

厚生労働省発生食0825第3号
令和4年8月25日

食品安全委員会
委員長 山本 茂貴 殿

厚生労働大臣 加藤 勝信
(公 印 省 略)

食品安全基本法第11条第1項第1号に規定する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

1. 食品衛生法(昭和22年法律第233号)第13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に新たな試験法として「ニタルソン及びロキサルソン試験法」を追加すること。
2. 規格基準告示第1 食品の部A 食品一般の成分規格の5に新たな試験法として「ニフルスチレン酸ナトリウム試験法」を追加すること。



**食品安全基本法第11条第1項第1号に規定する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
(ニタルソン及びロキサルソン試験法)**

1. 経緯

食品、添加物等の規格基準（昭和34年厚生省告示第370号）第1 食品の部A 食品一般の成分規格（以下「成分規格」という。）の5において、(1)の表に掲げる農薬等の成分である物質（以下「不検出物質」という。）は、食品に含有されるものであってはならないとされている。また、不検出物質は、成分規格の5に規定する試験法によって試験した場合に、検出されるものであってはならないとされている。

ニタルソン及びロキサルソンについては、それぞれ令和3年12月2日付け府食第661号及び令和3年10月6日付け府食第580号により通知された食品健康影響評価に基づき、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、不検出物質とする改正案が採択された。当該改正にあわせて、ニタルソン及びロキサルソン試験法も成分規格の5に規定する必要があることから、試験法の開発を行ったところである。

なお、今般の照会は、ニタルソン及びロキサルソンの残留基準を改正することに対するものではなく、あくまで管理手法として試験法を定めることに対するものである。

2. 内容

試験法の操作については、別添1のとおり。また、真度及び併行精度については、別添2のとおり。

3. 今後の予定

食品安全委員会の回答を受けた上で、成分規格の改正に係る所要の手続を進めることとする。

ニタルソン及びロキサルソン試験法（畜産物）（案）

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。

ギ酸 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。

ジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（500mg） 内径 12~13mm のポリエチレン製のカラム管に、ジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体 500mg 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。

ジヘキシルアンモニウム酢酸塩試液 約 0.5mol/L ジヘキシルアンモニウム酢酸塩溶液を水で 100 倍希釈する。

トリメチルアンモニウム塩修飾メタクリレート重合体ミニカラム（500mg） 内径 12~13mm のポリエチレン製のカラム管に、トリメチルアンモニウム塩修飾メタクリレート重合体 500mg 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。

ベンゼンスルホニルプロピルシリル化シリカゲルミニカラム（500mg） 内径 8~9mm のポリエチレン製のカラム管に、ベンゼンスルホニルプロピルシリル化シリカゲル 500mg 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。

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。

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

ニタルソン標準品 本品はニタルソン 97%以上を含む。

ロキサルソン標準品 本品はロキサルソン 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、腎臓及び乳の場合

試料 10.0 g にアンモニア水、水及びメタノールの混液（1 : 3 : 16）50mL を加え、ホモジナイズした後、毎分 3,500 回転で 10 分間遠心分離する。上澄液を採り、残留物にアンモニア水、水及びメタノールの混液（1 : 3 : 16）40mL 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。上澄液を採り、先の上澄液と合わせ、メタノールを加えて正確に 100mL とする。この溶液から正確に 10mL を分取し、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアンモニア水及び水の混液（1 : 19）5 mL を加えて溶かす。

② 卵の場合

試料 10.0 g にアンモニア水、水及びメタノールの混液（1 : 1 : 18）50mL を加え、ホモジナイ

ズした後、毎分 3,500 回転で 10 分間遠心分離する。上澄液を採り、残留物にアンモニア水、水及びメタノールの混液 (1 : 1 : 18) 40mL 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。上澄液を採り、先の上澄液と合わせ、メタノールを加えて正確に 100mL とする。この溶液から正確に 10mL を分取し、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアンモニア水及び水の混液 (1 : 19) 5 mL を加えて溶かす。

b 精製法

トリメチルアンモニウム塩修飾メタクリレート重合体ミニカラム (500mg) にメタノール 5 mL、アンモニア水及び水の混液 (1 : 19) 5 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。ベンゼンスルホニルプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (500mg) にメタノール 5 mL、ギ酸及び水の混液 (1 : 9) 5 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。ジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム (500mg) にメタノール 5 mL、ギ酸及び水の混液 (1 : 9) 5 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。トリメチルアンモニウム塩修飾メタクリレート重合体ミニカラムに、a 抽出法で得られた溶液を注入した後、メタノール 5 mL、水 5 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。トリメチルアンモニウム塩修飾メタクリレート重合体ミニカラムの下部にベンゼンスルホニルプロピルシリル化シリカゲルミニカラムを接続し、更にその下部にジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体ミニカラムを接続した後、ギ酸及び水の混液 (1 : 9) 15mL を注入し、流出液は捨てる。トリメチルアンモニウム塩修飾メタクリレート重合体ミニカラムを取り外した後、ベンゼンスルホニルプロピルシリル化シリカゲルミニカラムにギ酸及び水の混液 (1 : 9) 2 mL を注入し、流出液は捨てる。ベンゼンスルホニルプロピルシリル化シリカゲルミニカラムを取り外した後、ジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体ミニカラムに水 10mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、メタノール 10mL を注入し、溶出液を 40°C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、ギ酸及びジヘキシルアンモニウム酢酸塩試液の混液 (1 : 2 : 7) 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

ニタルソン及びロキサソンをそれぞれメタノー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、アセトニトリル、ギ酸及びジヘキシルアンモニウム酢酸塩試液の混液 (1 : 2 : 7) で希釈した溶液を数点調製する。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 0.002mg/kg に相当する試験溶液中の濃度は 0.002mg/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ニタルソン及びロキサソンの定量を行う。

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：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径 2mm、長さ 150mm、粒子径 3 μm

カラム温度：40°Cに保持する。

移動相：0.02vol%酢酸・アセトニトリル及びジヘキシルアンモニウム酢酸塩試液の混液（1：9）
で5分間保持した後、（1：9）から（1：1）までの濃度勾配を10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）：

ニタルソン プリカーサーイオン 246、プロダクトイオン 138、108

ロキササルソン プリカーサーイオン 262、プロダクトイオン 153、123

注入量：5 μ L

保持時間の目安：

ニタルソン 11分

ロキササルソン 12分

真度及び併行精度

畜産物を対象として添加回収試験（添加濃度はニタルソン及びロキサルソンそれぞれ0.002 mg/kg）を行った。ニタルソンにおける真度は76～101%、併行精度は0.5～5.1%、ロキサルソンにおける真度は71～81%、併行精度は1.5～4.4%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

食品安全基本法第11条第1項第1号に規定する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
(ニフルスチレン酸ナトリウム試験法)

1. 経緯

食品、添加物等の規格基準（昭和34年厚生省告示第370号）第1 食品の部A 食品一般の成分規格（以下「成分規格」という。）の5において、(1)の表に掲げる農薬等の成分である物質（以下「不検出物質」という。）は、食品に含有されるものであってはならないとされている。また、不検出物質は、成分規格の5に規定する試験法によって試験した場合に、検出されるものであってはならないとされている。

ニフルスチレン酸ナトリウムについては、令和3年10月6日付け府食第579号により通知された食品健康影響評価に基づき、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、不検出物質とする改正案が採択された。当該改正にあわせて、ニフルスチレン酸ナトリウム試験法も成分規格の5に規定する必要があることから、試験法の開発を行ったところである。

なお、今般の照会は、ニフルスチレン酸ナトリウムの残留基準を改正することに対するものではなく、あくまで管理手法として試験法を定めることに対するものである。

2. 内容

試験法の操作については、別添1のとおり。また、真度及び併行精度については、別添2のとおり。

3. 今後の予定

食品安全委員会の回答を受けた上で、成分規格の改正に係る所要の手続を進めることとする。

ニフルスチレン酸ナトリウム試験法（畜水産物）（案）

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。

四級アンモニウム塩修飾ジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（500mg） 内径12~13mmのポリエチレン製のカラム管に、四級アンモニウム塩修飾ジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体500mg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。

3. 標準品

ニフルスチレン酸ナトリウム標準品 本品はニフルスチレン酸ナトリウム95%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

a 抽出法

試料10.0gにn-ヘキサン飽和アセトニトリル50mL、n-ヘキサン50mL及びギ酸1mLを加え、ホモジナイズした後、無水硫酸ナトリウム20g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10mLを分取し、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアンモニア水及び水の混液（1：19）5mLを加えて溶かす。

b 精製法

四級アンモニウム塩修飾ジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム（500mg）にメタノール5mL、アンモニア水及び水の混液（1：19）5mLを注入し、各流出液は捨てる。このカラムに、a 抽出法で得られた溶液を注入した後、水5mL、ギ酸、水及びメタノールの混液（1：2：7）5mLを順次注入し、各流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル及びギ酸の混液（9：1）10mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物を0.1vol%ギ酸及び0.1vol%ギ酸・アセトニトリル溶液の混液（1：1）に溶かし、正確に1mLとしたものを試験溶液とする。

5. 操作法

a 検量線の作成

ニフルスチレン酸ナトリウムをメタノールに溶かして標準原液を調製する。標準原液を 0.1vol%ギ酸及び 0.1vol%ギ酸・アセトニトリル溶液の混液（1：1）で希釈した溶液を数点調製する。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 0.001mg/kg に相当する試験溶液中の濃度は 0.001mg/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ニフルスチレン酸ナトリウムの定量を行う。

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：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 μm

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（1：1）

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)：プリカーサーイオン 258、プロダクトイオン 214、114

注入量：5 μL

保持時間の目安：5分

真度及び併行精度

畜水産物を対象として添加回収試験（添加濃度は0.001 mg/kg）を行った。真度は80～94%、併行精度は1.3～6.6%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30%未満