

食安輸発第 0525003 号

平成 18 年 5 月 25 日

各検疫所長 殿

医薬食品局食品安全部監視安全課

輸入食品安全対策室長

(公印省略)

#### 食品中のマラカイトグリーンの試験法について

マラカイトグリーンについては、本年 5 月 29 日から残留農薬等のポジティブリスト制度の施行により、その代謝物であるロイコマラカイトグリーンについても規制の対象とされます。

また、本年 5 月 30 日付けで、食品中において「不検出」とされる農薬等の成分である物質としての規定及び試験法に関する告示が公布され、本年 11 月 30 日から施行される予定です。

については、本年 5 月 29 日から 11 月 29 日までの間、検査命令及びモニタリング検査における食品中のマラカイトグリーンの試験については、別添の試験法により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して検査を実施することとします。なお、検査の結果、ロイコマラカイトグリーンを検出した場合には、その結果を分析値とし、マラカイトグリーンを検出した場合には、平成 16 年 12 月 16 日付け食安監発第 1216002 号「養殖魚に対するマラカイトグリーンの分析法について」により確認検査を行い、その結果を分析値とすることとします。

別添

## マラカイトグリーン試験法

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。

### 1. 装置

高速液体クロマトグラフ・質量分析計を用いる。

### 2. 試薬・試液

次に示すものの以外は、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、日本工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 液体クロマトグラフ用に製造したものを用いる。

クエン酸・リン酸緩衝液 (pH3.0) 第1液：クエン酸 63.0 g を量り，水を加えて溶かして 1,000ml とする。

第2液：リン酸二ナトリウム 215 g を量り，水を加えて溶かして 1,000ml とする。

第1液に第2液を加えて混和し，pHを 3.0 に調整する。

ジクロロメタン ジクロロメタン (特級)

水 液体クロマトグラフ用に製造したものを用いる。

無水硫酸ナトリウム 無水硫酸ナトリウム(特級)。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，酢酸エチル等で洗浄したものを用いる。

メタノール 液体クロマトグラフ用に製造したものを用いる。

### 3. 標準品

シュウ酸マラカイトグリーン 本品はシュウ酸マラカイトグリーン 99%以上を含む。

分解点 本品の分解点は 164℃である。

ロイコマラカイトグリーン 本品はロイコマラカイトグリーン 99%以上を含む。

融点 本品の融点は 103℃である。

### 4. 試験溶液の調製

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。これにアセトニトリル 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，アセトニトリル層を採る。残留物にアセトニトリル 15ml を加え，上記と同様に振り混ぜ，遠心分離した後，アセトニトリル層を先のアセトニトリル層に合

わせる。

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、アセトニトリル-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、アセトニトリル-水層を採る。

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、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、すり合わせ減圧濃縮器中にろ過し、40℃以下でアセトニトリル及びジクロロメタンを除去する。この残留物にメタノール 0.5ml を加えて溶かし、これを試験溶液とする。

## 5. 操作法

### a 定性試験

次の操作条件で試験を行う。試験結果は標準品と一致しなければならない。

操作条件

カラム充てん剤 オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径 2～5  $\mu\text{m}$ ）を用いる。

カラム管 内径 2.0～6.0mm，長さ 100～250mm のステンレス管を用いる。

カラム温度 40℃

移動相 アセトニトリル，ギ酸及び水の混液（700：1：300）を用いる。マラカイトグリーンが約 5 分で流出する流速に調整する。

### b 定量試験

a 定性試験と同様の操作条件で得られた試験結果に基づき、ピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

## 6. 検出限界

| 農薬等名         | 検出限界 (ppm) |
|--------------|------------|
| マラカイトグリーン    | 0.002      |
| ロイコマラカイトグリーン | 0.002      |