

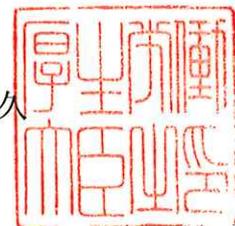
厚生労働省発生食1213第11号

平成 28 年 12 月 13 日

食品安全委員会

委員長 佐藤 洋 殿

厚生労働大臣 塩 崎 恭 久



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

1. 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（3）に示す「2,4,5-T 試験法」を改定すること。
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 の（12）に示す「ダミノジット試験法」を改定すること。
3. 規格基準告示第 1 食品の部A 食品一般の成分規格の 5 の（16）に示す「マラカイトグリーン試験法」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 (2,4,5-T 試験法)

### 1. 経緯

農薬 2,4,5-T 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 項の規定に基づく食品、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、現行の試験法では一部の畜水産物に対しては実施が困難であるため、新規に 2,4,5-T 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 2,4,5-T 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追加並びに農産物を対象とした試験法の抽出溶媒や各操作の細部を変更した。

なお、2,4,5-T における真度は 79～112%、併行精度は 0.4～13% 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

2,4,5-T 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方を進めることとする。

2,4,5-T 試験法 (抜粋) : 本試験法は 12 月 27 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る予定である。

案	現行
<p>(略)</p> <p>5. 試験溶液の調製</p> <p>1) 抽出</p> <p>① 穀類、豆類及び種実類の場合</p> <p>試料 10.0 g に水 20 mL を加え、30 分間放置する。これに 4 mol/L 塩酸 5 mL 及びアセトン 100 mL 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 50 mL を加えてホモジナイズした後、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 200 mL とする。</p> <p>この溶液から正確に 10 mL を分取し、10 w/v% 塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、酢酸エチル及び n-ヘキサン(1:1) 混液 100 mL 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、ろ液を 40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。</p> <p>この残留物に n-ヘキサン 30 mL を加え、アセトニトリル及び水(99:1) 混液 30 mL ずつで 3 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。</p>	<p>(略)</p> <p>4. 試験溶液の調製</p> <p>a 抽出法</p> <p>(1) 穀類、豆類及び種実類の場合</p> <p>検体を 420 μm の標準網ふるいを通して粉砕した後、その 10.0 g を量り採り、水 20ml を加え、2 時間放置する。</p> <p>これにアセトン 100ml 及び 4 mol/l 塩酸 5 ml 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すり合わせ減圧濃縮器中に吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を採り、アセトン 50ml を加え、3 分間細砕した後、上記と同様に操作して、ろ液をその減圧濃縮器中に合わせ、40°C 以下で約 30ml に濃縮する。</p> <p>これをあらかじめ 10% 塩化ナトリウム溶液 100ml を入れた 300ml の分液漏斗に移す。酢酸エチル 100ml を用いて上記の減圧濃縮器のナス型フラスコを洗い、洗液を上記の分液漏斗に合わせる。振とう機を用いて 5 分間激しく振り混ぜた後、静置し、酢酸エチル層を 300ml の三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル 50ml を加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル層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をろ過する。次いで酢酸エチル 20ml を用いて三角フラスコを洗い、そ</p>

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°C以下で約1 mlに濃縮し、更に室温で窒素気流下で乾固する。

この残留物にn-ヘキサン30mlを加え、100mlの分液漏斗に移す。これにn-ヘキサン飽和アセトニトリル30mlを加え、振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、アセトニトリル層を200mlの分液漏斗に移す。n-ヘキサン層にn-ヘキサン飽和アセトニトリル30mlを加え、上記と同様の操作を2回繰り返す、アセトニトリル層を上記の分液漏斗に合わせる。これにアセトニトリル飽和n-ヘキサン50mlを加え、軽く振り混ぜた後、静置し、アセトニトリル層をすり合わせ減圧濃縮器中に移し、40°C以下で約1 mlに濃縮し、更に室温で窒素気流下で乾固する。

② 果実及び野菜の場合

試料20.0 gに4 mol/L塩酸5 mL及びアセトン100 mL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50 mLを加えてホモジナイズした後、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200 mLとする。

この溶液から正確に5 mLを分取し、10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、酢酸エチル及びn-ヘキサン(1:1)混液100 mL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、ろ液を40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。

(2) 果実、野菜、抹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。

抹茶の場合は、検体5.00 gを量り採り、水20mlを加えて、2時間放置する。

ホップの場合は、検体を粉碎した後、5.00 gを量り採り、水20mlを加えて、2時間放置する。

これにアセトン100ml及び4 mol/l塩酸5 ml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すり

③ 茶及びホップの場合

試料 5.00 g に水 20 mL を加え、30 分間放置する。これに 4 mol/L 塩酸 5 mL 及びアセトン 100 mL 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 50 mL を加えてホモジナイズした後、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 200 mL とする。

この溶液から正確に 10 mL を分取し、10 w/v% 塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、酢酸エチル及び n-ヘキサン (1:1) 混液 100 mL 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、40°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 30 mL を加え、アセトニトリル及び水 (99:1) 混液 30 mL ずつで 3 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。

合わせ減圧濃縮器中に吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を探り、アセトン 50 mL を加え、3 分間細砕した後、上記と同様に操作して、ろ液をその減圧濃縮器中に合わせ、40°C 以下で約 30 mL に濃縮する。

これをあらかじめ 10% 塩化ナトリウム溶液 100 mL を入れた 300 mL の分液漏斗に移す。酢酸エチル 100 mL を用いて上記の減圧濃縮器のナス型フラスコを洗い、洗液を上記の分液漏斗に合わせ、振とう機を用いて 5 分間激しく振り混ぜた後、静置し、酢酸エチル層を 300 mL の三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル 50 mL を加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル層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をろ過する。次いで酢酸エチル 20 mL 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°C 以下で約 1 mL に濃縮し、更に室温で窒素気流下で乾固する。

(3) 抹茶以外の茶の場合

検体 9.00 g を 100°C の水 540 mL に浸し、室温で 5 分間放置した後、ろ過し、冷後ろ液 360 mL を 500 mL の三角フラスコに移す。これに塩化ナトリウム 18 g 及び 4 mol/L 塩酸を加えて pH 1 以下に調整する。これをあらかじめ酢酸エチル 100 mL を入れた 1,000 mL の分液漏斗に移し、振とう機を用いて 5 分間激しく振り

<p>④ <u>筋肉、肝臓、腎臓、乳、卵及び魚介類の場合</u></p> <p><u>試料 10.0 g に 4 mol/L 塩酸 5 mL 及びアセトン 100 mL を加え、</u> <u>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</u> <u>50 mL を加えてホモジナイズした後、上記と同様にろ過する。得</u> <u>られたろ液を合わせ、アセトンで正確に 200 mL とする。</u></p> <p><u>この溶液から正確に 10 mL を分取し、10 w/v% 塩化ナトリウム溶</u> <u>液 100 mL を加え、酢酸エチル及び n-ヘキサン (1:1) 混液 100 mL</u> <u>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</u> <u>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、40°C</u> <u>以下で濃縮し、溶媒を除去する。</u></p> <p><u>この残留物に n-ヘキサン 30 mL を加え、アセトニトリル及び水</u> <u>(99:1) 混液 30 mL ずつで 3 回振とう抽出する。抽出液を合わ</u></p>	<p>混ぜた後、静置し、酢酸エチル層を 300ml の三角フラスコに移す。 水層に酢酸エチル 100ml を加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル層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。次いで酢酸エチル 20ml を用いて三角フラスコを洗い、その洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40°C 以下で約 1 ml に濃縮し、更に室温で窒素気流下で乾固する。</p> <p>(4) (1)から(3)まで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。</p>
---	---

せ、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。

⑤ 脂肪の場合

試料 5.00 g に 4 mol/L 塩酸 5 mL 及びアセトン 100 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引る過する。ろ紙上の残留物にアセトン 50 mL を加えてホモジナイズした後、上記と同様にろ過する。得られたる液を合わせ、アセトンで正確に 200 mL とする。

この溶液から正確に 20 mL を分取し、10 w/v% 塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、酢酸エチル及び n-ヘキサン (1:1) 混液 100 mL 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、40°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 30 mL を加え、アセトニトリル及び水 (99:1) 混液 30 mL ずつで 3 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。

⑥ はちみつの場合

試料 10.0 g に水 20 mL を加えて溶かす。これに 4 mol/L 塩酸 5 mL 及びアセトン 100 mL を加え、ホモジナイズした後、吸引る過する。ろ紙上の残留物にアセトン 50 mL を加えてホモジナイズした後、上記と同様にろ過する。得られたる液を合わせ、アセトンで正確に 200 mL とする。

この溶液から正確に 10 mL を分取し、10 w/v% 塩化ナトリウム溶

液 100 mL を加え、酢酸エチル及び n-ヘキサン(1:1)混液 100 mL 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、40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。

## 2) 加水分解

1) で得られた残留物にメタノール 2 mL を加えて溶かし、1.5 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL を加える。これに還流冷却器を取り付けて、80°C の水浴中で 30 分間加熱した後、放冷する。これに、1.5 mol/L 塩酸を加えて pH 7.5~8.0 に調整し、0.1 w/v% 炭酸水素ナトリウム溶液 16 mL を加える。

## b 加水分解

a 抽出法で得られた残留物にメタノール 20ml を加えて溶かし、100ml のナス型フラスコに移し、1.5mol/l 水酸化ナトリウム溶液 10ml を加える。これに還流冷却器を取り付けて、80°C の水浴中で 30 分間加熱した後、放冷する。これをすり合わせ減圧濃縮器中に移し、40°C 以下で大部分のメタノールを除去する。この残留物をガラスろ過器（細孔記号 G 3）を用いて吸引る過し、ろ液を 300ml の分液漏斗 (I) に移す。ガラスろ過器上の残留物を少量のアセトン及び水を用いて洗い、洗液を上記の分液漏斗に合わせ。これにエーテル 50ml 及び 10% 塩化ナトリウム溶液 100ml を加え、振とう機を用いて 5 分間激しく振り混ぜた後、静置し、水層を 300ml の分液漏斗 (II) に移す。これに 4 mol/l 塩酸を加えて pH 1 以下に調整し、酢酸エチル 50ml を加え、振とう機を用いて 5 分間激しく振り混ぜた後、静置し、酢酸エチル層を 300ml の三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル 50ml を加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル層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入過する。次いで酢酸

<p>3) 精製</p> <p>① オクタデシルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000 mg) にメタ ノール及び水各 10 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。このカ</p>	<p>エチル 20ml 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。洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下で約 1 ml に濃縮する。</p> <p>c プチルエステル化</p> <p>b 加水分解で得られた溶液を 20ml のナス型フラスコに移 し、更に室温で窒素気流下で乾固した後、プチルエステル化剤 1 ml を加える。上記のナス型フラスコに還流冷却器を取り付けて、 90℃の水浴中で 30 分間加熱した後、放冷する。これをあらかじめ 10%塩化ナトリウム溶液 50ml 及び n-ヘキサン 50ml を入れた 200ml の分液漏斗に移し、振とう機を用いて 5 分間激しく振り混 ぜた後、静置し、n-ヘキサン層を 200ml の三角フラスコに移す。 水層に n-ヘキサン 50ml を加え、上記と同様に操作して、n-ヘキ サン層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。次いで n-ヘキサン 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。洗液 をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下で約 2 ml に濃縮する。</p> <p>d 精製法</p> <p>内径 15mm、長さ 300mm のクロマトグラフ管に、カラムクロ マトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム 5 g を n-ヘキサンに懸 濁したもの、次いでその上に無水硫酸ナトリウム約 5 g を入れ、</p>
---	---

<p>ラムに2) で得られた溶液を注入し、流出液は捨てる。次いで、0.1 w/v%炭酸水素ナトリウム溶液及びメタノール (1:1) 混液 20 mL を注入し、溶出液に 4 mol/L 塩酸 5 mL を加えて pH 1 以下に調整する。これに 10 w/v%塩化ナトリウム溶液 100 mL を加え、エーテル 50 mL ずつで 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、ろ液を 40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にアセトニトリル及びトルエン (3:1) 混液 3 mL を加えて溶かす。</p>	<p>カラムの上端に少量の n-ヘキサンが残る程度まで n-ヘキサンを流出させる。このカラムに c ブチルエステル化で得られた溶液を注入した後、エーテル及び n-ヘキサンの混液 (1:19) 50 mL を注入し、流出液は捨てる。次いでエーテル及び n-ヘキサンの混液 (3:17) 150 mL を注入し、溶出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40°C以下で約 1 mL に濃縮し、更に室温で窒素気流下で乾固する。この残留物に n-ヘキサンを加えて溶かし、正確に 10 mL として、これを試験溶液とする。</p>
<p>② グラフアイトカーボン/エチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲル積層カラムクロマトグラフィー グラフアイトカーボン/エチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム (500 mg/500 mg) にアセトニトリル及びトルエン (3:1) 混液 10 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに①で得られた溶液を注入した後、さらにアセトニトリル及びトルエン (3:1) 混液 7 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル、ギ酸及びトルエン (75:1:25) 混液 30 mL 注入し、溶出液を 40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をメタノールに溶解し、抹茶及びホップ以外の場合は正確に 1 mL、抹茶及びホップの場合は正確に 0.5 mL としたものを試験溶液とする。 (以下略)</p>	<p>(以下略)</p>

(別紙)

【参考】

検出限界

案	現行
0.01 mg/kg	0.05 mg/kg

## 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（ダミノジッド試験法）

### 1. 経緯

農薬ダミノジッド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項の規定に基づく食品、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、現行の試験法では一部の畜水産物に対しては実施が困難であるため、新規にダミノジッド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ダミノジッド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追加並びに農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、ダミノジッドにおける真度は90～110%、併行精度は2～14%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15%未満

### 3. 今後の方針

ダミノジッド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手続を進めることとする。

ダミノジッド試験法 (抜粋) : 本試験法は 12 月 27 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る予定である。

案	現行
<p>表題 「ダミノジッド試験法 (農産物及び畜水産物)」</p> <p>(略)</p> <p>5. 試験溶液の調製</p> <p>1) 抽出</p> <p>① 穀類、豆類、種実類、果実、野菜、抹茶及びホップの場合 穀類、豆類及び種実類の場合は、<u>検体を425 μmの標準網ふるいを通るように粉砕して均一化した後、その10.0 gを量り採る。</u></p> <p><u>ただし、ふるいを通すことが困難な食品の場合は、約2 mm角に細切して均一化した後、その10.0 gを量り採る。</u></p> <p><u>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。</u></p> <p>抹茶の場合は、検体5.00 gを量り採る。</p> <p>ホップの場合は、<u>検体を425 μmの標準網ふるいを通るように粉砕して均一化した後、その5.00 gを量り採る。これに水80 mLを加え、ホモジナイズした後、ガラス繊維ろ紙を用いて吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に水40 mLを加え、ホモジナイズした後、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、水を加えて正確に200 mLとする。この溶</u></p>	<p>表題 「ダミノジッド試験法」</p> <p>(略)</p> <p>4. 試験溶液の調製</p> <p>a 抽出法</p> <p>(1) 穀類、豆類、種実類、果実、野菜、抹茶及びホップの場合 穀類、豆類及び種実類の場合は、<u>検体を420 μmの標準網ふるいを通るように粉砕した後、その5.0 gを量り採る。</u></p> <p><u>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10.0 gに相当する量を量り採る。</u></p> <p>抹茶の場合は、<u>検体5.0 gを量り採る。</u></p> <p>ホップの場合は、<u>検体を粉砕した後、5.0 gを量り採る。これに水80mlを加え、振とう機を用いて30分間激しく振り混ぜた後、ガラス繊維ろ紙を用いて吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を採り、水40mlを加え、5分間振とうした後、上記と同様に操作してろ液を1,000mlの丸底フラスコ(蒸留用)中に合わせる。</u></p>

<p>液から穀類、豆類、種実類、果実及び野菜の場合は正確に20 mL (抹茶及びホップの場合は正確に40 mL) を丸底フラスコ (蒸留用) に分取し、水80 mLを加える。</p> <p>② 抹茶以外の茶の場合 検体を均一化した後、その6.00 gを量り採り、100°Cの水360 mLに浸し、室温で5分間放置した後、ろ過し、冷後ろ液120 mLを丸底フラスコ (蒸留用) に移す。</p> <p>③ 畜水産物 (乳、卵及びはちみつ以外) 検体を細切均一化した後、その10.0 g (脂肪は5.00 g) を量り採り、水80 mLとn-ヘキサン40 mLを加え、ホモジナイズした後、ガラス繊維ろ紙を用いて吸引ろ過し、水層とn-ヘキサン層をそれぞれ採る。ろ紙上の残留物に先のn-ヘキサン層を加え、さらに水40 mLを加えてホモジナイズした後、上記と同様にろ過する。得られた水層を合わせ、水を加えて正確に200 mLとする。この溶液から正確に20 mL (脂肪は正確に40 mL) を丸底フラスコ (蒸留用) に分取し、水80 mLを加える。</p> <p>④ 乳、卵及びはちみつの場合 検体を均一化した後、その10.0 gを直接丸底フラスコ (蒸留用) に量り採り、水80 mLを加える。 (以下略)</p>	<p>(2) 抹茶以外の茶の場合 検体 6.0 g を 100°Cの水 360ml に浸し、室温で5分間放置した後、ろ過し、冷後ろ液 120ml を 1,000ml の丸底フラスコ (蒸留用) に移す。</p> <p>(3) (1) 及び (2) に掲げる食品以外の食品の場合 (1) の場合に準じて抽出を行う。  (以下略)</p>
--	---

(別紙)

【参考】

検出限界

案	現行
0.1 mg/kg	0.1 mg/kg

## 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（マラカイトグリーン試験法）

### 1. 経緯

動物用医薬品マラカイトグリーンに係る食品の規格基準については、食品健康影響評価において「マラカイトグリーン及びロイコマラカイトグリーンにADIを設定することは適当ではない。」と評価された結果をふまえ、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、この試験法は一部の畜水産物において実施が困難であるため、新規に試験法を開発したものである。

なお、今般の照会は、食品、添加物等の規格基準におけるマラカイトグリー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. 主な変更点（詳細は別紙のとおり）

分析対象化合物の操作中の分解を防ぐため酸化防止剤の追加並びに抽出溶媒や各操作の細部を変更した。

なお、マラカイトグリーンにおける真度は78～93%、併行精度は3～8%、ロイコマラカイトグリーンにおける真度は77～92%、併行精度は2～8%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

マラカイトグリーン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とする。

マラカイトグリーン試験法（抜粋）：本試験法は12月27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る予定である。

案	現行
<p>1. 分析対象化合物 マラカイトグリーン ロイコマラカイトグリーン</p> <p>(略)</p> <p>5. 試験溶液の調製</p> <p>1) 抽出 試料を正確に量り、重量比で1/2量の15 w/w%ジブチルヒドロキシトルエン・エタノール溶液及び重量比で1/2量の50 w/w%クエン酸溶液をそれぞれ加え磨砕均一化した後、試料10.0 g (脂肪の場合は5.00 g)に相当する量を量り採る。アセトン100 mLを加え、ホモジナイズした後、ガラス繊維ろ紙を用いて吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン50 mL (はちみつの場合には水10 mL 及びアセトン50 mL)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200 mLとする。この溶液から正確に1 mL (脂肪の場合には2 mL)を分取し、2 vol%ギ酸4 mLを加える。</p>	<p>マラカイトグリーン及びロイコマラカイトグリーンを分析対象とする。</p> <p>(略)</p> <p>4. 試験溶液の調製</p> <p>a 抽出法 検体を細切均一化した後、その5.00 gを量り採り、クエン酸・リン酸緩衝液 (pH3.0) 10mlを加えて細砕する。これにアセトントリル15mlを加え、振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、毎分3,000回転で5分間遠心分離し、アセトントリル-水層を採る。残留物にアセトントリル15mlを加え、上記と同様に振り混ぜ、遠心分離した後、アセトントリル層を先のアセトントリル-水層に合わせる。</p> <p>これにn-ヘキサン5 mlを加え、振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、アセトントリル-水層を採る。これにn-ヘキサン5 mlを加え、上記と同様に振り混ぜた後、静置し、アセトントリル-水層を採る。</p> <p>これに20%塩化ナトリウム溶液50ml及びジクロロメタン10mlを加え、振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、</p>

<p>2) 精製</p> <p><u>スルホン酸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 (500 mg) に、アセトニトリル及び2 vol.%ギ酸各5 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。4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 (150 mg) に、アセトニトリル及びアンモニア水 (9:1) 混液 5 mLを注入し、流出液は捨てる。スルホン酸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に1) で得られた溶液を注入した後、アセトニトリル 5 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、このカラムの下部に4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を接続し、アセトニトリル及びアンモニア水 (9:1) 混液 10 mLを注入し、流出液を採り、アセトニトリル及びアンモニア水 (9:1) 混液を加えて正確に 10 mLとしたものを試験溶液とする。</u></p>	<p>アセトニトリル-ジクロロメタン層を採る。 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、ろ過する。</p> <p>b 精製法</p> <p>強酸性陽イオン交換体ミニカラム (500mg) に、アセトニトリル 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、アセトニトリル 5 ml を注入し、流出液は捨てる。このカラムにアセトニトリル及びアンモニア水の混液 (9:1) 10ml を注入し、流出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40℃以下でアセトニトリル及びアンモニア水を除去する。この残留物にアセトニトリル 1.0ml を加えて溶かし、これを試験溶液とする。</p> <p>(以下略)</p>
--	---

以上

【参考】

定量限界

	現行
0.002 mg/kg	0.002 mg/kg