

飼料の基準値設定に係る評価書（案）

（農薬：フィプロニル）

目次

1	基準値を設定又は改正する理由	1
2	評価対象物質の概要	1
3	作物における代謝試験	3
4	動物における代謝試験	6
5	分析法	13
6	規制対象物質及び暴露評価対象物質	14
7	作物残留試験の結果及び基準値案	15
8	家畜の残留試験	20
9	畜産物中の残留濃度の推定	24
10	まとめ	28

令和元年 12 月 24 日

農林水産省消費・安全局畜水産安全管理課

1 1 基準値を設定又は改正する理由

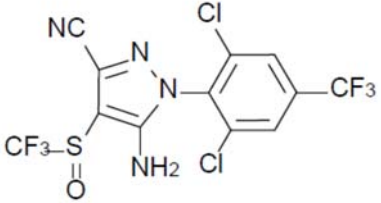
2 飼料中のフィプロニルについては、平成 18 年 5 月に牧草及び牛・豚・鶏用飼料
3 (配合飼料) に最大残留基準値 (MRL。以下「基準値」という。) が設定されてい
4 る。

5 現在の基準値は、暫定的に定められたものであることから、農薬抄録、JMPR の評
6 価書、食品健康影響評価結果 (農薬評価書) 等に基づき、飼料中のフィプロニルの基準
7 値の見直しを検討した (暫定基準の見直し)。

8

9 2 評価対象物質の概要

10 フィプロニル (Fipronil) を成分とする農薬は、フェニルピラゾール系の殺虫剤で、
11 昆虫において抑制性神経伝達物質とされる GABA による塩素イオンチャネルコントロ
12 ルを阻害し、神経興奮抑制を阻害することにより殺虫作用を発現すると考えられてい
13 る。

構造式	ISO名	Fipronil
	IUPAC	5-amino-1-(2,6-dichloro-α,α-trifluoro- <i>p</i> -tolyl)-4-[(trifluoromethyl)sulfinyl]-1 <i>H</i> -pyrazole-3-carbonitrile
	CAS No	120068-37-3
	分子式	C ₁₂ H ₄ Cl ₂ F ₆ N ₄ OS
	分子量	437.1
	水溶解度	0.00378 g/L (20°C、pH6.58)
	オクタール-水分配係数	Log Pow 4.00 (20°C)

14

15 (1) 国内外における飼料作物及び食品・飼料双方に使用される農作物への適用状況

16 日本では水稻、テンサイ、未成熟トウモロコシ (食用トウモロコシ) 等への適用が
17 ある。海外では米国、オーストラリア、アジア諸国等で登録があり、水稻、コムギ、
18 トウモロコシ、牧草等に適用がある。

19

20 (2) 国内外における飼料及び食品・飼料双方に使用される農作物に対する基準値

21 「飼料の安全性の確保及び品質の改善に関する法律」 (昭和 28 年法律第 35 号) に基
22 づき、「飼料及び飼料添加物の成分規格等に関する省令」 (昭和 51 年農林省令第 35 号)
23 において表 1 のとおり、牧草及び牛 (及びめん羊、山羊、しか) ・豚・鶏 (及びうずら)
24 用の飼料に基準値が設定されている (これらの基準値は、国内及び飼料の主要な日本へ
25 の輸出国における基準値や食品衛生法の畜産物の基準値に基づいて設定)。また、局長
26 通知¹において、稲ワラ及び稲発酵粗飼料に基準値が設定されている。

27 飼料の主要な日本への輸出国のうち、米国ではトウモロコシ (種子又は茎葉) 、オー

¹ 「飼料の有害物質の指導基準及び管理基準について」 (昭和 63 年 10 月 14 日付け 63 畜 B 第 2050 号農林水産省畜産局通知)

1 ストラリアではソルガム（種子又は茎葉）、牧草等に残留基準値が設定されている。な
 2 お、Codex 委員会ではオオムギ・コムギ・ライムギ・エンバクの種子、トウモロコシ（種
 3 子及び茎葉）、玄米、稲ワラ等に国際基準値が設定されている。

4 規制対象物質（基準値の対象物質）は各国で異なり、日本では農産物（飼料も含む。）
 5 にはフィプロニル、畜産物にはフィプロニル及び代謝物 B（フィプロニル スルホン）、
 6 米国及びオーストラリアでは農産物及び畜産物にはフィプロニル、代謝物 B、C（フィ
 7 プロニル チオエーテル）及び代謝/分解物 F（フィプロニル デスルフィニル）、Codex
 8 委員会では農産物にはフィプロニル、畜産物にはフィプロニル及び代謝物 B としてい
 9 る（表 1）。

10 表 1 主要な飼料の基準値（ppm 又は mg/kg）

飼料	日本		米国	オーストラリア	国際基準 (Codex)
	飼料	食品			
オオムギ（種子）	—	0.002	—	—	0.002 ¹
トウモロコシ（種子）		0.02	0.02	—	0.01
マイロ（ソルガム）（種子）		0.002	—	0.01	—
コムギ（種子）		0.002	(0.005) ²	—	0.002 ¹
ライムギ（種子）		0.002	—	—	0.002 ¹
エンバク（種子）		0.002	—	—	0.002 ¹
玄米		0.01	0.04	0.005 ¹	0.01
放牧地の牧草	0.2 ³		—	0.02	—
ソルガム茎葉（青刈り牧草）			—	0.02	—
ソルガム茎葉（乾牧草）			—	0.01 ¹	—
トウモロコシ（茎葉（乾燥））			—	—	0.1
稲ワラ	0.2		—	0.005	0.2
稲発酵粗飼料	0.1		—	—	—
牛、めん羊、山羊及びしか用飼料	0.02				
豚用飼料	0.02				
家きん及びうずら用飼料	0.01				

11 1) 定量下限値として設定。 2) 他の適用作物への使用に伴う残留として設定。 3) 牧草として設定（90%DM）

12
 13 **（3） 許容一日摂取量（ADI）等**

14 食品安全委員会では、ラットを用いた2年間慢性毒性/発がん性併合試験の無毒性量で
 15 ある0.019 mg/kg 体重を根拠としてADIを0.00019 mg/kg 体重と設定し、暴露評価対象
 16 物質（ヒトでの摂取量評価に用いる対象物質）を農産物ではフィプロニル、畜産物では
 17 フィプロニル及び代謝/分解物Fとしている。

18 また、JMPR（1997年、2001年）では、上記と同じ毒性試験を根拠として、ADIを

1 0.0002 mg/kg 体重（フィプロニル及び（又は）代謝/分解物F）とし、暴露評価対象物
2 質を農産物及び畜産物ともにフィプロニル、代謝物B、C及び代謝/分解物Fとしてい
3 る。

5 3 作物における代謝試験

6 (1) 水稻（1994年）

7 タイにおいて、発芽後 21 日の苗を用いて、[phe-U-¹⁴C]フィプロニル（フィプロニル
8 のフェニル基の炭素を ¹⁴C で均一に標識したものをいう。以下「[phe-¹⁴C]フィプロニ
9 ル」と略）粒剤を土壌表面に処理した（移植 20 日後に 0.3%粒剤を少量の砂と混合して
10 0.05 kg ai/ha になるように均一に処理（タイ等海外の GAP に適合する量））。また、同
11 様に、[phe-¹⁴C]フィプロニル乳剤を茎葉散布後（移植 20 及び 50 日後に 5%乳剤を 500
12 mL/ha 散布（0.05 kg ai/ha 相当））、植物体中の残留濃度の測定及び残留物質の同定が
13 行われた。

14 移植 51 日後に青刈り茎葉試料を、移植 92 日後に植物体全体を採取し、1 週間風乾
15 後、茎葉（ワラ）、粃米、根等の各部位ごとに採取した。粃米はさらにオーブンで 45-50
16 °Cで 1 週間乾燥後に粃擦り及び精米を行い、玄米、精米、粃殻、米ヌカが採取された。
17 採取された青刈り茎葉及びワラはメタノールで抽出し、抽出液を精製後、シクロヘキサ
18 ン-酢酸エチル（1:1）に溶解し、GPC（ゲル浸透クロマトグラフィー）カラムで溶出
19 した。また、玄米及び精米はアセトニトリル-水（9:1）で抽出し、C₁₈カラムで溶出し
20 した。溶出された試料は LSC（液体シンチレーションカウンター）により放射性物質量が
21 測定され、また、TLC（薄層クロマトグラフィー）、GC-MS により残留物質が同定され
22 た。

23 各部位の抽出液中に 10%TRR 以上存在した物質は、青刈り茎葉ではフィプロニル、
24 代謝物 C 及び代謝/分解物 F、ワラではフィプロニル、代謝物 B、C 及び代謝/分解物 F
25 であった。一方、玄米及び精米中で 10%TRR 以上存在した物質は、いずれの試験区に
26 おいてもフィプロニル及び代謝物 E であった。

1

表 2 稲の青刈り茎葉及びワラ中の残留物質

残留物質	青刈り茎葉				ワラ			
	土壌処理区(粒剤) (最終施用 30 日 後に採取)		茎葉散布区(乳剤) (最終施用 1 日後 に採取)		土壌処理区(粒剤) (最終施用 72 日 後に採取)		茎葉散布区(乳剤) (最終施用 42 日後 に採取)	
	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹
総残留放射性物質	—	0.053	—	0.755	—	0.099	—	0.180
フィプロニル	15.30	0.008	35.85	0.271	12.06	0.012	55.70	0.100
代謝物 B	6.31	0.003	1.66	0.013	17.33	0.017	16.03	0.029
代謝物 C	6.45	0.003	16.85	0.127	14.82	0.015	12.72	0.023
代謝物 D	0.59	0.0003	0.47	0.004	ND	ND	ND	ND
代謝物 E	1.93	0.001	0.84	0.006	4.97	0.005	2.26	0.004
代謝/分解物 F	17.91	0.010	7.07	0.053	23.45	0.023	26.0	0.047
非抽出放射性物質	6.80	0.004	7.11	0.054	21.29	0.021	18.58	0.033
合計	55.29	0.030	69.84	0.527	93.92	0.093	131.0	0.236

1) フィプロニル換算

2

表 3 玄米、精米中の残留物質

残留物質	玄米				精米			
	土壌処理区(粒剤)		茎葉散布区(乳剤)		土壌処理区(粒剤)		茎葉散布区(乳剤)	
	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹
総残留放射性物質	—	0.00516	—	0.02411	—	0.00415	—	0.01339
フィプロニル	25.4	0.00130	51.6	0.01231	17.6	0.00072	38	0.000497
代謝物 C	4.1	0.00021	4.3	0.00102	5.1	0.00021	2.8	0.00036
代謝物 D	ND	ND	3.6	0.00085	ND	ND	4.7	0.00061
代謝物 E	12.1	0.00062	9.5	0.00227	22.8	0.00093	13.8	0.00181
代謝/分解物 F	ND	ND	1.9	0.00045	ND	ND	1.5	0.00019
代謝物 G	2.1	0.00011	1.8	0.00043	2.5	0.00010	3.4	0.00045
未同定放射性物質	30.5	0.00156	9.1	0.00218	22.7	0.00113	18.8	0.00246
非抽出放射性物質	26.6	0.00136	19.3	0.00460	26.0	0.00106	19.4	0.00254
合計	100.8	5.16	101.1	24.11	101.7	4.15	102.4	13.39

1) フィプロニル換算

3

4 (2) トウモロコシ

5 ① 土壌処理試験 (1993 年)

6 播種後、[phe-¹⁴C]フィプロニル粒剤を土壌処理 (1.7%粒剤を 0.42 kg ai/ha の量で処理
7 (想定使用量の約 2.8 倍)) し、覆土した。

1 播種 42 日後（草丈 1 メートルの時期）に青刈り茎葉、播種 98 日後（穀粒成熟期）に
2 穀粒、106 日後に成熟期茎葉が採取された。

3 採取された試料は塩化メチレン、メタノール、水で順次抽出し、さらに残渣をメタノー
4 ル及び 3 mol/L 塩酸 - メタノールで抽出した。抽出された試料は LSC により放射性物質
5 量が測定され、また、LC-MS により残留物質が同定された。

6 各部位の抽出液中に 10%TRR 以上存在した物質は、青刈り茎葉ではフィプロニル及び
7 代謝物 E、成熟期茎葉ではフィプロニル、代謝物 B 及び E、また、穀粒では代謝物 E（抱
8 合体）であった。なお、穀粒中にフィプロニルは検出されなかった。

10 表 4 各試料中の総放射性物質残留

残留物質	青刈り茎葉		成熟期茎葉		穀粒	
	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹
総残留放射性物質	—	0.21	—	3.7	—	0.16
フィプロニル	39.9	0.08	12.1	0.45	ND	ND
代謝物 B	8.7	0.02	27.6	1.02	ND	ND
代謝物 C	ND	ND	1.7	0.06	ND	ND
代謝物 E	12.7	0.03	25.3	0.94	ND	ND
代謝物 E（抱合体）	ND	ND	ND	ND	87.5	0.14
代謝物 H	ND	ND	7.7	0.29	ND	ND
未同定物質	4.8	0.01	28.1	1.04	5.7	0.009
非抽出性残留	20.6	0.043	5.2	0.19	20.7	0.033
合計	86.7	0.183	107.7	3.99	113.0	0.182

1) フィプロニル換算

11
12 ② 播種溝への滴下処理試験（1995 年）

13 [phe-¹⁴C]フィプロニル（アセトニトリル溶液 0.22 mg/mL）を播種溝に滴下処理（4.5
14 mg/ポット（0.15 kg ai/ha 相当））後、播種し、覆土した。

15 播種 35 日後に青刈り茎葉、播種 98-106 日後（穀粒成熟期）に穀粒及び茎葉が採取
16 された。

17 採取された試料は、アセトニトリル - 水（3:1）、アセトニトリル - 水（1:3）、3N 塩
18 酸 - メタノールで順次抽出し、抽出された試料は LSC により放射性物質量が測定さ
19 れ、また、LC-MS により残留物質が同定された。

20 各部位の抽出液中に 10%TRR 以上存在した物質は、青刈り茎葉ではフィプロニル、
21 代謝物 B、E 及び H、成熟期茎葉ではフィプロニル、代謝物 B 及び E であった。穀粒
22 では代謝物 E であった。なお、①の試験同様、穀粒中にフィプロニルは検出されな
23 かった。

1

表 5 各試料中の総放射性物質残留

残留物質	青刈り茎葉		成熟期茎葉		穀粒	
	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹
総残留放射性物質	—	0.112	—	0.506	—	0.013
フィプロニル	39.1	0.044	12.1	0.061	ND	ND
代謝物 B	11.6	0.013	16.2	0.082	ND	ND
代謝物 E	29.9	0.033	38.4	0.194	60.4	0.008
代謝物 H	10.3	0.012	1.6	0.008	ND	ND
代謝物 I	ND	ND	1.4	0.007	ND	ND
未同定物質	21.2	0.022	23.3	0.11	23.0	0.003
非抽出性残留	0.8	0.001	3.4	0.017	—	0
合計	112.9	0.125	96.5	0.479	83.4	0.011

1) フィプロニル換算

2

3 (3) 植物代謝試験のまとめ (水稲、トウモロコシ)

4 海外の GAP に適合する量で実施された[$\text{phe-}^{14}\text{C}$]フィプロニルを用いた植物代謝試
 5 験において、10%TRR 以上存在した物質は、水稲では、青刈り茎葉でフィプロニル、
 6 代謝物 C 及び代謝/分解物 F、ワラでフィプロニル、代謝物 B、C 及び代謝/分解物 F、
 7 玄米でフィプロニル及び代謝物 E であった。

8 トウモロコシでは、青刈り茎葉でフィプロニル及び代謝物 B、E 及び H、成熟期茎
 9 葉ではフィプロニル、代謝物 B 及び E、穀粒では代謝物 E (抱合体も含む。)であ
 10 った。なお、穀粒中にフィプロニルは検出されなかった。

11

12 4 動物における代謝試験

13 (1) ラット (1992 年)

14 SD ラット (雌雄各 5 匹/群) に[$\text{phe-}^{14}\text{C}$]フィプロニルを 4 mg/kg 体重 (低用量区) 若
 15 しくは 150 mg/kg 体重 (高用量区) で単回経口投与又は 4 mg/kg 体重で非標識のフィ
 16 プロニルを 14 日間反復経口投与後に[$\text{phe-}^{14}\text{C}$]フィプロニルを単回経口投与 (反復投与区)
 17 された。

18 投与放射性物質は主に糞中に排泄され、[$\text{phe-}^{14}\text{C}$]フィプロニル投与後 7 日後までに
 19 TAR (総投与放射性物質) の約 46% (低用量区)、約 59% (反復投与区)、約 71% (高
 20 用量区) が排泄され、尿への排泄は約 5% (低用量区)、約 15% (反復投与区)、約 26%
 21 (高用量区) であった。

22 投与 168 時間後に採取された脂肪、肝臓、腎臓、筋肉、子宮中の抽出液中の残留物質
 23 は同定されたものは全て代謝物 B であった。なお、高用量投与群の脂肪と腎臓の抽出液
 24 中に少量の未同定代謝物が検出された。

1 (2) ヤギ

2 ① フィプロニルの代謝試験 (1994 年)

3 泌乳ヤギ (British Saanen 種) 1 頭/給与群に、ゼラチンカプセルに封入した[¹⁴C]
4 フィプロニルを飼料中濃度 0.05、2 又は 10 mg/kg (DM ベース) に相当する量
5 を 7 日間連続して給与する試験が行われた。

6 給与期間中、乳、糞及び尿が採取され、最終給与 23 時間後のと殺後、組織及び臓
7 器が採取された。

8 採取された試料はアセトニトリルで抽出し、さらに 10 mg/kg 給与群の肝臓の残渣
9 はメタノール、腎臓の残渣はアセトニトリルで再度抽出した。抽出された試料は
10 LSC より放射性物質量が測定され、また、HPLC を用いた標品との比較及び GC-MS
11 により残留物質が同定された。

12 給与された放射性物質は、主に糞中 (18-64%**TAR**) に排泄されていた。2 及び 10
13 mg/kg 給与群の乳、組織及び臓器において、主要な残留物質はフィプロニル及び代謝
14 物 B であった。2 mg/kg 給与群では、いずれの組織の抽出液においても代謝物 B が
15 最も割合が多く (52-65 %**TRR**)、フィプロニルは 5.4-37%**TRR** であった。一方、10
16 mg/kg 給与群では、乳、筋肉及び脂肪の抽出液ではフィプロニルが最も多く (60-
17 73%**TRR**)、肝臓及び腎臓の抽出液では代謝物 B が 53 及び 75%**TRR** と最も多く、
18 フィプロニルは 1.5 及び 3.2%**TRR** であった。その他、10%**TRR** 以上存在した代謝物
19 は、肝臓の抽出液の代謝物 E (11%、0.08 mg eq/kg) のみであった。ただし、給与
20 濃度 10 mg/kg は、推定された飼料中の残留濃度 (0.04 mg/kg) に比較すると 250 倍
21 高い。

22 また、乳中の残留濃度は試験期間中 (7 日間) に定常状態に達しなかった (表
23 7)。

24 表 6 排せつ及び組織中の残留 (%**TAR**)

試料/給与量	0.05 mg/kg 給与群	2 mg/kg 給与群	10 mg/kg 給与群
尿	ND	2.45	6.58
糞	64.16	17.80	61.28
乳	0.86	4.64	1.33
ケージ洗浄液	ND	0.04	0.14
ケージ残屑	ND	ND	0.54
組織	18.31	25.41	7.44
合計回収率	83.32	50.32	77.3

26 ※ 合計回収率が最大でも 83%と低かったのは、フィプロニルは脂溶性が高いため、特定の組織採取後に
27 廃棄した残部体組織にかなりの残留があったと推定
28

1 表 7 乳中の経時的な残留濃度の推移 (mg/kg) ¹

給与後日数/給与量	0.05 mg/kg 給与群	2 mg/kg 給与群	10 mg/kg 給与群
1	ND	0.020	0.052
2	ND	0.039	0.033
3	0.001	0.051	0.068
4	0.001	0.071	0.097
5	0.001	0.088	0.119
6	0.001	0.096	0.142
7	0.001	0.107	0.166

1) フィプロニル当量

2
3 表 8 乳、組織及び臓器中の残留物質 (2 mg/kg 給与群)

残留物質	乳 ²		筋肉		大網脂肪		腎周囲脂肪		肝臓		腎臓	
	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹
総残留放射性物質	—	0.107	—	0.072	—	1.320	—	1.295	—	0.396	—	0.099
フィプロニル	26.5	0.028	22.2	0.016	36.8	0.486	31.55	0.409	5.36	0.066	6.67	0.007
代謝物 B	62.3	0.067	60.8	0.044	52.1	0.688	55.99	0.725	64.6	0.796	59.7	0.059
代謝物 C	9.15	0.010	7.75	0.006	8.06	0.106	7.17	0.093	3.40	0.042	3.09	0.003
代謝物 E	ND	ND	6.47	0.005	0.57	0.006	1.00	0.013	18.0	0.222	17.2	0.017

1) フィプロニル当量

2) 給与後 7 日目採取乳

4
5 表 9 乳、組織及び臓器中の残留物質 (10 mg/kg 給与群)

残留物質	乳 ²		筋肉		大網脂肪		腎周囲脂肪		肝臓		腎臓	
	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹
総残留放射性物質	—	0.166	—	0.079	—	1.919	—	1.945	—	0.862	—	0.151
フィプロニル	59.8	0.099	60.8	0.048	73.2	1.405	72.7	0.893	1.54	0.013	3.21	0.005
代謝物 B	22.5	0.037	20.5	0.016	16.9	0.323	18.0	0.349	52.9	0.456	75.1	0.113
代謝物 C	11.7	0.019	8.26	0.007	5.47	0.105	6.04	0.117	ND	ND	ND	ND
代謝物 E	ND	ND	7.22	0.006	0.64	0.012	0.74	0.014	11.32	0.075	ND	ND

1) フィプロニル当量

2) 給与後 7 日目採取乳

6
7 ② 代謝/分解物 F の代謝試験

8 泌乳ヤギ (品種不明) 1 頭/給与群に、[phe-U-¹⁴C]フィプロニル デスルフィニル (フ
9 イプロニル デスルフィニルのフェニル基の炭素を ¹⁴C で均一に標識したものをい
10 う。以下「[phe-¹⁴C]代謝/分解物 F」と略) をゼラチンカプセルに封入し、飼料中濃度
11 0.05、2 又は 10 mg/kg (DM ベース) に相当する量を 7 日間連続して給与する試験

1 が行われた。

2 給与期間中、乳、糞及び尿が採取され、最終給与 23 時間後のと殺後、組織及び臓
3 器が採取された。

4 採取された乳、組織、臓器はアセトニトリル、糞はメタノールで抽出し、さらに
5 10 mg/kg 給与群の肝臓及び腎臓の残渣はヘキサン、メタノールで順次抽出した。抽
6 出された試料は LSC により放射性物質量が測定され、また、HPLC を用いた標品と
7 の比較及び LC-MS により残留物質が同定された。

8 放射性物質は主に糞中 (20-50%TRR) に排泄されていた。また、10 mg/kg 給与し
9 たヤギから採取した脂肪及び乳の抽出液には代謝/分解物 F のみが同定され、筋肉又
10 は腎臓の抽出液では、代謝/分解物 F のほか、未同定物質が少量存在した (筋肉 : <0.02
11 mg eq/kg、0.95%TRR。腎臓 : 0.004-0.024 mg eq/kg、0.82-5.1%TRR)。肝臓の抽
12 出液では代謝/分解物 F のほか、代謝物 (RPA105048、RPA108058、RPA106889)
13 及び未同定物質が存在したが、いずれも少量 (1.1-3.4%TRR、0.05-0.03 mg eq/kg)
14 であった。

15
16 表 10 給与放射性物質の分布割合 (%TAR)

試料	0.05 mg/kg 給与群	2 mg/kg 給与群	10 mg/kg 給与群
尿	7.05	4.67	3.22
糞	19.5	25.9	49.7
乳	5.28	0.96	2.57
ケージ洗浄液	0.79	0.14	0.19
脂肪	25.6	9.02	7.36
腎臓	0.13	0.11	0.06
肝臓	4.37	2.73	2.21
筋肉	9.24	8.32	4.07

17
18 表 11 乳、組織及び臓器中の残留物質 (10 mg/kg 給与群)

残留物質	乳 ²		筋肉		大網脂肪		腎脂肪		肝臓		腎臓	
	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹
代謝/分解物 F (給与物質)	94.1	0.337	69.55	0.125	81.6	2.188	85.6	1.896	58.14	1.637	49.2	0.23

19 1) 代謝/分解物 F 換算

2) 給与 7 日目採取乳

1 (3) 鶏

2 ① フィプロニルの代謝試験 (1994 年)

3 Hisex 系鶏 (5 羽/給与群) に、ゼラチンカプセルに封入した [phe-¹⁴C] フィプロニル
4 を飼料中濃度 0.05、2 又は 10 mg/kg (DM ベース) に相当する量を 28 日間連続して
5 給与する試験が行われた。

6 給与期間中、鶏卵、糞及び尿が採取され、最終給与 24 時間後のと殺後、組織及び
7 臓器が採取された。

8 採取された試料はアセトニトリルで抽出して、抽出された試料は LSC により放射
9 性物質が測定され、また、HPLC を用いた標品との比較及び GC-MS により残留物
10 質が同定された。

11 放射性物質の排泄物への累積排泄率は約 28% TAR (0.05 mg/kg 群)、約 36% TAR
12 (2 mg/kg 群)、約 42% TAR (10 mg/kg 群) であった。

13 全ての組織の抽出液では、ほとんど代謝物 B (85-100% TRR) であり、その他フィ
14 プロニルが少量存在した。卵黄中の残留濃度は用量相関性の増加が見られ、卵白中の
15 残留濃度の 20 倍以上であった (表 13~15 の総残留放射性物質の欄参照)。また、
16 代謝物 B の残留濃度は、組織及び臓器中の全ての試料で脂肪中の残留濃度が最も高
17 く、次いで皮膚、肝臓で、筋肉中の残留濃度が最も低かった。また、全ての部位で用
18 量相関性の増加がみられた。

19 なお、給与濃度 10 mg/kg は、推定された飼料中の残留濃度 (0.004 mg/kg) に比
20 較すると 2500 倍高い。

21
22 表 12 給与放射性物質の分布割合 (%TAR)

試料	0.05 mg/kg 給与群	2 mg/kg 給与群	10 mg/kg 給与群
排泄物	28.35	36.28	41.67
卵黄	16.11	15.11	13.26
卵白	1.99	1.68	1.44
ケージ洗浄液	ND	0.06	0.07
ケージ残屑	ND	0.57	0.43
組織	5.40	0.82	0.65
合計回収率	51.9	54.53	57.53

1 表 13 組織等中の残留物質 (0.05 mg/kg 給与群)

残留物質	卵白 ²		卵黄 ²		筋肉		皮膚		腹膜脂肪		肝臓	
	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹
総残留放射性物質	—	0.008	—	0.177	—	0.005	—	0.101	—	0.286	—	0.030
フィプロニル	NA	NA	1.93	0.003	NA	NA	ND	ND	2.49	0.007	ND	ND
代謝物 B	NA	NA	97.9	0.157	NA	NA	94.5	0.095	96.9	0.274	98.1	0.029

1) フィプロニル換算 2) 給与 28 日目採取卵 NA: not analyzed.

2
3 表 14 組織等中の残留物質 (2 mg/kg 給与群)

残留物質	卵白 ²		卵黄 ²		筋肉		皮膚		腹膜脂肪		肝臓	
	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹
総残留放射性物質	—	0.242	—	7.021	—	0.165	—	3.865	—	11.88	—	1.19
フィプロニル	3.84	0.010	2.70	0.174	ND	ND	ND	ND	1.70	0.200	1.04	0.013
代謝物 B	95.2	0.250	95.3	6.158	99.8	0.170	85.7	3.230	97.0	11.44	98.0	1.184

1) フィプロニル換算 2) 給与 28 日目採取卵

4
5 表 15 組織等中の残留物質 (10 mg/kg 給与群)

残留物質	卵白 ²		卵黄 ²		筋肉		皮膚		腹膜脂肪		肝臓	
	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹
総残留放射性物質	—	0.993	—	30.113	—	0.731	—	17.04	—	56.36	—	4.89
フィプロニル	ND	ND	2.62	0.739	ND	ND	1.64	0.303	1.91	1.022	1.36	0.066
代謝物 B	94.6	0.974	96.4	27.181	99.9	0.733	98.3	18.181	97.1	51.982	98.5	4.748

1) フィプロニル換算 2) 給与 28 日目採取卵

6
7 表 16 卵白及び卵黄の放射性物質の回収率及び濃度

経過 日数	0.05 mg/kg 給与群				2 mg/kg 給与群				10 mg/kg 給与群			
	卵白		卵黄		卵白		卵黄		卵白		卵黄	
	回収率(%)	mg eq/kg ¹	回収率(%)	mg eq/kg ¹	回収率(%)	mg eq/kg ¹	回収率(%)	mg eq/kg ¹	回収率(%)	mg eq/kg ¹	回収率(%)	mg eq/kg ¹
1	ND	ND	ND	ND	0.06	0.006	0.01	0.003	0.11	0.048	0.01	0.005
7	0.40	0.001	8.12	0.035	1.26	0.135	6.43	1.500	1.37	0.629	6.17	6.922
14	3.83	0.008	24.58	0.100	2.29	0.216	16.10	3.610	1.79	0.779	15.98	17.511
21	2.40	0.005	28.88	0.144	2.22	0.253	21.07	5.327	2.01	0.911	22.19	25.403
28	4.24	0.008	42.75	0.177	3.65	0.242	64.46	7.021	2.25	0.993	30.15	30.113

8 1) フィプロニル換算

9

② 代謝/分解物 F の代謝試験

産卵鶏（5羽/群）に、ゼラチンカプセルに封入した[phe-¹⁴C]代謝/分解物 F を飼料中濃度 0.05、2 又は 10 mg/kg（DM ベース）に相当する量を 14 日間連続して給与する試験が行われた。

給与期間中、鶏卵、糞及び尿を採取し、最終給与 23 時間後にと殺し、組織及び臓器を採取した。

採取された卵、組織及び糞はアセトニトリル、肝臓及び皮膚はメタノールで抽出し、さらに残渣をヘキサン等で抽出した。抽出された試料は LSC により放射性物質量が測定され、また、HPLC を用いた標品との比較及び LC-MS により残留物質が同定された。

放射性物質は排泄物中に 53-71% TAR が排泄された。また、10 mg/kg 給与群の鶏から採取した皮膚、脂肪及び卵白の抽出液では、代謝/分解物 F のみ同定（85-90% TRR）された。また、肝臓の抽出液では代謝/分解物 F（14% TRR、0.6 mg eq/kg）のほか代謝物 J、L、M、N（1.8-5.6% TRR、0.072-0.23 mg eq/kg）が、筋肉の抽出液では代謝/分解物 F（70% TRR、0.35 mg eq/kg）のほか、少量の未同定代謝物が、卵黄の抽出液では代謝/分解物 F（59% TRR、4.3 mg eq/kg）のほか、代謝物 L、N（5.2% TRR、0.38 mg eq/kg、1.2% TRR、0.088 mg eq/kg）が同定された。

表 17 給与放射性物質の分布割合（%TAR）¹

試料	0.05 mg/kg 給与群	2 mg/kg 給与群	10 mg/kg 給与群
排泄物	53	69.0	71
卵黄	4.8	2.9	3.6
卵白	1.9	1.3	1.3
ケージ洗浄液	1.6	1.4	1.2
組織	4.0	4.2	6.3

表 18 組織等中の残留物質（10 mg/kg 給与群）

残留物質	卵白 ²		卵黄		筋肉		皮膚		腹膜脂肪		肝臓	
	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹	%TRR	mg eq/kg ¹
代謝物 F	85.1	0.717	59.33	4.261	69.68	0.354	86.9	5.119	90.9	8.802	13.83	0.565
代謝物 J	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	1.76	0.072
代謝物 L	ND	ND	5.21	0.375	ND	ND	ND	ND	ND	ND	3.26	0.133
代謝物 M	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	3.69	0.151
代謝物 N	ND	ND	1.23	0.088	ND	ND	ND	ND	ND	ND	5.62	0.230

1) 代謝/分解物 F 換算

2) 給与 14 日目採取卵

1 (3) 動物の代謝試験のまとめ（ラット、ヤギ、鶏）

2 [phe-¹⁴C]フィプロニルの動物代謝試験において、ラットでは、組織中の残留物質は
3 全て代謝物 B であった。

4 ヤギでは、各組織でフィプロニル及び代謝物 B が残留し、これらは 2 mg/kg 給与群
5 では全ての組織で代謝物 B、フィプロニルの順に、10 mg/kg 給与群では乳、組織中で
6 フィプロニル、代謝物 B、臓器で代謝物 B、フィプロニルの順に多く認められた。

7 鶏では、全ての組織及び卵で代謝物 B が多く認められ、フィプロニルは少量であっ
8 た。

9 また、[phe-¹⁴C]代謝/分解物 F の動物代謝試験において、代謝/分解物 F は、ヤギの
10 組織及び鶏の皮膚、脂肪及び卵白にほぼそのままの形で存在していた。

11
12 5 分析法

13 (1) 飼料

14 飼料中のフィプロニルの分析法は、「飼料分析基準の制定について」（平成 20 年 4 月
15 1 日付け 19 消安第 14729 号農林水産省消費・安全局長通知）において定められている（表
16 17）。

17 （ガスクロマトグラフ質量分析計による一斉分析法の概要）

18 試料からアセトニトリルで抽出し、多孔性ケイソウ土カラム、GPC カラム、グラファイ
19 トカーボン／アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム、合成ケイ酸マグネシウ
20 ムミニカラムの順で分離・精製して、GC-MS で測定する。

22 表19 飼料中のフィプロニルの分析法

分析法	分析対象物質	分析対象	定量下限 (mg/kg)	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)	RSD (%)
ガスクロマトグラフ質量 分析計による一斉分析法 (GC-MS)	フィプロニル	配合飼料、乾 牧草、穀類、 稲ワラ等	0.01	配合飼料（繰返し 各 3）		
				0.05	86.4	8.3
				0.1	85.8	7.1
				0.5	110.7	12.7
				乾牧草（繰返し 各 3）		
				0.05	122.4	3.1
				0.1	106.3	6.4
				0.5	111.7	3.1

23
24 なお、委託事業により定量下限が 0.002 mg/kg（対象：穀類）の分析法を開発し、確立
25 される見込み。

1 (2) 畜産物

2 畜産物中のフィプロニルの分析法は、「食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医
3 薬品の成分である物質の試験法について」（平成 17 年 1 月 24 日付け食安発第 0124001
4 号厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知）において定められている（表 20）。

5
6 (液体クロマトグラフタンデム型質量分析法の概要)

7 酢酸酸性下、n-ヘキサン及び無水硫酸ナトリウム存在下、アセトニトリルで抽出する。
8 アルミナ（中性）ミニカラムで精製した後、LC-MS/MS で測定する。

9
10 表20 畜産物中のフィプロニルの分析法

分析法	分析対象物質	分析対象	定量下限 (mg/kg)	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)	RSD (%)
液体クロマトグラフ タンデム型質量分析 法 (LC-MS/MS)	フィプロニル、 代謝物 B	畜産物	各々 0.001	0.001	86 - 112 (フィプロニル)	1.7 - 7.4 (フィプロニル)
					84 - 97 (代謝物 B)	1.0 - 9.9 (代謝物 B)

11
12
13 6 規制対象物質及び暴露評価対象物質

14 (1) 規制対象物質

15 飼料中の規制対象物質については、水稻及びトウモロコシの植物代謝試験において植物
16 体での主要な物質はフィプロニルであった。また、飼料中のフィプロニルの分析法にお
17 ける分析対象物質はフィプロニルとしている。このため、飼料中の規制対象物質はフィ
18 プロニルとする。

19 畜産物中の規制対象物質は、ヤギ及び鶏の代謝試験において主要な代謝物がフィプロ
20 ニル及び代謝物 B であったことから、畜産物中の規制対象物質はフィプロニル及び代謝物 B
21 とするのが妥当と考える。

22 なお、飼料及び畜産物中の規制対象物質は、食品衛生法の対象物質と同一となった。

23
24 (飼料安全法)

25 規制対象物質 : 飼料 フィプロニル
26 畜産物 フィプロニル及び代謝物 B

27 (食品衛生法)

28 規制対象物質 : 農産物 フィプロニル
29 畜産物 フィプロニル及び代謝物 B

1 (2) 暴露評価対象物質

2 畜産物中の暴露評価対象物質（ヒトでの摂取量評価に用いる対象物質）については、畜
 3 産物では家畜代謝試験において代謝物 B が比較的多く残留しているが、毒性試験において
 4 代謝物 B は、フィプロニルより毒性が低かった。一方、代謝/分解物 F は、フィプロニル
 5 と同程度の毒性があった。このため、暴露評価対象物質はフィプロニル及び代謝/分解物 F
 6 とする。なお、畜産物中の暴露評価対象物質は、食品安全委員会及び食品衛生法における
 7 対象物質と同一となった。

8
 9 暴露評価対象物質 : 畜産物 フィプロニル及び代謝/分解物 F

10
 11 (食品安全委員会、食品衛生法)

12 暴露評価対象物質 : 農産物 フィプロニル

13 畜産物 フィプロニル及び代謝/分解物 F

14
 15 7 作物残留試験の結果及び基準値案

16 (1) トウモロコシ（種子）

17 フィプロニルには、国内では飼料用のトウモロコシへの適用はないが、我が国への主要
 18 な輸出国である米国に適用があることから、JMPR の評価で試験実施国における残留が最
 19 大となる使用基準（c GAP）の条件を満たした作物残留試験結果からその残留濃度を確認
 20 した。

21 表 21 米国の使用基準（c GAP）

剤型	使用方法	使用量	回数	PHI（日）
フロアブル 顆粒水和剤	土壌処理	146 g ai/ha	1	90

22
 23 表 22 トウモロコシの作物残留試験（種子）

試験実施 国	試験例 数	使用方法	使用量 (g ai/ha)	DAT	残留物質（mg/kg） ¹		
					フィプロニル	B	F
フランス	1	土壌処理	200	99	<0.002 (<0.00146)	<0.002 (<0.00146)	<0.002 (<0.00146)
ギリシャ	1	土壌処理	200	99	<0.002 (<0.00146)	<0.002 (<0.00146)	<0.002 (<0.00146)
ギリシャ	1	土壌処理	400	99	<0.002 (<0.00073)	<0.002 (<0.00073)	<0.002 (<0.00073)

1) フィプロニル換算。 2) DAT：処理後日数（days after treatment）

残留物質の欄の括弧内の数値は、プロポーショナルリテイクの原則によるスケーリング後の値

試験実施 国	試験例 数	使用方法	使用量 (g ai/ha)	DAT	残留物質 (mg/kg) ¹		
					フィプロニル	B	F
イタリア	1	土壌処理	153	161	0.002	<0.002	<0.002

1) フィプロニル換算

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32

トウモロコシの作物残留試験において、フランス及びギリシャで実施された3例は、米国の使用基準の1.4~2.7倍の使用量で、フィプロニル、代謝物B、代謝/分解物Fは全て定量下限未満(<0.002 mg/kg)であった。一方、イタリアで実施された試験で、米国の使用基準よりも処理後日数が長かったが、フィプロニルで0.002 mg/kgの残留が認められていた。

これらの試験結果から、基準値は定量下限の0.002 mg/kgとせず、フランス及びギリシャのデータ(プロポーショナルリティーの原則によるスクリーニング後の値)からOECD calculatorにより得られた推奨基準値の0.01 mg/kgとするのが妥当と考えられた。

一方、食品衛生法では、トウモロコシの基準値は0.02 ppm(mg/kg)としているが、食用のトウモロコシが飼料に転用される可能性があること、また、国際的には、食品及び飼料で同じ基準とし、基準値が高い方を採用することになっていることから、飼料用のトウモロコシの基準値案を0.02 mg/kgとする。

また、畜産物の基準値推定、HR及びSTMRの算出に用いる値は、全ての試験でフィプロニル及び代謝物残留濃度が定量下限未満であったこと及びトウモロコシを用いた植物代謝試験で代謝物B及び代謝/分解物Fは検出されなかったことから、フィプロニルを0.002 mg/kg、代謝物B及び代謝/分解物Fを0 mg/kgとする。

トウモロコシの基準値(案) : 0.02 mg/kg (フィプロニル)
 畜産物の基準値推定、HR及びSTMR : 0.002 mg/kg (フィプロニル)
 0 mg/kg (代謝物B)
 0 mg/kg (代謝/分解物F)

(2) マイロ(種子(ソルガム))

フィプロニルには、国内ではマイロへの適用はないが、飼料の主要な日本への輸出国であるオーストラリアに適用があることから、JMPRの評価で試験実施国における残留が最大となる使用基準(c GAP)の条件を満たした作物残留試験結果からその残留濃度を確認した。

表 23 オーストラリアの使用基準 (c GAP)

剤型	使用方法	使用量	回数	PHI (日)
微量散布剤 (UL)	葉面散布	1.3 g ai/ha	規定なし	14

表 24 オーストラリアにおけるマイロの作物残留試験 (種子)

使用量 (g ai/ha)	剤型	使用方法	回数	DAT ¹ (日)	残留物質 (mg/kg) ²		
					フィプロニル	B	F
1.25	UL	葉面散布	1	15	<0.002	<0.002	<0.002
				<u>21</u>	<u>0.002</u>	<0.002	<0.002
1.25	UL	葉面散布	1	15	<0.002	<0.002	<0.002
1.25	SC ³	葉面散布	1	15	<0.002	<0.002	<0.002

1) DAT:処理後日数(days after treatment) 2) フィプロニル換算 3) SC:SC(suspension concentrate)剤

これらの試験のうち、オーストラリアの残留が最大となる使用基準を満たした試験は 3 例であった。使用基準を満たした作物残留試験の例数は少ないものの、マイロ (種子) 中に 0.002 mg/kg の残留が認められていた。これらの結果から OECD calculator により得られた推奨基準値の 0.01 mg/kg が妥当と考えられた。

また、畜産物の基準値推定、HR 及び STMR の算出に用いる値は、作物残留試験結果からフィプロニル、代謝物 B 及び代謝/分解物 F とともに 0.002 mg/kg とする。

マイロの基準値 (案) : 0.01 mg/kg (フィプロニル)
 畜産物の基準値推定、HR 及び STMR : 0.002 mg/kg (フィプロニル)
 0.002 mg/kg (代謝物 B)
 0.002 mg/kg (代謝/分解物 F)

(3) オオムギ、コムギ、ライムギ及びエンバク

フィプロニルには、国内ではオオムギ、コムギ、ライムギ、エンバクの適用はないが、飼料の主要な日本への輸出国で適用があることから、試験実施国における残留が最大となる使用基準 (c GAP) の条件を満たした作物残留試験結果からその残留濃度を確認した。

表 25 フランスの使用基準 (c GAP)

剤型	対象作物	使用方法	使用量	回数
フロアブル	穀類の種子	種子処理	50 g ai/100 kg seed	1

表 26 オオムギ、コムギの作物残留試験 (種子)

試験実施国	作物	試験例数	施用方法	使用量	使用回数	残留物質 (mg/kg) ¹		
						フィプロニル	B	F
フランス	コムギ	5	種子処理	50 g ai/100 kg seed	1	<0.002	<0.002	NR
フランス	オオムギ	6	種子処理	100-150g ai/100 kg seed	1	<0.002	<0.002	NR

1) フィプロニル換算、NR : Not Reported

JMPR の評価書において、オオムギ、コムギ、ライムギ、エンバクの cGAP は、フランスの使用基準で、それを満たしたデータはコムギの作物残留試験の 5 例であった (全ての物質で LOQ 未満 (<0.002 mg/kg))。また、フランスのオオムギの作物残留試験の 6 例では、使用基準の 2~3 倍量であってもフィプロニルの残留濃度は全て LOQ 未満 (<0.002 mg/kg) であった。これらの結果から、オオムギ及びコムギの基準値を各々定量下限の 0.002 mg/kg と設定することとする。また、エンバク及びライムギについては作物残留試験がないものの、エンバク及びライムギの使用基準はオオムギ及びコムギの使用基準と同じ (穀類として使用基準が設定) であることから、これらについても基準値を各々 0.002 mg/kg とする。

また、畜産物の基準値推定、HR 及び STMR の算出に用いる値は、使用基準の 2~3 倍量であってもフィプロニルの残留濃度は全て LOQ 未満 (<0.002 mg/kg) であったことからフィプロニル、代謝物 B 及び代謝/分解物 F とともに 0 mg/kg とする。

オオムギ、コムギ、ライムギ及びエンバクの基準値 (案) : 0.002 mg/kg (フィプロニル)

畜産物の基準値推定、HR 及び STMR : 0 mg/kg (フィプロニル)

0 mg/kg (代謝物 B)

0 mg/kg (代謝/分解物 F)

(4) その他の飼料

① 稲ワラ及び稲発酵粗飼料

フィプロニルには、国内で水稻に適用があることから、作物残留試験結果に基づき、稲

1 ワラの基準値を 0.2 mg/kg、稲発酵粗飼料の基準値を 0.1 mg/kg として定めている。これ
 2 らの基準値設定以降、新たな作物残留試験結果は得られておらず、また、国内における水
 3 稲への使用方法にも変更がないことから、今回の評価では基準値の見直しは行わないこと
 4 とする。

5 なお、畜産物の基準値、HR 及び STMR の算出に用いる値は、稲ワラ及び稲発酵粗飼料
 6 において以下のとおりとする。

7
8

表 27 日本の使用基準 (c GAP)

使用剤	使用時期	施用方法	使用量	使用回数
粒剤	移植当日まで	育苗箱	50 g/育苗箱	1 回

9
10

表 28 日本における作物残留試験 (稲ワラ又は稲発酵粗飼料)

試料	使用剤	使用量	DAT (日)	残留濃度(mg/kg)		
				フィプロニル	B	F
稲ワラ	1%粒剤	50 g/育苗箱	132	0.01	<0.01	<0.01
稲ワラ	1%粒剤	50 g/育苗箱	141	0.03	0.03	0.01
稲ワラ	1%粒剤	50 g/育苗箱	118	0.01	0.02	<0.01
稲ワラ	1%粒剤	50 g/育苗箱	140	<0.01	<0.01	<0.01
稲ワラ	1%粒剤	50 g/育苗箱	130	<0.01	<0.01	<0.01
稲ワラ	1%粒剤	50 g/育苗箱	122	<0.02	NA	NA
稲ワラ	1%粒剤	50 g/育苗箱	98	<0.02	NA	NA

1) DAT : 処理後日数 (days after treatment) NA : Not Analyzed

11

12 (i) 稲ワラ

13 稲ワラの基準値 : 0.2 mg/kg (フィプロニル)
 14 畜産物の基準値推定及び HR : 0.03 mg/kg (フィプロニル)
 15 0.03 mg/kg (代謝物 B)
 16 0.01 mg/kg (代謝/分解物 F)
 17 畜産物の STMR : 0.01 mg/kg (フィプロニル)
 18 0.01 mg/kg (代謝物 B)
 19 0.01 mg/kg (代謝/分解物 F)

20 (ii) 稲発酵粗飼料

21 稲発酵粗飼料の基準値 : 0.1 mg/kg (フィプロニル)
 22 畜産物の基準値推定及び HR : 0.013 mg/kg (フィプロニル)
 23 0.013 mg/kg (代謝物 B)
 24 0.004 mg/kg (代謝/分解物 F)

1 畜産物の STMR : 0.004 mg/kg (フィプロニル)
2 0.004 mg/kg (代謝物 B)
3 0.004 mg/kg (代謝/分解物 F)
4

5 (稲発酵粗飼料については、データが不足しているため、稲ワラと同程度の残留と仮
6 定して算出 (水分含量により換算))
7

8 ② 乾牧草

9 フィプロニルは、国内における牧草等の飼料用作物への適用はない。

10 乾牧草の主要な日本への輸出国では、オーストラリアで放牧地への適用による青刈り牧
11 草の基準値 (0.02 mg/kg)、ソルガムへの適用による茎葉 (青刈り、乾牧草) に基準値 (0.02
12 mg/kg、0.01 mg/kg) が設定されているが、近年、オーストラリアからソルガム (乾牧草)
13 が輸入されている実績はない¹。また、FAMIC のモニタリング検査において、牧草からフ
14 イプロニルが検出された事例もない。これらのことから、国内で利用される牧草にフィプ
15 ロニルが残留している可能性は低いと考えられるため、牧草の基準値は設定しないことと
16 し、既存の基準値を削除することとする。
17

18 8 家畜の残留試験

19 (1) 牛 (フィプロニル給与)

20 ホルスタイン種 (3頭/給与群) を用いて、飼料中濃度として0.04、0.13及び0.43 mg/kg
21 に相当する量 (DMベース) のフィプロニルを含有したゼラチンカプセルを35日間経口給
22 与する試験が行われ、最終給与後7時間後にと殺された。

23 乳は毎日午前及び午後に採取し、午後及び翌日午前の乳汁を混合して分析用試料とし、
24 と殺後、筋肉、脂肪、腎臓、肝臓を採取し、採取された乳汁及び組織はアセトニトリル-
25 アセトン (7:3) により抽出して、GC-ECD により各試料中のフィプロニル及び代謝物 B
26 が測定された。

27 乳中に定量下限以上の残留がみられたのは代謝物 B のみで、0.04 及び 0.13 mg/kg 給与
28 群の乳では給与 12 日目に残留濃度が平衡に達し、12 日目以降は、ほぼ同程度で推移して
29 いた。また、0.13 及び 0.43 mg/kg 給与群の試料においても、定量下限以上の残留がみら
30 れたのは代謝物 B のみで、フィプロニルは ND 又は定量下限未満であった。
31
32
33
34
35
36

¹ ソルガム茎葉等のモロコン属牧草の輸入は、95%以上米国 (一部スペイン、メキシコ) (平成 25 年~28 年、植物検疫統計)

1 表 29 乳中のフィプロニル及び代謝物残留濃度 (mg/kg) ¹

試験 開始後	0.04 mg/kg 給与群		0.13 mg/kg 給与群		0.43 mg/kg 給与群	
	フィプロニル	代謝物 B	フィプロニル	代謝物 B	フィプロニル	代謝物 B
1 日目	ND	ND	ND	<0.01	<0.01	<0.01
3 日目	ND	<0.01	ND	<0.01	<0.01	<0.01
7 日目	ND	<0.01	ND	<0.01	<0.01	0.016
12 日目	ND	<0.01	ND	0.011	<0.01	0.022
15 日目	ND	<0.01	ND	0.012	<0.01	0.024
20 日目	ND	<0.01	ND	0.011	<0.01	0.026
25 日目	ND	<0.01	ND	0.011	<0.01	0.027
29 日目	ND	<0.01	ND	0.011	<0.01	0.030
34 日目	ND	<0.01	ND	0.013	<0.01	0.039

注 1) フィプロニル換算値

2
3 表 30 組織等のフィプロニル及び代謝物残留濃度 (mg/kg) ¹

試料		0.04 mg/kg 給与群		0.13 mg/kg 給与群		0.43 mg/kg 給与群	
		フィプロニル	代謝物 B	フィプロニル	代謝物 B	フィプロニル	代謝物 B
筋肉	最大	ND	<0.01	ND	0.015	ND	ND
	平均	ND	<0.01	ND	0.01	ND	ND
脂肪	最大	<0.01	0.063	<0.01	0.218	0.042	0.546
	平均	<0.01	0.048	<0.01	0.166	0.031	0.468
肝臓	最大	ND	0.013	ND	0.061	ND	0.16
	平均	ND	0.012	ND	0.049	ND	0.133
腎臓	最大	ND	<0.01	<0.01	0.014	<0.01	0.034
	平均	ND	<0.01	<0.01	0.01	<0.01	0.029
乳	平均	ND	<0.01	ND	0.012	<0.01	0.036

注 1) フィプロニル換算値 定量下限 : 0.01 mg/kg。 乳は定常状態での平均値

6 (2) 牛 (代謝/分解物 F 給与)

7 牛 (ホルスタイン種、3 又は 4 頭/給与群) を用いて、飼料中濃度として 0.025、0.076、
8 0.3 mg/kg に相当する量 (DM ベース) の代謝/分解物 F を含有したゼラチンカプセルを
9 35 日間経口給与する試験が行われた。

10 試験期間中、飼料摂取量、乳量、体重等に給与に起因すると考えられる影響は見られな
11 かった。乳は毎日午前及び午後に採取し、午後及び翌日午前の乳汁を混合して分析用試料
12 とし、最終給与 14 時間後にと殺された後、筋肉、脂肪、腎臓、肝臓を採取し、採取された
13 乳汁及び組織はアセトニトリル - アセトン (7:3) により抽出して、GC-MS により各試料

1 中の代謝/分解物 F が測定された。
 2 乳中の代謝/分解物 F は、0.025、0.076 及び 0.3 mg/kg 給与群の乳では給与 15 日目、1
 3 mg/kg 給与群の乳では給与 20 日目に残留濃度が平衡に達し、それ以降はほぼ同程度で推
 4 移していた。筋肉等の試料中残留濃度は用量相関的に残留していた。

5
6 表 31 乳中の代謝/分解物 F 残留濃度 (mg/kg)

試験開始後	0.025 mg/kg 給与群	0.076 mg/kg 給与群	0.3 mg/kg 給与群
1 日目	0.002	0.002	0.003
3 日目	0.002	0.003	0.010
7 日目	0.002	0.005	0.020
12 日目	0.003	0.006	0.024
15 日目	0.003	0.007	0.026
20 日目	0.003	0.007	0.028
22 日目	NA	NA	NA
25 日目	0.003	0.007	0.027
29 日目	0.003	0.008	0.023
35 日目	0.004	0.009	0.028

注) 各給与群 3 頭の試料の平均値。定量下限未満 (<0.002 mg/kg) は定量下限値として算出した。

NA : not analyzed

7
8 表 32 組織等の代謝/分解物 F 残留濃度 (mg/kg)

試料	0.025 mg/kg 給与群	0.076 mg/kg 給与群	0.3 mg/kg 給与群
筋肉	0.0023	0.0037	0.0150
脂肪	0.0403	0.1067	0.3633
肝臓	0.0357	0.0870	0.3633
腎臓	0.0050	0.0117	0.0383
乳	0.0030	0.0080	0.0270

9 定量下限 : 0.002 mg/kg。筋肉、脂肪、臓器については平均値、乳は定常状態での平均値

10
11 (3) 鶏 (フィプロニル給与)

12 鶏 (白色レグホン種、10羽/給与群。10羽を3-4羽のグループとした。) を用いて、飼
 13 料中濃度として0.01、0.031及び0.10 mg/kgに相当する量 (DMベース) のフィプロニル
 14 を含有したゼラチンカプセルを42日間経口給与する試験が行われ、最終給与後3時間以内
 15 にと殺された。

16 卵は毎日午前及び午後に採取し、午後及び翌日午前の卵をグループごとに混合して分析
 17 用試料とし、と殺後、筋肉、脂肪付皮膚、肝臓を採取し、卵及び組織はアセトニトリル-

1 アセトン (7:3) により抽出して、GC-ECD により各試料中のフィプロニル及び代謝物 B
2 が測定された。

3 卵中の代謝物 B は、概ね給与開始 20-25 日目に残留濃度が定常状態に達し、3 日目以降
4 はほぼ同程度で推移していた。また、いずれの給与群の試料においても、定量下限以上の
5 残留がみられたのは代謝物 B のみで、代謝物 C は 0.03 mg/kg 給与群の 1 グループの皮膚
6 /脂肪試料で定量下限未満の残留 (トレース) が検出されたのみであった。

7

8

表 33 卵中のフィプロニル残留濃度 (mg/kg) ¹

試験 開始後	0.01 mg/kg 給与群		0.03 mg/kg 給与群		0.10 mg/kg 給与群	
	フィプロニル	B ²	フィプロニル	B ²	フィプロニル	B ²
1 日目	ND	ND	ND	<0.010	ND	<0.010
3 日目	ND	<0.010	ND	<0.010	ND	<0.010
7 日目	ND	<0.010	ND	<0.010	<0.010	0.033
12 日目	ND	<0.010	ND	0.013	<0.010	0.049
15 日目	ND	<0.010	ND	0.019	<0.010	0.051
20 日目	ND	<0.010	ND	0.020	<0.010	0.102
25 日目	ND	0.013	ND	0.023	<0.010	0.116
29 日目	ND	0.010	ND	0.030	<0.010	0.115
34 日目	ND	0.012	ND	0.036	<0.010	0.097
41 日目	ND	<0.010	ND	0.029	<0.010	0.112

注 1) フィプロニル換算値

注 2) グループごとに混合した試料のうち、最大値を記載

9

10

表 34 組織等のフィプロニル残留濃度 (mg/kg) ¹

試料		0.01 mg/kg 給与群		0.031 mg/kg 給与群		0.10 mg/kg 給与群	
		フィプロニル	代謝物 B	フィプロニル	代謝物 B	フィプロニル	代謝物 B
筋肉	最大	ND	<0.01	ND	<0.01	ND	0.014
	平均	ND	<0.01	ND	<0.01	ND	0.012
脂肪付き 皮	最大	ND	0.014	<0.01	0.060	<0.01	0.208
	平均	ND	0.013	<0.01	0.054	<0.01	0.191
肝臓	最大	ND	<0.01	<0.01	0.020	<0.01	0.071
	平均	ND	<0.01	<0.01	0.020	<0.01	0.069
卵	最大	ND	0.013	ND	0.036	<0.01	0.116
	平均	ND	0.01	ND	0.029	<0.01	0.101

11 注 1) フィプロニル換算値 定量下限: 0.01 mg/kg。卵は定常状態における値

12

9 畜産物中の残留濃度の推定

(1) 飼料の基準値案並びに畜産物の基準値、HR及びSTMRに用いる値

作物残留試験結果等から、飼料の基準値案並びに畜産物の基準値、HR及びSTMRに用いる値は、表35のとおりとなった。

表 35 飼料の基準値案及び畜産物の残留濃度の推定に用いる値 (mg/kg)¹

飼料名	飼料の基準値案 (規制対象： フィプロニル)	畜産物の基準値、HR及びSTMRの算出に用いる値		
		フィプロニル	代謝物B	代謝/分解物F
トウモロコシ	0.02	0.002	0	0
マイロ (ソルガム)	0.01	0.002	0.002	0.002
オオムギ	0.002	0	0	0
コムギ	0.002	0	0	0
ライムギ	0.002	0	0	0
エンバク	0.002	0	0	0
稲ワラ	0.2	0.03 (0.01)	0.03 (0.01)	0.01 (0.01)
稲発酵粗飼料	0.1	0.0133 (0.004)	0.0133 (0.004)	0.004 (0.004)
コーン ⁶ ルテンフィード ⁷	—	0.002	0	0
コーン ⁶ ルテンミール	—	0.002	0	0
コーン ⁶ ジャムミール	—	0.002	0	0
トウモロコシ ⁶ スチラーゼ ⁶ グレイ ソリュブル (DDGS)	—	0.002	0	0
ホミニフィード ⁷	—	0.002	0	0

注1) フィプロニル換算値

稲ワラ及び稲発酵粗飼料において、上部は畜産物の基準値及びHR、下部の括弧内はSTMRの算出に用いる値

(2) 飼料中の残留濃度の推定

FAOマニュアル¹で示されている方法に準じて、(1)表中の値と我が国の家畜への飼料の給与割合を用いて、飼料中の残留濃度を算出した。

算出の結果、飼料中のフィプロニル等の残留濃度は、表36のとおりとなった。

¹ FAO manual on the submission and evaluation of pesticide residues data for the estimation of maximum residue levels in food and feed

1 表 36 飼料中のフィプロニル等の推定残留濃度 (mg/kg) ¹

給与家畜		乳牛用飼料	肉牛用飼料	豚用飼料	採卵鶏用飼料	肉用鶏用飼料
フィプロニル	最大	0.0193	0.0194	0.0024	0.0021	0.0016
	平均	0.0072	0.0071	0.0024	0.0021	0.0016
代謝物B	最大	0.0190	0.0192	0.0013	0.0013	0.0015
	平均	0.0070	0.0065	0.0013	0.0013	0.0015
代謝/分解物F	最大	0.0061	0.0061	0	0	0
	平均	0.0061	0.0061	0	0	0

2 1) フィプロニル及び代謝物 B はフィプロニル換算値 (代謝/分解物 F は未換算)

3
4 (3) 畜産物中の残留濃度の推定

5 ① 畜産物中の最大残留濃度

6 表 36 の飼料中の最大残留濃度 (フィプロニル及び代謝物 B)、乳牛及び採卵鶏の残
7 留試験の結果を用いて、畜産物の基準値の推定及び HR の算出した結果は以下のとおり
8 となった (豚については、牛の残留試験結果から外挿して算出)。

9
10 牛 (フィプロニル及び代謝物 B ¹ の和) (mg/kg)

	最大残留濃度 ¹	筋肉 ¹	脂肪 ¹	肝臓 ¹	腎臓 ¹	乳 ¹
乳牛	0.0383	0.0092	0.0678	0.0120	0.0092	0.0092
肉牛	0.0386	0.0093	0.0683	0.0121	0.0093	—
推定した畜産物の基準値		0.02	0.1	0.02	0.02	0.02
食品基準値		0.5	0.5	0.1	0.02	0.02
Codex基準		0.5		0.1	0.02	0.02

11 1) フィプロニル換算値

12
13 豚 (フィプロニル及び代謝物 B ¹ の和) (mg/kg)

	最大残留濃度 ¹	筋肉 ¹	脂肪 ¹	肝臓 ¹	腎臓 ¹
豚	0.0037	0.0009	0.0065	0.0011	0.0009
推定した畜産物の基準値		0.005	0.01	0.005	0.005
食品基準値		0.01	0.04	0.01	0.01
Codex基準		—	—	—	—

14 1) フィプロニル換算値

1 鶏（フィプロニル及び代謝物 B¹の和）（mg/kg）

	最大残留濃度 ¹	筋肉 ¹	脂肪 ¹	肝臓 ¹	腎臓 ¹	卵 ¹
採卵鶏	0.0034	0.0032	0.0054	0.0032	—	0.0042
肉用鶏	0.0031	0.0029	0.0049	0.0029	—	—
推定した畜産物の基準値		0.01	0.01	0.01	—	0.007
食品基準値		0.01	0.02	0.02	0.02	0.02
Codex基準		0.01		0.02		0.02

2 1) フィプロニル換算値

3
4 畜産物の最大残留濃度（HR）を算出したところ、食品衛生法の畜産物の基準値より
5 も低い値であった。

6
7 ② 畜産物中の平均残留濃度

8 暴露評価のため、表 36 の飼料中の平均残留濃度（フィプロニル及び代謝/分解物 F）、
9 乳牛及び採卵鶏の残留試験の結果を用いて、畜産物の STMR を算出した結果は以下の
10 とおりとなった（豚については、牛の残留試験結果から外挿して算出）。

11
12 牛（フィプロニル及び代謝/分解物 F¹の和）（mg/kg）

	残留濃度	筋肉 ¹	脂肪 ¹	肝臓 ¹	腎臓 ¹	乳 ¹
乳牛	0.0072 (親) 0.0061 (F)	0.0006	0.0128	0.0098	0.0014	0.0008
肉牛	0.0071 (親) 0.0061 (F)	0.0006	0.0128	0.0098	0.0014	—

13 1) フィプロニル換算値

14
15 豚（フィプロニル及び代謝/分解物 F¹の和）（mg/kg）

	残留濃度	筋肉 ¹	脂肪 ¹	肝臓 ¹	腎臓 ¹
豚	0.0024(親) 0 (F)	0	0.0006	0	0

16 1) フィプロニル換算値

1 鶏（フィプロニル及び代謝/分解物 F¹の和）（mg/kg）

	残留濃度	筋肉 ¹	脂肪 ¹	肝臓 ¹	腎臓 ¹	卵 ¹
採卵鶏	0.0021(親) 0 (F)	0	0.0005	0	0	0
肉用鶏	0.0016(親) 0 (F)	0	0.0004	0	0	—

2 1) フィプロニル換算値。 腎臓の値は、肝臓と同じと仮定。

3

4 **（４）暴露評価**

5 今回推定した畜産物の STMR 及び植物由来食品からの経口摂取量も踏まえたヒトへの
6 暴露評価（長期）を行った（EDI 評価¹）ところ、1日当たり摂取する当該農薬の量の ADI
7 に対する比は、一番高い幼小児（1～6 歳）でも 43%であったことから、ヒトに健康影響
8 を与える可能性は低いと考えられた。

9

10

¹ 残留試験成績の平均値×各食品の平均摂取量

1 10 まとめ

2 フィプロニルについて、作物残留試験等から飼料中の農薬残留基準値を検討した。

3 (1) 飼料の規制対象物質は、フィプロニルとした。

4 (2) 作物残留試験における各作物中の残留濃度に基づき、基準値は下表のとおりとする。
5

6 (3) 飼料中のフィプロニルの最大残留濃度から、畜産物中の残留濃度を推定した結果、
7 食品衛生法に基づく畜産物の基準値より低くなると推定された。さらに畜産物から
8 らの経口摂取量を推定し、植物由来食品からの経口摂取量も踏まえた総合的経口暴露
9 評価を行ったところ、現在の農薬の使用方法が遵守される限り、ヒトへの健康に影響
10 を与える可能性は低いと考えられた。
11
12

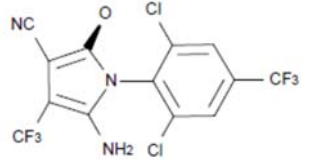
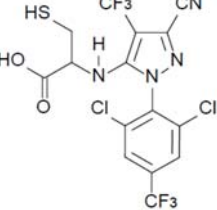
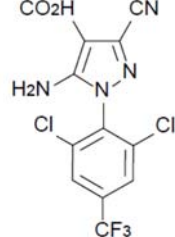
飼料又は飼料原料	基準値 (mg/kg) (規制対象物質：フィプロニル)	
	改正前	改正後
牛、めん羊、山羊及びしか用飼料	<u>0.02</u>	削除
豚用飼料	<u>0.02</u>	削除
家きん及びうずら用飼料	<u>0.01</u>	削除
とうもろこし	—	<u>0.02</u>
マイロ	—	<u>0.01</u>
大麦	—	<u>0.002</u>
小麦	—	<u>0.002</u>
ライ麦	—	<u>0.002</u>
えん麦	—	<u>0.002</u>
牧草	<u>0.2</u>	削除
稲わら	0.2	0.2
稲発酵粗飼料	0.1	0.1

13 下線部は改正部分

1 <別紙1:代謝/分解物>

2

コード	異称	化学名	構造式
B	M&B 46136 (fipronil-sulfone)	5-amino-3-cyano-1-(2,6-dichloro-4-trifluoromethylphenyl)-4-trifluoromethylsulfonylpyrazole	
C	M&B 45950 (fipronil-thioether)	5-amino-3-cyano-1-(2,6-dichloro-4-trifluoromethylphenyl)-4-trifluoromethylthiopyrazole	
D	M&B 45897 (RPA097920)	5-amino-3-cyano-1-(2,6-dichloro-4-trifluoromethylphenyl) pyrazole	
E	RPA 200766	5-amino-3-carbamoyl-1-(2,6-dichloro-4-trifluoromethylphenyl)-4-trifluoromethylsulfinylpyrazole	
F	M&B 46513 (fipronil-desulfinyl)	5-amino-3-cyano-1-(2,6-dichloro-4-trifluoromethylphenyl)-4-trifluoromethylpyrazole	
G	RPA 104615	5-amino-3-cyano-1-(2,6-dichloro-4-trifluoromethylphenyl) pyrazole-4-sulfonic acid	
H	RPA 200761	5-amino-1-(2,6-dichloro-4-trifluoromethylphenyl)-4-trifluoromethylsulfinylpyrazole-3-carboxylic acid	
I	RPA105320	5-amino-3-carbamoyl-1-(2,6-dichloro-4-trifluoromethylphenyl)-4-trifluoromethylsulfonylpyrazole	
J	RPA105048	5-amino-3-carbamoyl-1-(2,6-dichloro-4-trifluoromethylphenyl)-4-trifluoromethylpyrazole	

L 〔推定〕	M&B46513, N-oxide	5-amino-3-cyano-1-(2,6-dichloro-4-trifluoromethylphenyl)-4-trifluoromethylpyrazol-3-oxid	
M 〔推定〕	RPA106889	5-amino-3-cyano-1-(2,6-dichloro-4-trifluoromethylphenyl) pyrazole-3,4-dicarboxylic acid	
N 〔推定〕	M&B46400	5-amino-3-cyano-1-(2,6-dichloro-4-trifluoromethylphenyl) pyrazole-4-carboxylic acid	

1
2

1 <別紙2:用語・略語>

2

用語	英語	日本語等
ADI	Acceptable Daily Intake	許容一日摂取量
DAT	Days After Treatment	処理後日数
DM	Dry Matter	乾物重量
EDI	Estimated Daily Intake	残留試験成績の平均値×各食品の平均摂取量
eq	residue expressed as active ingredient equivalent	当量（ここでは放射性物質濃度（ベクレル：Bq）からの換算値）
FAO	Food and Agriculture Organization of the United Nations	国際連合食糧農業機関
GABA	Gamma-Amino Butyric Acid	γ-アミノ酪酸
GAP	Good Agricultural Practice(s)	農薬使用基準
GC-MS	Gas Chromatography with Mass Spectrometry	ガスクロマトグラフィー－質量選択検出器
GC-ECD	Gas Chromatography coupled with Electron Capture Detector	ガスクロマトグラフィー－電子捕獲型検出器
GPC	Gel Permeation Chromatography	ゲル浸透クロマトグラフィー
HR	Highest Residue	残留試験で得られた残留農薬濃度の最大値
ISO	International Organization for Standardization	国際標準化機構
IUPAC	International Union of Pure and Applied Chemistry	国際純正・応用化学連合
JMPR	Joint FAO/WHO Meeting of Pesticide Residues	FAO/WHO 合同残留農薬専門家会議
LD ₅₀	Median lethal Dose	半数致死量
LC-MS	Liquid Chromatography with Mass Spectrometry	液体クロマトグラフィー質量分析
LC-MS/MS	Liquid Chromatography with tandem Mass Spectrometry	液体クロマトグラフィータンデム型質量分析
LSC	Liquid Scintillation Counter	液体シンチレーションカウンター
Log Pow	Octanol-water Partition Coefficient as Logarithm	オクタノール-水分配係数（対数値）
LOQ	Limit of Quantification	定量下限未満
MRL	Maximum Residue Limits	最大残留基準
ND	Not Detected	検出限界未満

OECD	Organization for Economic Co-operation and Development	経済協力開発機構
PHI	Pre-Harvest Interval	収穫前日数
RSD	Relative Standard Deviation	相対標準偏差
STMR	Supervised Trials Median Residue	残留試験で得られた残留農薬濃度の中央値
TAR	Total Applied (or administered) Radioactivity	総投与放射性物質
TLC	Thin Layer Chromatography	薄層クロマトグラフィー
TRR	Total Radioactive Residue	総残留放射性物質
稲 WCS	稲Whole Crop Silage	稲発酵粗飼料

1