月30日 薬事・食品衛生審議会へ諮問
令和元年6月3日 薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会乳肉水産食品部会
令和2年3月5日 厚生労働大臣から食品安全委員会委員長へ食品健康影響評価を依頼
3月10日 食品安全委員会委員長から厚生労働大臣へ食品健康影響評価結果の通知

(注) 当報告書は、薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会乳肉水産食品部会委員に書面にて確認の上、とりまとめたものである。

●薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会乳肉水産食品部会

<令和元年6月3日>

[乳肉水産食品部会委員]

○五十君 静信 東京農業大学応用生物科学部農芸化学科 教授
上間 匡 国立医薬品食品衛生研究所食品衛生管理部第四室長
浦郷 由季 一般社団法人全国消費者団体連絡会事務局長
及川 寛 国立研究開発法人水産研究・教育機構中央水産研究所水産物応用
開発研究センター衛生管理グループ長
大野 浩之 名古屋市衛生研究所生活環境部長
木村 凡 東京海洋大学学術研究院食品生産科学部門 教授
工藤 由起子 国立医薬品食品衛生研究所衛生微生物部長
堀端 薫 女子栄養大学給食システム研究室 准教授
本間 幸子 川崎市健康安全研究所微生物担当課長
松田 幹 名古屋大学大学院生命農学研究科 教授
松本 吉郎 公益社団法人日本医師会 常任理事
丸山 総一 日本大学生物資源科学部獣医学科 教授
山下 由美子 国立研究開発法人水産研究・教育機構中央水産研究所水産物応用開
発研究センター安全性評価グループ長
横山 敬子 東京都健康安全研究センター病原細菌研究科長
渡辺 麻衣子 国立医薬品食品衛生研究所衛生微生物部 第三室長

(○：部会長)

イプフルフェノキン (Ipflufenquin)

審議の対象	農薬の食品中の残留基準の設定
経緯	農薬取締法に基づく新規の農薬登録申請に伴う基準値設定の要請並びに魚介類及び畜産物への基準設定の要請を受け、残留基準を設定する。
構造式	
用途	農薬／殺菌剤
作用機構	新規骨格を有する殺菌剤である。詳細は不明であるが、既存の殺菌剤（DMI 剤、QoI 剤、SDHI 剤等）とは異なる作用機構により作用を示すと考えられている。
適用作物／適用病害虫等	りんご／うどんこ病 等
我が国の登録状況	農薬：登録されていない。
諸外国の状況	JMPR における毒性評価はなされておらず、国際基準も設定されていない。 米国、カナダ、EU、豪州及びニュージーランドについて調査した結果、いずれの国及び地域においても基準値が設定されていない。
食品安全委員会における食品健康影響評価結果	<p><u>ADI:0.048 mg/kg 体重/day</u> [設定根拠] 2年間 慢性毒性／発がん性併合試験（雄ラット・混餌。発がん性は認められなかった。最小毒性量における毒性所見は下顎切歯淡色化）</p> <p>無毒性量 4.84 mg/kg 体重/day 安全係数 100</p> <p><u>ARfD:1.2 mg/kg 体重</u> [設定根拠] 急性神経毒性試験（ラット・強制経口。最小毒性量における毒性所見は体温低下等）</p> <p>無毒性量 125 mg/kg 体重 安全係数 100</p>
基準値案	別紙1のとおり。 残留の規制対象物質：イプフルフェノキンとする。

<p>暴露評価</p>	<p>①長期暴露評価 TMDI/ADI 比は、以下のとおり。</p> <table border="1" data-bbox="571 230 1457 456"> <thead> <tr> <th></th> <th>TMDI/ADI (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>国民全体 (1 歳以上)</td> <td>35.0</td> </tr> <tr> <td>幼小児 (1~6 歳)</td> <td>45.4</td> </tr> <tr> <td>妊婦</td> <td>24.3</td> </tr> <tr> <td>高齢者 (65 歳以上)</td> <td>46.2</td> </tr> </tbody> </table> <p>TMDI：理論最大一日摂取量 (Theoretical Maximum Daily Intake)</p> <p>②短期暴露評価 各食品の短期推定摂取量 (ESTI) を算出したところ、国民全体 (1 歳以上) 及び幼小児 (1~6 歳) のそれぞれにおける摂取量は急性参照用量 (ARfD) を超えていない^{注)}。 注) 基準値案、作物残留試験における最高残留濃度 (HR) 又は中央値 (STMR) を用い、平成 17~19 年度の食品摂取頻度・摂取量調査及び平成 22 年度の厚生労働科学研究の結果に基づき ESTI を算出した。</p>		TMDI/ADI (%)	国民全体 (1 歳以上)	35.0	幼小児 (1~6 歳)	45.4	妊婦	24.3	高齢者 (65 歳以上)	46.2
	TMDI/ADI (%)										
国民全体 (1 歳以上)	35.0										
幼小児 (1~6 歳)	45.4										
妊婦	24.3										
高齢者 (65 歳以上)	46.2										
<p>意見聴取の状況</p>	<p>令和 2 年 1 月 16 日に在京大使館への説明を実施 今後、パブリックコメント及び WTO 通報を実施する予定</p>										
<p>答申案</p>	<p>別紙 2 のとおり。</p>										

農薬名 イプフルフェノキン

食品名	基準値 案 ppm	基準値 現行 ppm	登録 有無	参考基準値		作物残留試験成績等 ppm
				国際 基準 ppm	外国 基準値 ppm	
米（玄米をいう。）	0.4		申			0.066～0.164 (n=6)
小豆類	0.05		申			0.005～0.028 (n=6) (あずき)
トマト	1		申			0.200～0.650 (n=6) (ミニトマト)
ピーマン	0.7		申			0.190, 0.204, 0.272
なす	0.3		申			0.040～0.158 (n=6)
きゅうり（ガーキンを含む。）	0.2		申			0.034～0.092 (n=6)
みかん（外果皮を含む。）	2		申			0.393～0.920 (n=6)
なつみかんの果実全体	2		申			0.280, 0.548, 0.710
レモン	2		申			(かぼす、すだち参照)
オレンジ（ネーブルオレンジを含む。）	2		申			(かぼす、すだち参照)
グレープフルーツ	2		申			(かぼす、すだち参照)
ライム	2		申			(かぼす、すだち参照)
その他のかんきつ類果実	2		申			0.884 (かぼす), 0.284, 0.494 (すだち)
りんご	2		申			0.252～0.584 (n=6)
日本なし	2		申			0.442～0.902 (n=6)
西洋なし	2		申			(日本なし参照)
もも（果皮及び種子を含む。）	2		申			0.489, 0.553, 0.629
ネクタリン	2		申			(もも参照)
あんず（アプリコットを含む。）	5		申			(うめ参照)
すもも（プルーンを含む。）	0.3		申			0.008, 0.091 (¥)
うめ	5		申			0.418, 1.60, 2.04
おうとう（チェリーを含む。）	2		申			0.380, 0.783 (¥)
ぶどう	6		申			1.35, 1.41, 2.37
かき	0.9		申			0.186～0.428 (n=6)
茶	90		申			23.8～32.8 (n=6) (荒茶)
その他のスパイス	15		申			2.00～5.48 (n=6) (みかん果皮)
牛の筋肉	0.01		申			推：0.010
豚の筋肉	0.01		申			(牛の筋肉参照)
その他の陸棲哺乳類に属する動物の筋肉	0.01		申			(牛の筋肉参照)
牛の脂肪	0.01		申			推：0.010
豚の脂肪	0.01		申			(牛の脂肪参照)
その他の陸棲哺乳類に属する動物の脂肪	0.01		申			(牛の脂肪参照)
牛の肝臓	0.02		申			推：0.011
豚の肝臓	0.02		申			(牛の肝臓参照)
その他の陸棲哺乳類に属する動物の肝臓	0.02		申			(牛の肝臓参照)
牛の腎臓	0.01		申			推：0.010
豚の腎臓	0.01		申			(牛の腎臓参照)
その他の陸棲哺乳類に属する動物の腎臓	0.01		申			(牛の腎臓参照)
牛の食用部分	0.02		申			(牛の肝臓参照)
豚の食用部分	0.02		申			(牛の肝臓参照)
その他の陸棲哺乳類に属する動物の食用部分	0.02		申			(牛の肝臓参照)
乳	0.01		申			推：0.010
鶏の筋肉	0.01		申			推：0.010
その他の家きんの筋肉	0.01		申			(鶏の筋肉参照)
鶏の脂肪	0.03		申			推：0.025
その他の家きんの脂肪	0.03		申			(鶏の脂肪参照)

食品名	基準値 案 ppm	基準値 現行 ppm	登録 有無	参考基準値		作物残留試験成績等 ppm
				国際 基準 ppm	外国 基準値 ppm	
鶏の肝臓 その他の家きんの肝臓	0.01 0.01		申 申		⋮	推：0.010 (鶏の肝臓参照)
鶏の腎臓 その他の家きんの腎臓	0.01 0.01		申 申		⋮	(鶏の肝臓参照) (鶏の肝臓参照)
鶏の食用部分 その他の家きんの食用部分	0.01 0.01		申 申		⋮	(鶏の肝臓参照) (鶏の肝臓参照)
鶏の卵 その他の家きんの卵	0.01 0.01		申 申		⋮	推：0.01 (鶏の卵参照)
魚介類	0.04		申		⋮	推：0.038

申：農薬の登録申請等に伴い基準値設定依頼がなされたもの
 (¥)：最大値を基準値設定の根拠とする
 推：推定される残留濃度であることを示す

イブフルフェノキン

食品名	残留基準値 ppm
米（玄米をいう。）	0.4
小豆類 ^{注1)}	0.05
トマト	1
ピーマン	0.7
なす	0.3
きゅうり（ガーキンを含む。）	0.2
みかん（外果皮を含む。）	2
なつみかんの果実全体	2
レモン	2
オレンジ（ネーブルオレンジを含む。）	2
グレープフルーツ	2
ライム	2
その他のかんきつ類果実 ^{注2)}	2
りんご	2
日本なし	2
西洋なし	2
もも（果皮及び種子を含む。）	2
ネクタリン	2
あんず（アブリコットを含む。）	5
すもも（プルーンを含む。）	0.3
うめ	5
おうとう（チェリーを含む。）	2
ぶどう	6
かき	0.9
茶	90
その他のスパイス ^{注3)}	15
牛の筋肉	0.01
豚の筋肉	0.01
その他の陸棲哺乳類に属する動物 ^{注4)} の筋肉	0.01
牛の脂肪	0.01
豚の脂肪	0.01
その他の陸棲哺乳類に属する動物の脂肪	0.01
牛の肝臓	0.02
豚の肝臓	0.02
その他の陸棲哺乳類に属する動物の肝臓	0.02
牛の腎臓	0.01
豚の腎臓	0.01
その他の陸棲哺乳類に属する動物の腎臓	0.01
牛の食用部分 ^{注5)}	0.02
豚の食用部分	0.02
その他の陸棲哺乳類に属する動物の食用部分	0.02
乳	0.01

食品名	残留基準値
	ppm
鶏の筋肉	0.01
その他の家きん ^{注6)} の筋肉	0.01
鶏の脂肪	0.03
その他の家きんの脂肪	0.03
鶏の肝臓	0.01
その他の家きんの肝臓	0.01
鶏の腎臓	0.01
その他の家きんの腎臓	0.01
鶏の食用部分	0.01
その他の家きんの食用部分	0.01
鶏の卵	0.01
その他の家きんの卵	0.01
魚介類	0.04

注1)「小豆類」には、いんげん、ささげ、サルタニ豆、サルタピア豆、バター豆、ペギア豆、ホワイト豆、ライマ豆及びレンズ豆を含む。

注2)「その他のかんきつ類果実」とは、かんきつ類果実のうち、みかん、なつみかん、なつみかんの外果皮、なつみかんの果実全体、レモン、オレンジ(ネーブルオレンジを含む。)、グレープフルーツ、ライム及びスパイス以外のものをいう。

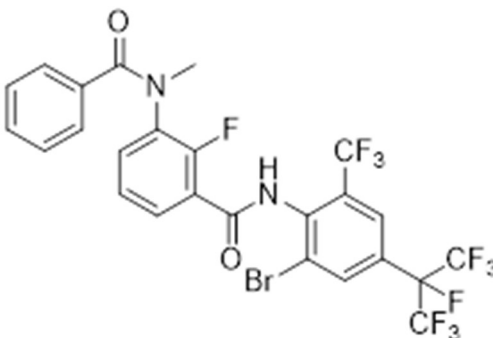
注3)「その他のスパイス」とは、スパイスのうち、西洋わさび、わさびの根茎、にんにく、とうがらし、パプリカ、しょうが、レモンの果皮、オレンジ(ネーブルオレンジを含む。)の果皮、ゆずの果皮及びごまの種子以外のものをいう。

注4)「その他の陸棲哺乳類に属する動物」とは、陸棲哺乳類に属する動物のうち、牛及び豚以外のものをいう。

注5)「食用部分」とは、食用に供される部分のうち、筋肉、脂肪、肝臓及び腎臓以外の部分をいう。

注6)「その他の家きん」とは、家きんのうち、鶏以外のものをいう。

ブロフラニリド (Broflanilide)

審議の対象	農薬の食品中の残留基準の設定
経緯	農薬取締法に基づく新規の農薬登録申請に伴う基準値設定の要請を受け、残留基準を設定する。
構造式	
用途	農薬／殺虫剤
作用機構	新規骨格を有する殺虫剤である。昆虫の GABA 受容体に作用し、クロライドイオンの神経細胞内への流入を阻害することにより、殺虫活性を示すと考えられている。
適用作物／適用病害虫等	キャベツ／ハスモンヨトウ 等
我が国の登録状況	農薬：登録されていない。
諸外国の状況	JMPR における毒性評価はなされておらず、国際基準も設定されていない。 米国、カナダ、EU、豪州及びニュージーランドについて調査した結果、いずれの国及び地域においても基準値が設定されていない。
食品安全委員会における食品健康影響評価結果	<p><u>ADI:0.017 mg/kg 体重/day</u> [設定根拠] 2年間慢性毒性/発がん性併合試験のうち慢性毒性群(雄ラット・混餌。最小毒性量における毒性所見は副腎皮質細胞空胞化等)</p> <p>無毒性量 1.7 mg/kg 体重/day 安全係数 100</p> <p>ラットを用いた2年間慢性毒性/発がん性併合試験において、雄で精巣間細胞腫、雌で子宮内膜腺癌及び卵巣の生殖索間質由来腫瘍(黄体腫、莖膜細胞腫、顆粒膜細胞腫及び生殖索間葉腫瘍)の合計の発生頻度増加が認められたが、腫瘍の発生機序は遺伝毒性によるものとは考え難く、評価に当たり閾値を設定することは可能であると考えられた。</p> <p><u>ARfD:設定の必要なし</u> ブロフラニリドの単回経口投与等により生ずる可能性のある毒性影響は認められなかったことから、急性参照用量(ARfD)は設定する必要がないと判断した。</p>
基準値案	別紙1のとおり。 残留の規制対象物質：ブロフラニリドとする。

暴露評価	TMDI/ADI 比は、以下のとおり。	
		TMDI/ADI (%)
	国民全体 (1 歳以上)	35.6
	幼小児 (1~6 歳)	46.6
	妊婦	33.1
	高齢者 (65 歳以上)	39.9
	TMDI : 理論最大一日摂取量 (Theoretical Maximum Daily Intake)	
意見聴取の状況	令和 2 年 2 月 27 日に在京大使館への説明を実施 今後、パブリックコメント及び WTO 通報を実施する予定	
答申案	別紙 2 のとおり。	

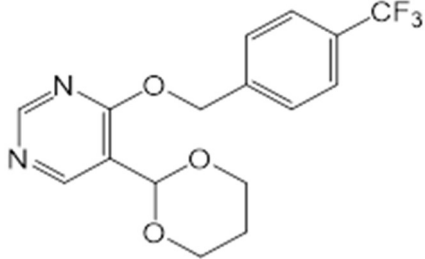
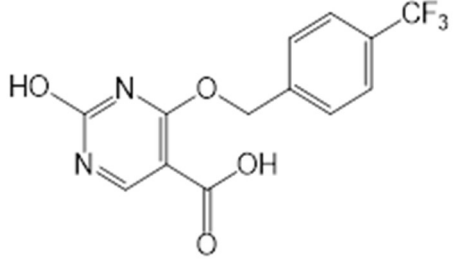
ブロフラニド

食品名	残留基準値 ppm
かんしょ	0.01
だいこん類(ラディッシュを含む。)の根	0.01
だいこん類(ラディッシュを含む。)の葉	9
かぶ類の根	0.04
かぶ類の葉	6
はくさい	1
キャベツ	0.4
ケール	10
こまつな	6
きょうな	5
チンゲンサイ	10
カリフラワー	2
ブロッコリー	2
その他のあぶらな科野菜 ^{注1)}	10
レタス(サラダ菜及びちしやを含む。)	15
ねぎ(リーキを含む。)	3
えだまめ	0.8
その他のハーブ ^{注2)}	10

注1)「その他のあぶらな科野菜」とは、あぶらな科野菜のうち、だいこん類(ラディッシュを含む。)の根、だいこん類(ラディッシュを含む。)の葉、かぶ類の根、かぶ類の葉、西洋わさび、クレソン、はくさい、キャベツ、芽キャベツ、ケール、こまつな、きょうな、チンゲンサイ、カリフラワー、ブロッコリー及びハーブ以外のものをいう。

注2)「その他のハーブ」とは、ハーブのうち、クレソン、にら、パセリの茎、パセリの葉、セロリの茎及びセロリの葉以外のものをいう。

ベンズピリモキサシ (Benzpyr imoxan)

審議の対象	農薬の食品中の残留基準の設定
経緯	農薬取締法に基づく新規の農薬登録申請に伴う基準値設定並びに魚介類及び畜産物への基準値設定の要請を受け、残留基準を設定する。
構造式	
用途	農薬／殺虫剤
作用機構	新規骨格を有する殺虫剤である。水稻ウンカ類・ツマグロヨコバイ幼虫の脱皮時に作用して脱皮異常を引き起こし、殺虫効果を示すと考えられている。詳細な作用機序は明確となっていない。
適用作物／適用病害虫等	稲／ウンカ類幼虫等
我が国の登録状況	農薬：登録されていない。
諸外国の状況	JMPR における毒性評価はなされておらず、国際基準も設定されていない。 米国、カナダ、EU、豪州及びニュージーランドについて調査した結果、いずれの国及び地域においても基準値が設定されていない。
食品安全委員会における食品健康影響評価結果	<p>ADI:0.026 mg/kg 体重/day</p> <p>[設定根拠] 1年間 慢性毒性試験 (雌イヌ・混餌。最小毒性量における毒性所見は肝細胞色素沈着等)</p> <p>無毒性量 2.68 mg/kg 体重/day</p> <p>安全係数 100</p> <p>ARfD:0.1 mg/kg 体重</p> <p>[設定根拠] 妊娠6~27日 発生毒性試験 (ウサギ・強制経口。最小毒性量における毒性所見は摂餌量減少等)</p> <p>無毒性量 10 mg/kg 体重/day</p> <p>安全係数 100</p>
基準値案	<p>別紙1のとおり。</p> <p>残留の規制対象物質：農産物及び魚介類においてはベンズピリモキサシ、畜産物においてはベンズピリモキサシ及び代謝物 M5 とする。</p>  <p>代謝物 M5</p>

<p>暴露評価</p>	<p>①長期暴露評価 TMDI/ADI 比は、以下のとおり。</p> <table border="1" data-bbox="571 230 1457 454"> <thead> <tr> <th></th> <th>TMDI/ADI (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>国民全体 (1 歳以上)</td> <td>13.0</td> </tr> <tr> <td>幼小児 (1~6 歳)</td> <td>23.4</td> </tr> <tr> <td>妊婦</td> <td>8.2</td> </tr> <tr> <td>高齢者 (65 歳以上)</td> <td>14.0</td> </tr> </tbody> </table> <p>TMDI：理論最大一日摂取量 (Theoretical Maximum Daily Intake)</p> <p>②短期暴露評価 各食品の短期推定摂取量 (ESTI) を算出したところ、国民全体 (1 歳以上) 及び幼小児 (1~6 歳) のそれぞれにおける摂取量は急性参照用量 (ARfD) を超えていない^{注)}。 注) 作物残留試験における中央値 (STMR) を用い、平成 17~19 年度の食品摂取頻度・摂取量調査及び平成 22 年度の厚生労働科学研究の結果に基づき ESTI を算出した。</p>		TMDI/ADI (%)	国民全体 (1 歳以上)	13.0	幼小児 (1~6 歳)	23.4	妊婦	8.2	高齢者 (65 歳以上)	14.0
	TMDI/ADI (%)										
国民全体 (1 歳以上)	13.0										
幼小児 (1~6 歳)	23.4										
妊婦	8.2										
高齢者 (65 歳以上)	14.0										
<p>意見聴取の状況</p>	<p>令和 2 年 2 月 27 日に在京大使館への説明を実施 今後、パブリックコメント及び WTO 通報を実施する予定</p>										
<p>答申案</p>	<p>別紙 2 のとおり。</p>										

農薬名 ベンズピリモキサン

食品名	基準値案 ppm	基準値 現行 ppm	登録 有無	参考基準値		作物残留試験成績等 ppm
				国際 基準 ppm	外国 基準値 ppm	
米（玄米をいう。）	0.9		申			0.06～0.46 (n=8) (#)
牛の筋肉	0.01					推：<0.01
豚の筋肉	0.01					(牛の筋肉参照)
その他の陸棲哺乳類に属する動物の筋肉	0.01					(牛の筋肉参照)
牛の脂肪	0.02		申			推：0.014
豚の脂肪	0.02		申			(牛の脂肪参照)
その他の陸棲哺乳類に属する動物の脂肪	0.02		申			(牛の脂肪参照)
牛の肝臓	0.05		申			推：0.039
豚の肝臓	0.05		申			(牛の肝臓参照)
その他の陸棲哺乳類に属する動物の肝臓	0.05		申			(牛の肝臓参照)
牛の腎臓	0.07		申			推：0.062
豚の腎臓	0.07		申			(牛の腎臓参照)
その他の陸棲哺乳類に属する動物の腎臓	0.07		申			(牛の腎臓参照)
牛の食用部分	0.07		申			(牛の腎臓参照)
豚の食用部分	0.07		申			(牛の腎臓参照)
その他の陸棲哺乳類に属する動物の食用部分	0.07		申			(牛の腎臓参照)
乳	0.03		申			推：0.021
鶏の筋肉	0.01					推：<0.01
その他の家さんの筋肉	0.01					(鶏の筋肉参照)
鶏の脂肪	0.01					推：<0.01
その他の家さんの脂肪	0.01					(鶏の脂肪参照)
鶏の肝臓	0.02		申			推：0.015
その他の家さんの肝臓	0.02		申			(鶏の肝臓参照)
鶏の腎臓	0.02		申			(鶏の肝臓参照)
その他の家さんの腎臓	0.02		申			(鶏の肝臓参照)
鶏の食用部分	0.02		申			(鶏の肝臓参照)
その他の家さんの食用部分	0.02		申			(鶏の肝臓参照)
鶏の卵	0.01					推：<0.01
その他の家さんの卵	0.01					(鶏の卵参照)
魚介類	0.3		申			推：0.24

太枠：国際基準の参照などにより申請に基づかず暫定基準以外の基準を見直すもの

申：農薬の登録申請等に伴い基準値設定依頼がなされたもの

(#)：使用方法を逸脱して実施された試験成績

推：推定される残留濃度であることを示す

ベンズピリモキサン

今回基準値を設定するベンズピリモキサンとは、農産物及び魚介類にあつてはベンズピリモキサンをいい、畜産物にあつてはベンズピリモキサン及び代謝物M5【2-ヒドロキシ-4-[4-(トリフルオロメチル)ベンジルオキシ]ピリミジン-5-カルボン酸】をベンズピリモキサンに換算したものの和をいう。

食品名	残留基準値 ppm
米（玄米をいう。）	0.9
牛の筋肉	0.01
豚の筋肉	0.01
その他の陸棲哺乳類に属する動物 ^{注1)} の筋肉	0.01
牛の脂肪	0.02
豚の脂肪	0.02
その他の陸棲哺乳類に属する動物の脂肪	0.02
牛の肝臓	0.05
豚の肝臓	0.05
その他の陸棲哺乳類に属する動物の肝臓	0.05
牛の腎臓	0.07
豚の腎臓	0.07
その他の陸棲哺乳類に属する動物の腎臓	0.07
牛の食用部分 ^{注2)}	0.07
豚の食用部分	0.07
その他の陸棲哺乳類に属する動物の食用部分	0.07
乳	0.03
鶏の筋肉	0.01
その他の家きん ^{注3)} の筋肉	0.01
鶏の脂肪	0.01
その他の家きんの脂肪	0.01
鶏の肝臓	0.02
その他の家きんの肝臓	0.02
鶏の腎臓	0.02
その他の家きんの腎臓	0.02
鶏の食用部分	0.02
その他の家きんの食用部分	0.02
鶏の卵	0.01
その他の家きんの卵	0.01
魚介類	0.3

注1)「その他の陸棲哺乳類に属する動物」とは、陸棲哺乳類に属する動物のうち、牛及び豚以外のものをいう。

注2)「食用部分」とは、食用に供される部分のうち、筋肉、脂肪、肝臓及び腎臓以外の部分をいう。

注3)「その他の家きん」とは、家きんのうち、鶏以外のものをいう。

デキサメタゾン及びベタメタゾン試験法

デキサメタゾンについて、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0.01 µg/kg 体重/日を設定した。

この評価結果を踏まえ、平成29年11月14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、国内外で使用が認められている牛等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（鶏の食用組織等）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。

ベタメタゾンについても一日摂取許容量として0.01 µg/kg 体重/日を設定、平成30年6月7日の審議会において暫定基準を見直し、不検出基準を設定することとした。

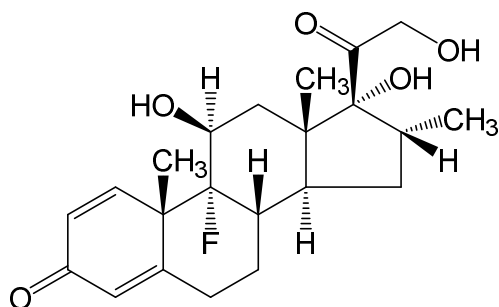
従来、不検出基準を含む動物用医薬品等については、試験法の検出限界により規制が行われることから、規格基準の改正と同時に試験法を告示し、併せてその検出限界が別途通知されているところである。

そのため、デキサメタゾン及びベタメタゾン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。

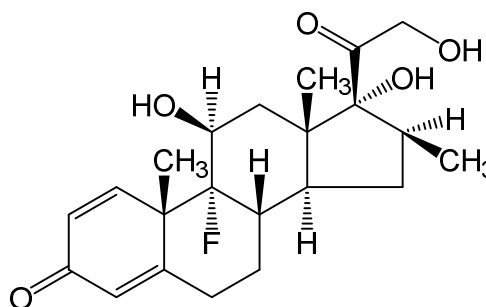
1. 概要

(1) 分析対象の化合物

デキサメタゾン及びベタメタゾン



デキサメタゾン



ベタメタゾン

(2) 分析対象食品

畜産物

(3) 試験法の概要

デキサメタゾン及びベタメタゾンを*n*-ヘキサン及び無水硫酸ナトリウム存在下、アセトニトリルで抽出する。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で精製し、高速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 0.00005 mg/kg

2. 真度及び精度の評価

以下の食品を対象として添加回収試験（添加濃度 0.00005～0.002 ppm）を行い、真度及び併行精度の確認を実施した。

表1 デキサメタゾンの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 ^{注1)} (%)	併行精度 ^{注2)} (RSD%)
牛の筋肉	0.001	0.001	97	2
		0.00005	91	2
牛の脂肪	0.001	0.001	96	1
		0.00005	96	3
牛の肝臓	0.002	0.002	96	2
		0.00005	91	3
豚の筋肉	0.001	0.001	96	3
		0.00005	91	1
鶏の筋肉	不検出	0.00005	94	2
鶏の肝臓	不検出	0.00005	92	3
鶏卵	不検出	0.00005	92	3
牛乳	0.0003	0.0003	95	4
		0.00005	99	2

表2 ベタメタゾンの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	添加濃度 (ppm)	真度 ^{注1)} (%)	併行精度 ^{注2)} RSD (%)
牛の筋肉	不検出	0.00005	90	3
牛の脂肪			95	3
牛の肝臓			90	2
豚の筋肉			92	2
鶏の筋肉			94	2
鶏の肝臓			94	4
鶏卵			92	3
牛乳			99	2

注1) 目標値は70～120%

注2) 目標値は0.001 ppm以下：30%未満、0.002～0.01 ppm：25%未満

3. 答申案
別紙のとおり。

答申(案)

デキサメタゾン及びベタメタゾン試験法

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。

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 (1,000mg) 内径 12~13mm 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 1,000mg を充填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

デキサメタゾン標準品 本品はデキサメタゾン98%以上を含む。

ベタメタゾン標準品 本品はベタメタゾン 98%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

a 抽出法

試料 10.0 g に n-ヘキサン飽和アセトニトリル 50mL 及び n-ヘキサン 50mL を加えてホモジナイズした後、無水硫酸ナトリウム 20 g を加えて更にホモジナイズする。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 を加えてホモジナイズした後、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、アセトニトリルを加えて正確に 100mL とする。この溶液から正確に 50mL を採り、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に水 20mL を加え、酢酸エチル 20mL ずつで 2 回振とう抽出する。酢酸エチル層を採り、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に酢酸エチル 1 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 (1,000mg) に酢酸エチル 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、更に酢酸エチル 10mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、酢酸エチル及びメタノールの混液 (9 : 1) 10mL を注入し、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 0.1vol% 酢酸及び 0.1vol% 酢酸・アセトニトリル溶液の混液 (3 : 1) 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

デキサメタゾン及びベタメタゾンをそれぞれアセトニトリルに溶かして標準原液を調製する。各標

準原液を適宜混合して 0.1vol%酢酸及び 0.1vol%酢酸・アセトニトリル溶液の混液（3：1）で希釈した溶液を数点調製し、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、4. 試験溶液の調製に従って試験溶液を調製した場合には、試料中 0.00005mg/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 検量線の作成によりデキサメタゾン及びベタメタゾンの定量を行う。

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：アダマンチル基化学結合型シリカゲル 内径 2.1mm、長さ 150mm、粒子径 3 μm

カラム温度：40℃に保持する。

移動相：0.1vol%酢酸及び 0.1vol%酢酸・アセトニトリル溶液（3：1）から（7：3）までの濃度勾配を 5 分間で行った後、（7：3）から（1：1）までの濃度勾配を 5 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)：

デキサメタゾン；プリカーサーイオン 451、プロダクトイオン 361、307

ベタメタゾン；プリカーサーイオン 451、プロダクトイオン 361、307

注入量：5 μL

保持時間の目安：

デキサメタゾン；9分

ベタメタゾン；8分