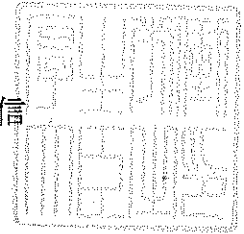


厚生労働省発生食0219第2号
令和2年2月19日

食品安全委員会

委員長 佐藤 洋 殿

厚生労働大臣 加藤 勝信

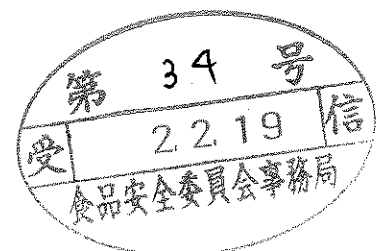


食品安全基本法第11条第1項第1号の食品健康影響評価を行うことが明らかに必要でないときについて（照会）

食品安全基本法（平成15年法律第48号）第24条第1項第1号の規定に基づき厚生労働大臣が食品安全委員会に意見を求めるに当たり、下記の事項については、同項ただし書に規定される同法第11条第1項第1号の食品健康影響評価を行うことが明らかに必要でないときに該当すると解してよいか。

記

食品衛生法（昭和22年法律第233号）第11条第1項の規定に基づき定められた、食品、添加物等の規格基準（昭和34年厚生省告示第370号。以下「規格基準告示」という。）第1 食品の部A 食品一般の成分規格の7の（4）に示す「デキサメタゾン試験法」を削除し、規格基準告示第1 食品の部A 食品一般の成分規格の6に新たな試験法として「デキサメタゾン及びベタメタゾン試験法」を追加すること。



食品安全基本法第 11 条第 1 項第 1 号の食品健康影響評価を行うことが明らかに必要でないときについて（デキサメタゾン及びベタメタゾン試験法）

1. 経緯

- 食品中の農薬等の残留基準のうち、「不検出」を含む農薬等については、規格基準の改正と同時に試験法を告示しているところである。
- デキサメタゾンの試験法については昭和 34 年厚生省告示第 370 号に定める告示試験法として定められているが、ベタメタゾンの試験法については整備されていない。基準値の見直しに伴い、「不検出」で規制される食品が含まれることから、両成分の分析が可能な試験法の開発を進めてきたところである。今般、その開発が終了したため、告示試験法として、従来のデキサメタゾン試験法を削除し、デキサメタゾン及びベタメタゾン試験法を追加することについて照会するものである。
- なお、今般の照会は、食品、添加物等の規格基準におけるデキサメタゾン及びベタメタゾンの残留基準を改正することに対するものではなく、あくまで管理手法の適正化のために試験法を定めることに対するものである。

2. 真度及び併行精度

別添 2 のとおり（試験法の詳細は別添 1 のとおり）

3. 今後の予定

デキサメタゾン及びベタメタゾン試験法については、食品安全委員会の回答を受けた上で、告示の改正に係る所要の進めることとする。

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 μ m

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 μ L

保持時間の目安: デキサメタゾン; 9 分、ベタメタゾン; 8 分

真度及び併行精度

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。これらの結果は、食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドライン（平成 22 年 12 月 21 日付食品安全部長通知）における目標値を満たしている。

表 1 デキサメタゾンの検討結果

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

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