

厚生労働省発生食0830第12号  
平成 29 年 8 月 30 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 5 の（17）に示す「プロファム試験法」を改定すること。



## 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（プロファム試験法）

### 1. 経緯

農薬プロファムに係る食品の規格基準については、ポジティブリスト制度の導入に伴い、食品に含有されるものであってはならないものとする規格基準が設定されている。

当該成分の試験法については、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）において示されているが、現行の試験法では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いため、新規にプロファム試験法を開発したものである。また、既存の農産物を対象とした試験法についても見直しを行った。

なお、今般の照会は、食品、添加物等の規格基準におけるプロファム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. 主な変更点（詳細は別紙のとおり）

畜水産物を対象とした試験法の各操作の細部を変更した。

なお、プロファムにおける真度は83～96%、併行精度は1～5%であり、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。

※目標値は真度70～120%、併行精度25%未満

### 3. 今後の方針

プロファム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。

プロファム試験法（抜粋）：本試験法は 8 月 2 日の食品衛生分科会農薬・動物用医薬品部会において審議されている。

| 現行   | 案   |
|--|---|
| <p>表題<br/>「プロファム試験法」</p> <p>(略)</p> <p>4. 試験溶液の調製<br/>a 抽出法<br/>(1) 穀類、豆類及び種実類の場合<br/>検体を 420<math>\mu</math>m の標準網ふるいを通るように粉碎した後、その 10.0 g を量り採り、水 20ml を加え、15 分間放置する。<br/>これにアセトニトリル 50ml を加え、3 分間細砕した後、ケイソウ土を 1 cm の厚さに敷いたろ紙を用いて吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を採り、アセトニトリル 20ml を加え、3 分間細砕した後、上記と同様に操作して、ろ液を合わせ、アセトニトリルを加えて 100ml とする。<br/>上記の溶液 20ml を 100ml の分液漏斗に採り、塩化ナトリウム 10 g 及び 0.5mol/l リン酸緩衝液 (pH7.0) 20ml を加え、振とう機を用いて 10 分間激しく振り混ぜた後、静置し、水層を捨て、アセトニトリル層を採る。<br/>オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000mg) にアセトニトリル 10ml を注入し、流出液は捨てる。このカラムに上記のアセ</p> | <p>表題<br/>「プロファム試験法」</p> <p>(略)</p> <p>4. 試験溶液の調製<br/>a 抽出法<br/>① 穀類、豆類及び種実類の場合<br/>試料 10.0g に水 20ml を加え、30 分間放置する。<br/>これにアセトン 100ml を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン 50ml を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトンで正確に 200ml とする。<br/>この溶液から正確に 20ml を採り、40<math>^{\circ}</math>C 以下で約 3ml まで濃縮する。これに 10w/v% 塩化ナトリウム溶液 100ml を加え、n-ヘキサン 100ml 及び 50ml 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、2 vol% ジエチレングリコール・アセトン溶液 0.2ml を加え、40<math>^{\circ}</math>C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に n-ヘキサン 30ml を加え、n-ヘキサン飽和アセトニトリル 30ml ずつで 2 回振とう抽出する。抽出液を合わせ、40<math>^{\circ}</math>C 以下で濃縮し、溶媒</p> |

トニトリル層を注入する。溶出液を 50ml の三角フラスコに採った後、アセトニトリル 2ml を上記のカラムに注入し、溶出液を上記の三角フラスコに合わせる。これに適量の無水硫酸ナトリウムを加え、時々振り混ぜながら 15 分間放置した後、すり合わせ減圧濃縮器中にろ過する。アセトニトリル 10ml を用いて三角フラスコを洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗う操作を 2 回繰り返す。両洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下でアセトニトリルを除去する。

この残留物をトルエン及びアセトニトリルの混液 (1 : 3) 2ml に溶解する。

#### (2) 果実、野菜、茶及びホップの場合

果実及び野菜の場合は、検体約 1 kg を精密に量り、必要に応じ適量の水を量って加え、細切均一化した後、検体 20.0 g に相当する量を量り採る。

茶及びホップの場合は、検体を粉碎した後、その 5.00 g を量り取り、水 20ml を加えて、15 分間放置する。

これにアセトニトリル 50ml を加え、3 分間細砕した後、ケイソウ土を 1 cm の厚さに敷いたろ紙を用いて吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を採り、アセトニトリル 20ml を加え、3 分間細砕した後、上記と同様に操作して、ろ液を合わせ、アセトニトリルを加えて 100ml とする。

上記の溶液 20ml を 100ml の分液漏斗に採り、塩化ナトリウム 10 g 及び 0.5mol/l リン酸緩衝液 (pH7.0) 20ml を加え、振とう機を

を除去する。この残留物にアセトン 4ml を加えて溶かし、水 16ml を加える。

#### ② 果実及び野菜の場合

試料 20.0g にアセトン 100ml を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン 50ml を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトンで正確に 200ml とする。この溶液から正確に 10ml を分取し、40℃以下で約 2ml まで濃縮する。これに 10w/v %塩化ナトリウム溶液 100ml を加え、n-ヘキサン 100ml 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、2 vol% ジエチレングリコール・アセトン溶液 0.2ml を加え、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン 4ml を加えて溶かし、水 16ml を加える。

用いて 10 分間激しく振り混ぜた後、静置し、水層を捨てる。アセトニトリル層を 50ml の三角フラスコに採り、適量の無水硫酸ナトリウムを加え、時々振り混ぜながら 15 分間放置した後、すり合わせ減圧濃縮器中にろ過する。アセトニトリル 10ml を用いて三角フラスコを洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗う操作を 2 回繰り返す。両洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下でアセトニトリルを除去する。

この残留物をトルエン及びアセトニトリルの混液（1：3）2ml に溶解する。

(3) (1) 及び (2) に掲げる食品以外の食品の場合

(1) 又は (2) の場合に準じて抽出を行う。

③ 茶及びホップの場合

試料 5.00g に水 20ml を加え、30 分間放置する。これにアセトン 100ml を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン 50ml を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトンで正確に 200ml とする。この溶液から正確に 40ml を分取し、40℃以下で約 6 ml まで濃縮する。これに 10w/v%塩化ナトリウム溶液 100ml を加え、n-ヘキサン 100ml 及び 50ml 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、2 vol%ジエチレングリコール・アセトン溶液 0.2ml を加え、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン 4 ml を加えて溶かし、水 16ml を加える。

④ 筋肉、脂肪、肝臓、腎臓、乳、卵及び魚介類の場合

試料 10.0g にアセトン 100ml を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン 50ml を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトンで正確に 200ml とする。この溶液から正確に 20ml を分取し、40℃以下で約 3 ml まで濃縮する。これに 10 w/v%塩化ナトリウム溶液 100ml を加え、n-ヘキサン 100ml 及び 50ml 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、2 vol%ジエチレングリコール・アセトン溶液 0.2 ml を加え、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去

|  |   |
|--|---|
| <p>b 精製法</p> <p>グラファイトカーボン及びアミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム (500mg/500mg) にトルエン及びアセトニトリルの混液 (1 : 3) 10ml 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, トルエン及びアセトニトリルの混液</p> | <p>する。この残留物に n-ヘキサン 30mL を加え、n-ヘキサン飽和アセトニトリル 30mL ずつで 2 回振とう抽出する。抽出液を合わせ、40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン 4 mL を加えて溶かし、水 16mL を加える。</p> <p>⑤ はちみつの場合</p> <p>試料 10.0g に水 20mL を加えて溶かす。これにアセトン 100mL を加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン 50mL を加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトンで正確に 200mL とする。この溶液から正確に 20mL を分取し、40°C 以下で約 3 mL まで濃縮する。これに 10 w/v %塩化ナトリウム溶液 100mL を加え、n-ヘキサン 100mL 及び 50mL 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、2 vol %ジエチレングリコール・アセトン溶液 0.2mL を加え、40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトン 4 mL を加えて溶かし、水 16mL を加える。</p> <p>b 精製法</p> <p>オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000mg) にアセトニトリル 10mL 並びにアセトン及び水の混液 (1 : 4) 10mL を順次注入し、各流出液は捨てる。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 (500mg) にアセトニトリル及び水</p> |
|--|---|

(別紙)

(1 : 3) 20ml を注入し、溶出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40°C以下でトルエン及びアセトニトリルを除去する。この残留物にアセトン及びn-ヘキサンの混液(1 : 1)を加えて溶かし、正確に2ml(穀類, 豆類, 種実類, 茶及びホップの場合は1ml)として、これを試験溶液とする。

(以下略)

の混液(7 : 3) 10ml を注入し、流出液は捨てる。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムにa 抽出で得られた溶液を注入した後、更にアセトニトリル及び水の混液(1 : 4) 10ml を注入し、流出液は捨てる。次いで、このカラムの下部にエチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲルミニカラムを接続し、アセトニトリル及び水の混液(7 : 3) 10ml を注入し、溶出液を採り、アセトニトリル及び水の混液(7 : 3)を加えて正確に10mlとしたものを試験溶液とする。

(以下略)

以上

【参考】

検出限界

| 案          | 現行         |
|------------|------------|
| 0.01 mg/kg | 0.01 mg/kg |