

収穫後使用に係る作物残留試験

① 作物残留試験方法の概要

主に米国の州立農業試験場または州立大学の付属施設で作物を栽培し、収穫した果実に防かび処理を施した後、分析機関でフルジオキサニルの残留量を測定した。試験に関与した全ての施設は、GLP 適合施設であった。

防かび処理は、水で規定の倍率に希釈したフルジオキサニル製剤をパッキングライン上または箱詰め状態で果実の全面に塗布した。残留データを作成した作物は以下の通りである。

(登録作物名)	(残留データを作成した作物)
かんきつ類	オレンジ、レモン、グレープフルーツ
核果類	もも、すもも、おうとう
仁果類	りんご、なし
キウイフルーツ	キウイフルーツ
ざくろ	ざくろ

② 作物残留試験結果及び米国の残留農薬基準

(A) かんきつ類

以下の表 A-1～A-4 の結果に基づき、米国におけるフルジオキシニルのかんきつ類の残留基準は 10ppm に設定された。

表 A-1. オレンジ

作物名 (品種) 年度	作物の収穫場所	使用回数	防かび処理量* 処理方法	分析結果 (mg/kg)**	
				最大値	最小値
オレンジ (バレンシア) 平成 13 年	米国 カリフォルニア 州	1	2.4g ai/L Dip 処理	3.39	2.21
	米国 フロリダ州	1	2.2g ai/L Dip 処理	1.56	1.28
	米国 カリフォルニア 州	1	2.4g ai/L Dip 処理	全果実: 2.99 果皮: 1.92 果肉: 3.35	1.41 0.55 0.92
	米国 フロリダ州	1	2.4g ai/L Dip 処理	0.96	0.85
	米国 カリフォルニア 州	1 +	2.4+2.4g ai/L Dip 処理	2.96	2.86
	米国 フロリダ州	1 +	2.2+2.4g ai/L Dip 処理	1.98	1.40
	米国 カリフォルニア 州	1	0.096g ai/kg 果実 Spray 処理	1.09	0.91
	米国 カリフォルニア 州	1	0.097g ai/kg 果実 Spray 処理	0.49	0.48
	米国 カリフォルニア 州	1 +	0.098+0.097g ai /kg 果実 Spray 処理	0.70	0.41
オレンジ (バレンシア) 平成 14 年	米国 カリフォルニア 州	1	0.002g ai/kg 果実 Spray 処理	全果実: 0.85 果 肉: 0.08	0.62 0.03
	米国 カリフォルニア 州	1	0.004g ai/kg 果実 Spray 処理	全果実: 1.0 全果実(洗浄 後): 0.19 果 肉: 0.11	0.90 0.06 0.05
	米国 カリフォルニア 州	1 +	0.29g ai/L Drench 処理 +	冷蔵 6 日後: 0.58 冷蔵 14 日後: 0.60	0.33 0.35
	米国 カリフォルニア 州	1 +	0.001g ai/kg 果実 Spray 処理 +	冷蔵 6 日後: 0.71 冷蔵 14 日後: 0.72	0.53 0.2

*フルジオキシニル原体の含量を示す。

**特記しない限り、処理当日に無洗浄の全果実を分析した。

表 A-2. レモン

作物名 (品種) 年度	作物の収穫場所	使用 回数	防かび処理量* 処理方法	分析結果 (mg/kg)**	
				最大値	最小値
レモン (ユーレカ) 平成 13 年	米国 カリフォルニア州	1	2.4kg ai/L Dip 処理	3.28	3.02
	米国 カリフォルニア州	1	2.4kg ai/L Dip 処理	3.29	2.45
	米国 カリフォルニア州	1	0.10g ai/kg 果実 Spray 処理	1.14	1.01
	米国 カリフォルニア州	1	0.093g ai/kg 果 実 Spray 処理	0.54	0.53
	米国 カリフォルニア州	1	0.093g ai/kg 果 実 Spray 処理	果実 : 0.65 ジュース : <0.02 オイル : 39.7 絞り粕 : 1.39	
	米国 カリフォルニア州	1	2.4g ai /L Dip 処理	1.13	1.04
	米国 カリフォルニア州	1	2.4g ai /L Dip 処理	1.39	0.64
	米国 カリフォルニア州	1	0.10g ai/kg 果実 Spray 処理	0.47	0.46
	米国 カリフォルニア州	1 + 1	2.4+2.4g ai/L Dip 処理	3.11	2.56
	米国 カリフォルニア州	1 + 1	2.4+2.4g ai/L Dip 処理	4.28	2.01
	米国 カリフォルニア州	1 + 1	0.105+0.102g ai /kg 果実 Spray 処理	1.01	0.65

*フルジオキソニル原体の含量を示す。

**特記しない限り、処理当日に無洗浄の全果実を分析した。

表 A-3. レモン

作物名 (品種) 年度	作物の収穫場所	使用 回数	防かび処理量* 処理方法	分析結果 (mg/kg)**	
				最大値	最小値
レモン (ユーレカ) 平成 16 年	米国 カリフォルニア州	1 + 1	0.61g ai/L Drench 処理 + 0.004g ai/kg 果実 Spray 処理	2.5	2.0
	米国 カリフォルニア州	1 + 1	0.61g ai/L Drench 処理 + 0.002g ai/kg 果実 Spray 処理	2.1	2.1
	米国 カリフォルニア州	1 + 1	0.61g ai/L Drench 処理 + 14 日間冷蔵保存 + 0.002g ai/kg 果実 Spray 処理	1.7	1.3
	米国 カリフォルニア州	1	0.61g ai/L Drench 処理	1.1	0.80
	米国 カリフォルニア州	1 + 1	0.61g ai/L Drench 処理 + 0.004g ai/kg 果実 Spray 処理	処理当日 : 2.5 14 日後(洗浄 後) : 2.1	2.0 2.1
	米国 カリフォルニア州	1 + 1	0.61g ai/L Drench 処理 + 0.002g ai/kg 果実 Spray 処理	処理当日 : 2.1 14 日後(洗浄 後) : 1.5	2.1 1.2
	米国 カリフォルニア州	1 + 1	0.61g ai/L Drench 処理 + 0.002g ai/kg 果実 Spray 処理	処理当日 : 1.7 14 日後(洗浄 後) : 1.8	1.3 1.6
	米国 カリフォルニア州	1	0.61g ai/L Drench 処理	処理当日 : 1.1 30-31 日後 (洗浄後) : 1.4	0.80 0.72
	米国 カリフォルニア州	1	0.61kg ai/L Drench 処理	処理当日 : 0.55 30-31 日後 (洗浄後) : 1.1	0.46 0.44

*フルジオキサニル原体の含量を示す。

**特記しない限り、処理当日に無洗浄の全果実を分析した。

表 A-4. グレープフルーツ

作物名 (品種) 年度	作物の収穫場所	使用 回数	防かび処理量* 処理方法	分析結果 (mg/kg)**	
				最大値	最小値
グレープフルーツ (ルビーレッド) 平成 13 年	米国 カリフォルニア 州	1	2.4g ai/L Dip 処理	4.16	3.43
	米国 テキサス州	1	2.4g ai/L Dip 処理	6.79	3.53
	米国 カリフォルニア 州	1	0.099g ai/kg 果実 Spray 処理	1.28	0.61
	米国 カリフォルニア 州	1	2.4g ai/L Dip 処理	0.98	0.92
	米国 テキサス州	1	2.4g ai/L Dip 処理	1.42	1.31
	米国 カリフォルニア 州	1	0.10g ai/kg 果実 Spray 処理	0.62	0.40
	米国 カリフォルニア 州	1 +	2.4g ai/L Dip 処理 +	4.57	4.25
	米国 カリフォルニア 州	1	2.4g ai/L Dip 処理		
	米国 テキサス州	1 +	2.4g ai/L Dip 処理 +	6.85	5.25
	米国 テキサス州	1	2.4g ai/L Dip 処理		
米国 カリフォルニア 州	1 +	0.10g ai/kg 果実 Spray 処理 +	0.55	0.49	
米国 カリフォルニア 州	1	0.099g ai/kg 果実 Spray 処理			
グレープフルーツ (Marsh) 平成 16 年	米国 カリフォルニア 州及びテキ サス州	1	0.002g ai/kg 果実 Spray 処理	全果実 : 0.92 果 肉 : 0.04	0.05 <0.02
	米国 カリフォルニア 州及びテキ サス州	1	0.004g ai /kg 果実 Spray 処理	全果実 : 1.5 全果実(洗淨 後) : 0.58 果 肉 : 0.09	1.5 0.52 0.09

*フルジオキシニル原体の含量を示す。

**特記しない限り、処理当日に無洗淨の全果実を分析した。

(B) 核果類

以下の表B-1~B-3の結果に基づき、米国におけるフルジオキサニルの核果類の残留基準は5ppmに設定された。

表B-1. おうとう

作物名 (品種) 年度	作物の収穫場所	使用 回数	防かび処理量* 処理方法	分析結果 (mg/kg)**	
				最大値	最小値
おうとう (Bing) 平成 10 年	米国 カリフォルニア 州	1	0.21g ai/L Dip 処理	0.19	0.16
	米国 カリフォルニア 州	1	0.29g ai/L Dip 処理	0.42	0.15
	米国 カリフォルニア 州	1	0.61g ai/L Dip 処理	0.78	0.57
おうとう (Hedelfingen) 平成 10 年	米国 ミシガン州	1	0.21g ai/L Dip 処理	0.15	0.08
	米国 ミシガン州	1	0.29g ai/L Dip 処理	0.20	0.19
	米国 ミシガン州	1	0.61g ai/L Dip 処理	0.27	0.11
おうとう (Chinook) 平成 10 年	米国 ワシントン州	1	0.21g ai/L Dip 処理	0.73	0.73
	米国 ワシントン州	1	0.37g ai/L Dip 処理	0.50	0.44
	米国 ワシントン州	1	1.29g ai/L Dip 処理	1.08	0.91
おうとう (Chinook) 平成 10 年	米国 ワシントン州	1	0.21g ai/L Dip 処理	0.34	0.28
	米国 ワシントン州	1	0.37g ai/L Dip 処理	0.53	0.49
	米国 ワシントン州	1	1.29g ai/L Dip 処理	1.23	1.19
おうとう (Montmorency 及びBing) 平成 16 年	米国 ニューヨーク市 及びカリフォル ニア州	1	0.29g ai/L Dip 処理	1.0	0.75
	米国 ニューヨーク市 及びカリフォル ニア州	1	0.61g ai/L Dip 処理	1.9	1.5
	米国 ニューヨーク市 及びカリフォル ニア州	1	0.29g ai/L Dip 処理	全果実: 1.7 全果実(洗浄後): 1.4	1.4 0.80
	米国 ニューヨーク市 及びカリフォル ニア州	1	0.61g ai/L Dip 処理	全果実: 1.7 全果実(洗浄後): 1.6	1.1 0.96
	米国 ニューヨーク市 及びカリフォル ニア州	1	0.29g ai/L Dip 処理	冷蔵 5 日後: 1.2 冷蔵 10 日後: 1.3	1.0 0.85
	米国 ニューヨーク市 及びカリフォル ニア州	1	0.61g ai/L Dip 処理	冷蔵 5 日後: 1.7 冷蔵 10 日後: 1.7	1.4 1.1

*フルジオキサニル原体の含量を示す。

**特記しない限り、処理当日に無洗浄の全果実を分析した。

表B-2. もも

作物名 (品種) 年度	作物の収穫場所	使用 回数	防かび処理量* 処理方法	分析結果 (mg/kg)**	
				最大値	最小値
もも (Goldcrest) 平成10年	メキシコ国	1	0.21g ai/L Dip 処理	1.7	1.5
	メキシコ国	1	0.21g ai/L Dip 処理	2.2	2.1
	メキシコ国	1	0.21g ai/L Dip 処理	3.6	3.5
もも (Elegant Lady) 平成10年	米国 カリフォルニア州	1	0.21g ai/L Dip 処理	冷凍79日後: 0.16	0.10
	米国 カリフォルニア州	1	0.29g ai/L Dip 処理	冷凍79日後: 0.18	0.05
	米国 カリフォルニア州	1	0.61g ai/L Dip 処理	冷凍79日後: 0.55	0.19
もも (Jefferson) 平成10年	米国 サウスカロライナ 州	1	0.21g ai/L Dip 処理	冷凍68日後: 0.21	0.15
	米国 サウスカロライナ 州	1	0.29g ai/L Dip 処理	冷凍68日後: 0.37	0.17
	米国 サウスカロライナ 州	1	0.61g ai/L Dip 処理	冷凍68日後: 0.49	0.35
	米国 サウスカロライナ 州	1	0.29g ai/L Dip 処理	冷蔵3日後: 0.28 冷蔵7日後: 0.30 冷蔵10日後: 0.39	0.28 0.20 0.34
もも (Elegant Lady) 平成12年	米国 カリフォルニア州	1	0.0025g ai/kg 果実 Spray 処理 (多水量)	1.8	1.3
	米国 カリフォルニア州	1	0.0025g ai/kg 果実 Spray 処理 (少水量)	2.8	2.7
	米国 カリフォルニア州	1	0.0018g ai/kg 果実 Spray 処理 (少水量)	1.9	1.3
	米国 カリフォルニア州	1	0.0012g ai/kg 果実 Spray 処理 (少水量)	1.7	1.2
	米国 カリフォルニア州	1	0.060g ai/L Dip 処理	3.8	3.0
もも (Johnboy 及び Elegant Lady) 平成15年	米国 ニューヨーク市及 びカリフォルニア 州	1	0.0012g ai/kg 果実 Spray 処理	3.9	1.4
	米国 ニューヨーク市及 びカリフォルニア 州	1	0.0025g ai/kg 果実 Spray 処理	5.5	2.3
	米国 ニューヨーク市及 びカリフォルニア 州	1	0.0025g ai/kg 果実 Spray 処理	全果実: 5.5 全果実(洗浄 後): 4.3	2.3 1.2

*フルジオキサニル原体の含量を示す。

**特記しない限り、処理当日に無洗浄の全果実を分析した。

多水量は100gal (378.5L)、少水量は10-30gal (37.8-113.6L)

表B-3. すもも

作物名 (品種) 年度	作物の収穫場所	使用 回数	防かび処理量* 処理方法	分析結果 (mg/kg) **	
				最大値	最小値
すもも (Casselman) 平成 10 年	米国 カリフォルニア 州	1	0.21g ai/L Dip 処理	冷凍 54 日後 : 0.12	0.09
	米国 カリフォルニア 州	1	0.29g ai/L Dip 処理	冷凍 54 日後 : 0.05	0.05
	米国 カリフォルニア 州	1	0.60g ai/L Dip 処理	冷凍 54 日後 : 0.10	0.09
	米国 カリフォルニア 州	1	0.00088g ai/kg 果実 Spray 処理	冷凍 60 日後 : 0.14	0.13
	米国 カリフォルニア 州	1	0.0012g ai/kg 果実 Spray 処理	冷凍 60 日後 : 0.47	0.42
	米国 カリフォルニア 州	1	0.0025g ai/kg 果実 Spray 処理	冷凍 60 日後 : 1.06	0.79
	米国 カリフォルニア 州	1	0.0012g ai/kg 果実 Spray 処理	冷蔵 3 日後 : 0.59 冷蔵 7 日後 : 0.47 冷蔵 10 日後 : 0.47	0.41 0.42 0.17
すもも (Casselman) 平成 16 年	米国カリフォル ニア州及びニュ ーヨーク市	1	0.0012g ai/kg 果実 Spray 処理	0.71	0.19
	米国カリフォル ニア州及びニュ ーヨーク市	1	0.0025g ai/kg 果実 Spray 処理	処理当日 : 1.3 処理当日 (洗浄後) : 1.7	<0.02 0.08
	米国カリフォル ニア州及びニュ ーヨーク市	1	0.0025g ai/kg 果実 Spray 処理	冷蔵 5 日後 : 1.9	0.31
	米国カリフォル ニア州及びニュ ーヨーク市	1	0.0025g ai/kg 果実 Spray 処理	冷蔵 15 日後 : 1.7 冷蔵 15 日後 (洗浄後) : 1.3	0.12 0.20
	米国カリフォル ニア州及びニュ ーヨーク市	1	0.0025g ai/kg 果実 Spray 処理	冷蔵 25 日後 : 1.5	0.24

*フルジオキシニル原体の含量を示す。

**特記しない限り、処理当日に無洗浄の全果実を分析した。

(C) 仁果類

以下の表C-1～C-3の結果に基づき、米国におけるフルジオキシニルの仁果類の残留基準は5ppmに設定された。

表 C-1. りんご

作物名 (品種) 年度	作物の収穫場所	使用 回数	防かび処理量* 処理方法	分析結果(mg/kg)**	
				最大値	最小値
りんご (ふじ) 平成 13 年	米国 カリフォルニア州	1	0.61g ai/L Dip 処理	1.1	0.76
	米国 カリフォルニア州	1	2.4-8.7g ai/L Dip 処理	1.7	1.3
	米国 カリフォルニア州	1 + 1	0.61g ai/L Dip 処理 + 2.4-8.7g ai/L Dip 処理	2.4	2.1
りんご (Red Spur Delicious) 平成 13 年	米国 アイダホ州	1	0.61g ai/L Dip 処理	0.75	0.59
りんご (Red Delicious) 平成 13 年	米国 ミシガン州	1	0.61g ai/L Dip 処理	0.52	0.35
りんご (マッキントッシュ) 平成 13 年	米国 ニュージャージー 州	1	0.61g ai/L Dip 処理	0.56	0.50
りんご (Red Delicious) 平成 13 年	米国 ワシントン州	1	0.61g ai/L Dip 処理	1.1	0.72
	米国 ワシントン州	1	2.4-8.7g ai/L Dip 処理	0.68	0.57
	米国 ワシントン州	1 + 1	0.21g ai/L Dip 処理 + 2.4-8.7g ai/L Dip 処理	2.2	1.8
	米国 ワシントン州	1	0.61g ai/L Dip 処理	全果実 : 1.1 ジュース : 0.10 絞り粕 : 7.3	

*フルジオキシニル原体の含量を示す。

**特記しない限り、処理当日に無洗浄の全果実を分析した。

表 C-2. りんご

作物名 (品種) 年度	作物の収穫場所	使用 回数	防かび処理量* 処理方法	分析結果 (mg/kg)**	
				最大値	最小値
りんご (Golden Delicious 及び Empire) 平成 16 年	米国カリフォルニア州及びニューヨーク市	1	0.29g ai/L Dip 処理 + 洗浄 + 0.29g ai/L Dip 処理	無洗浄 : 0.73 洗浄後 : 0.30	0.39 <0.02
		+			
	米国カリフォルニア州及びニューヨーク市	1	0.025g ai/kg 果実 Spray 処理	0.51	0.05
りんご (Golden Delicious) 平成 15 年	米国 カリフォルニア州	1	0.61g ai/L Dip 処理 + 0.025g ai/kg 果実 Spray 処理	2.6	2.3
		+			
		1			

*フルジオキサニル原体の含量を示す。

**特記しない限り、処理当日に無洗浄の全果実を分析した。

表 C-3. なし

作物名 (品種) 年度	作物の収穫場所	使用 回数	防かび処理量* 処理方法	分析結果(mg/kg)**	
				最大値	最小値
なし (Bartlett) 平成 12 年	米国 ニュージャージー 州	1	0.48g ai/L Drench 処理	0.76	0.71
	米国 ニュージャージー 州	1	0.48g ai/L Dip 処理	1.2	0.79
なし (Shinko) 平成 12 年	米国 カリフォルニア州	1	0.61g ai/L Drench 処理	1.6	1.3
	米国 カリフォルニア州	1	0.0025g ai/kg 果実 Spray 処理	2.5	1.4
	米国 カリフォルニア州	1 + 1	0.61g ai/L Dip 処理 + 0.60g ai/L Dip 処理	2.8	2.7
	米国 カリフォルニア州	1	0.61g ai/L Dip 処理	2.7	1.6
なし (Anjou) 平成 12 年	米国 ワシントン州	1	0.60g ai/L Drench 処理	1.3	1.1
	米国 ワシントン州	1	0.0029g ai/kg 果実 Spray 処理	1.6	1.3
	米国 ワシントン州	1 + 1	0.61g ai/L Drench 処理 + 0.0029g ai/kg 果実 Spray 処理	1.6	1.5
	米国 ワシントン州	1	0.61g ai/L Dip 処理	0.68	0.67
なし (D' Anjou) 平成 12 年	米国 アイダホ州	1	0.61g ai/L Drench 処理	3.5	2.2
	米国 アイダホ州	1	0.61g ai/L Dip 処理	1.4	0.93
なし (Bosc 及び Bartlett) 平成 16 年	米国カリフォルニ ア州及びニューヨ ーク市	1 + 1	0.29g ai/L Drench 処理 + 洗淨 + 0.0012g ai/kg 果実 Spray 処理	無洗淨 : 0.97 洗淨後 : 0.63	0.42 0.09
	米国カリフォルニ ア州及びニューヨ ーク市	1	0.0025g ai/kg 果実 Spray 処理	1.6	0.12
なし (Bartlett) 平成 15 年	米国 カリフォルニア州	1 + 1	0.61g ai/L Dip 処理 + 0.0025g ai/kg 果実 Spray 処理	1.2	1.1

*フルジオキシニル原体の含量を示す。

**特記しない限り、処理当日に無洗淨の全果実を分析した。

(D) キウイフルーツ

以下の結果に基づき、米国におけるフルジオキソニルのキウイフルーツの残留基準は 20ppm に設定された。

表 D

作物名 (品種) 年度	試験実施場所	使用回数	防かび処理量* 処理方法	分析結果 (mg/kg)**	
				最大値	最小値
キウイフルーツ (Hayward) 平成 12 年	米国 カリフォルニア州	1	0.0025g ai/kg 果実 Spray 処理	2.7	0.6
	米国 カリフォルニア州	1	0.61g ai/L Dip 処理	9.5	7.6
	米国 カリフォルニア州	1	0.0025g ai/kg 果実 Spray 処理	13.9	6.9
	米国 カリフォルニア州	1	0.61g ai/L Dip 処理	8.0	4.2
	米国 オレゴン州	1	0.61g ai/L Dip 処理	5.4	5.1
キウイフルーツ (Hayward) 平成 16 年	米国 カリフォルニア州	1	0.29g ai/L Dip 処理	4.2	0.67
	米国 カリフォルニア州	1	0.61g ai/L Dip 処理	7.5	5.5
	米国 カリフォルニア州	1	0.61g ai/L Dip 処理	処理当日 : 7.5 30 日後 : 8.0	5.5 3.7
	米国 カリフォルニア州	1	0.29g ai/L Dip 処理	処理当日 : 5.1 30 日後 : 4.5	2.5 3.5

*フルジオキソニル原体の含量を示す。

**特記しない限り、処理当日に無洗浄の全果実を分析した。

(E) ざくろ

以下の結果に基づき、米国におけるフルジオキソニルのざくろの残留基準は 5ppm に設定された。

表 E

作物名 (品種) 年度	試験実施場所	使用回数	防かび処理量* 処理方法	分析結果 (mg/kg)**	
				最大値	最小値
ざくろ (Wonderful) 平成 15 年	米国 カリフォルニア州	1	0.61g ai/L Dip 処理	0.80	0.50
ざくろ (Wonderful) 平成 14 年	米国 カリフォルニア州	1	0.61g ai/L Dip 処理	1.13	0.71

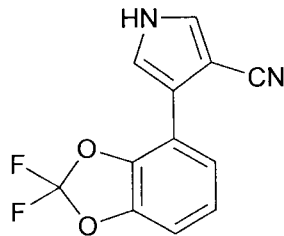
*フルジオキソニル原体の含量を示す。

**特記しない限り、処理当日に無洗浄の全果実を分析した。

成分規格案

フルジオキシニル

Fludioxonil

 $C_{12}H_6F_2N_2O_2$

分子量 248.19

4-(2,2-difluorobenzo[d][1,3]dioxol-4-yl)-1H-pyrrole-3-carbonitrile [131341-86-1]

含 量 本品は、フルジオキシニル ($C_{12}H_6F_2N_2O_2$) 97.0%以上を含む。

性 状 本品は、白～やわらかい黄色の粉末で、においが無い。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験 (1) 融点 199～201℃

(2) 鉛 Pb として 2.0μg/g 以下

本品 1.0g を量り、300ml のケルダールフラスコに入れ、硝酸 10ml 及び硫酸 5ml を加えて赤褐色の煙がほとんど発生しなくなるまで加熱する。冷後、硝酸 2ml を追加して濃厚な白煙が発生するまで加熱する。冷後、塩酸(1→4)10ml を加えて、15 分間煮沸し、冷後、試料液とする。試料液に、クエン酸水素二アンモニウム溶液(1→2)10ml を加える。チモールブルー試液を指示薬として、アンモニア水で弱アルカリ性とする。冷後、内容物を 200ml の分液漏斗に移し、ケルダールフラスコを水で洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、約 100ml とする。ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液(3→100)5ml を加えて 5 分間放置し、酢酸ブチル 10ml を加えて 5 分間振とうした後、放置する。その後、酢酸ブチル層をとり、検液とする。別に、鉛標準原液 1ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とする。この液 2ml を正確に量り、試料液と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第 1 法により試験を行う。

水 分 0.50%以下 (1.0g, 直接滴定)

定量法 本品及び定量用フルジオキシニル約 0.06g ずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 100ml とし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 10μl ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のフルジオキシニルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定し、次式により含量を求める。

フルジオキシニル ($C_{12}H_6F_2N_2O_2$) の含量

$$= \frac{\text{定量用フルジオキシニルの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 \quad (\%)$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 270nm)

カラム充てん剤 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.0 mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 25~40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 リン酸一カリウム 3.8g 及び無水リン酸二ナトリウム 5.8g に水を加えて溶かし, 1L とする。この液 100ml に水 500ml, アセトニトリル 300 ml 及びメタノール 100ml を加える。

流量 1ml/分。

試薬・試液

定量用フルジオキシニル フルジオキシニル, 定量用を見よ。

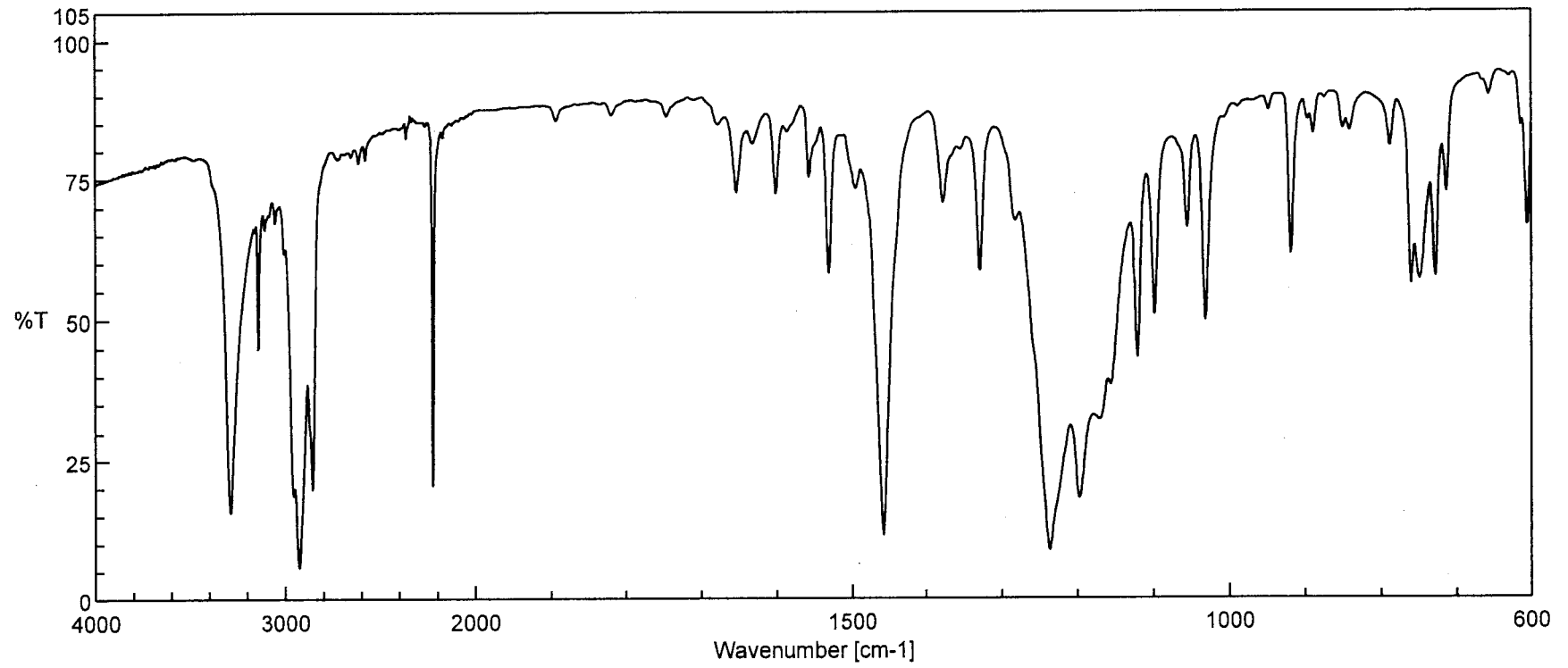
フルジオキシニル, 定量用 $C_{12}H_6F_2N_2O_2$ 本品は, 白色の結晶又は結晶性の粉末である。

含量 本品を無水物換算したものは, フルジオキシニル ($C_{12}H_6F_2N_2O_2$) 99%以上を含む。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法又は臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 3,289 cm^{-1} , 2,223 cm^{-1} , 1,652 cm^{-1} , 1,530 cm^{-1} 及び 1,236 cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

融点 200~201 $^{\circ}$ C

フルジオキシソニル



フルジオキソニルの規格設定の根拠

JECFA規格(以下JECFA)、FCC規格(以下JCC)及びEUの食品添加物規格(以下EU)には規格がない。よって、指定要請者により作成された成分規格案(農薬登録時に設定した規格を踏まえ作成。以下、指定要請規格案という。)を参考に成分規格案を設定した。

含量 実測を踏まえ、97.0%以上とした。

性状 指定要請規格案では、「無色結晶、無臭」とされていたが、実際の製品の色に基づき、JIS色名帳[第2版]を参考に、「白～やわらかい黄色の粉末で、においがいい。」とした。「やわらかい黄色」には、慣用色名のレグホーン、ブロンド、芥子色が含まれる。

確認試験

指定要請規格案では、臭化カリウム錠剤法が採用されていたが、スペクトルの再現性を重視し、ペーパ法を採用することとした。

純度試験

(1)融点 指定要請規格案では、199.8℃と規定されていたが、測定誤差を考慮し、199～201℃とした。

(2)鉛 指定要請規格案では、設定されていない。他の防ばい剤には、重金属が設定されているが、食品添加物の重金属試験は、今後、JECFAに倣い、鉛試験に置き換えることとなるため、本規格案では、鉛を設定することとした。なお、JECFAでは、鉛の一般限度値として、2mg/kg、相当量使用されている添加物は1mg/kg、2mg/kgまでの低減が困難なことを示す証拠がある例外的な場合には、5mg/kgとするとしており(第51回会議(1998年))、フルジオキソニルについては、相当量使用されるものではなく、また、鉛含有量は低いと考えられることから、本規格案では、限度値を2μg/gとした。

水分 指定要請規格案に倣った。

定量法 指定要請規格案に倣った。ただし、指定要請規格案には、カラム温度の規定はなかったが、温度変化により、保持時間が変化するため、カラム温度を「25～40℃付近の一定温度」とした。

指定要請資料概要に設定され、本規格では採用しなかった項目

密度 粉体の密度は、重要性は低いと考えられるため、本規格案では採用しないこととした。

(参考)

これまでの経緯

平成19年6月25日	厚生労働大臣から食品安全委員会委員長あてに残留基準設定に係る食品健康影響評価について依頼
平成19年6月28日	第196回食品安全委員会（依頼事項説明）
平成20年7月11日	第22回食品安全委員会農薬専門調査会総合評価第二部会
平成20年8月1日	第23回食品安全委員会農薬専門調査会総合評価第二部会
平成20年11月18日	第45回食品安全委員会農薬専門調査会幹事会
平成20年11月20日	厚生労働大臣から食品安全委員会委員長あてに添加物の指定に係る食品健康影響評価について依頼
平成20年11月27日	第264回食品安全委員会（依頼事項説明）
平成20年12月15日	第65回食品安全委員会添加物専門調査会
平成21年1月21日	第47回食品安全委員会農薬専門調査会幹事会
平成21年2月2日	第67回食品安全委員会添加物専門調査会
平成21年3月23日	第69回食品安全委員会添加物専門調査会
平成21年4月9日 ～平成21年5月8日	第281回食品安全委員会（報告） 食品安全委員会における国民からの意見聴取
平成21年6月12日	第52回食品安全委員会農薬専門調査会幹事会
平成21年6月23日	薬事・食品衛生審議会へ諮問
平成21年6月24日	薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会添加物部会

●薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会添加物部会（平成21年6月現在）

[委員]

氏名	所属
井手 速雄	東邦大学薬学部教授
井部 明広	東京都健康安全研究センター
鎌田 洋一	国立医薬品食品衛生研究所衛生微生物部第四室長
北田 善三	畿央大学健康科学部教授
佐藤 恭子	国立医薬品食品衛生研究所食品添加物部第一室長
棚元 憲一	元国立医薬品食品衛生研究所食品添加物部長
西川 秋佳	国立医薬品食品衛生研究所安全性生物試験研究センター病理部長
堀江 正一	大妻女子大学家政学部
村田 容常	お茶の水女子大学大学院人間文化創成科学研究科教授
山内 明子	日本生活協同組合連合会組織推進本部 本部長
山川 隆	東京大学大学院農学生命科学研究科准教授
山崎 壮	国立医薬品食品衛生研究所食品添加物部第二室長
山添 康	東北大学大学院薬学研究科教授
由田 克士	独立行政法人国立健康・栄養研究所 栄養疫学プログラム国民健康・栄養調査プロジェクトリーダー
若林 敬二※	国立がんセンター研究所 所長

※部会長