

厚生労働省発生食0825第2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

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)第1 食品の部A 食品一般の成分規格の6に規定されている「酢酸トレンボロン試験法」を削除し、新たな「酢酸トレンボロン試験法」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
(酢酸トレンボロン試験法)

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6において、(1)の表の第3欄に「不検出」と定めている食品については、成分規格の6に規定する試験法によって試験した場合に、同表の第1欄に掲げる農薬等の成分である物質が検出されるものであってはならないとされている。

酢酸トレンボロンについては、令和2年8月18日付け府食第571号により通知された食品健康影響評価に基づき、成分規格の6において、一部の食品について「不検出」と定めるとともに、試験法を規定している。

しかし、上記の試験法においては有害性の高い試薬（ジクロロメタン及びベンゼン）が使用されていることから、当該試薬を使用しない試験法について開発を行った。

なお、今般の照会は、酢酸トレンボロ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. 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。

酢酸トレンボロン試験法（畜産物）（案）

α -トレンボロン及び β -トレンボロンを分析対象とする。

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。

なお、「(特級)」と記載したものは、日本産業規格試薬の特級の規格に適合するものであることを示す。

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。

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。

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、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。

トリエチルアミン トリエチルアミン (特級)

2-フルオロ-1-メチルピリジニウム p-トルエンスルホン酸塩 純度98%以上の試薬を用いる。

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

α -トレンボロン標準品 本品は α -トレンボロン95%以上を含む。

β -トレンボロン標準品 本品は β -トレンボロン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に合わせ、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。この残留物に水20mLを加え、酢酸エチル及びn-ヘキサンの混液(1:4)20mLずつで2回振とう抽出する。酢酸エチル及びn-ヘキサン混液層を採り、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及びn-ヘキサンの混液(1:4)2mLを加えて溶かす。

b 精製法

シリカゲルミニカラム (500mg) に酢酸エチル及びn-ヘキサンの混液 (1 : 4) 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、酢酸エチル及びn-ヘキサンの混液 (1 : 4) 10mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、酢酸エチル及びn-ヘキサンの混液 (1 : 1) 10mL を注入し、溶出液を採り、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。

c 誘導体化

b 精製法で得られた残留物に、20mg/mL 2-フルオロ-1-メチルピリジニウム p-トルエンスルホン酸塩・アセトニトリル溶液 1 mL、アセトニトリル及びトリエチルアミンの混液 (9 : 1) 0.05mL を加えてかくはんした後、室温で 90 分間放置する。誘導体化反応後の溶液を 40°C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 (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

α -トレンボロン標準品及び β -トレンボロン標準品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、アセトニトリルで希釈した溶液を調製する。この溶液から適量を分取し、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に 20mg/mL 2-フルオロ-1-メチルピリジニウム p-トルエンスルホン酸塩・アセトニトリル溶液 1 mL、アセトニトリル及びトリエチルアミンの混液 (9 : 1) 0.05mL を加えてかくはんした後、室温で 90 分間放置する。誘導体化反応後の溶液を 40°C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 (3 : 1) に溶かし、更に 0.1vol%ギ酸及び0.1vol%ギ酸・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. 試験溶液の調整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 α -トレンボロン及び β -トレンボロンの定量を行う。

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°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 (3 : 1) で5分間保持した後、(3 : 1) から (11 : 9) 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 ポジティブイオンモード

主なイオン (m/z) :

α -トレンボロン-1-メチルピリジニウム誘導体化物 プリカーサーイオン 362、プロダクトイオン 253、197

β -トレンボロン-1-メチルピリジニウム誘導体化物 プリカーサーイオン 362、プロダクトイオン 253、197

注入量：5 μ L

保持時間の目安：

α -トレンボロン-1-メチルピリジニウム誘導体化物 8分

β -トレンボロン-1-メチルピリジニウム誘導体化物 9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 α -トレンボロン及び β -トレンボロンそれぞれ0.001～0.01mg/kg）を行った。 α -トレンボロンにおける真度は78.4～83.7%、併行精度は0.4～2.5%、 β -トレンボロンにおける真度は74.5～83.9%、併行精度は0.4～3.0%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。

※真度の目標値は70～120%、併行精度の目標値は添加濃度0.01及び0.002mg/kgにあつては25%未満、添加濃度0.001mg/kgにあつては30%未満