

## 2. 生活科学課 食品化学係

調査研究名	研究の概要
<p><b>動物用医薬品分析法の検討 (1.一斉分析法の検討)</b></p> <p>研究担当者: 竹下紀子</p> <p>研究期間: 平成 22 年度</p>	<p><b>【目的】</b> 本研究では、新規の残留動物用医薬品検査を収去検査に取り込むため、本所の状況に合った一斉分析法を検討することを目的とする。</p> <p><b>【方法】</b> 厚生労働省から通知された「HPLC による動物用医薬品等の一斉分析法Ⅲ」に基づいて添加回収試験を行い、標準作業書を作成した。その他試験法の改良を検討した。</p> <p><b>【結果及び考察】</b> 食肉を一斉分析法Ⅲに従って抽出し、抽出液を希釈して LC/MS/MS により添加回収試験を行ったところ、豚筋肉 25 項目、牛筋肉 23 項目、鶏筋肉 21 項目についてマトリックス標準液を用いずに良好な結果を得ることができた。これを元に標準作業書を作成した。 また、SUPELCO 社製 HybridSPE™を用いた前処理法について検討を行い、添加回収試験で有望な結果が得られた。</p>
<p><b>動物用医薬品分析法の検討(2. ニトロフラン類の分析法の検討)</b></p> <p>研究担当者: 小金澤望</p> <p>研究期間: 平成 21 年度～平成 22 年度</p>	<p><b>【目的】</b> H17 年度より施行されたポジティブリスト制度により、約 200 種類の動物用医薬品に対して規格基準が設定された。本研究では動物用医薬品のうち、特に一斉分析法の対象になっていないものについて、本所の現状に合った検査法を検討する。最終的にはルーチン検査(収去検査)のための SOP 作成を目的とする。</p> <p><b>【方法】</b> 平成 22 年 12 月の法改正により、告示法についても同等以上の性能を有すると認められる試験法による試験が可能となった。このため、告示法で分析が困難であったニトロフラズンの分析を試みた。抽出は除タンパク効果が高いと報告のあるメタノール-メタリン酸で行い、分析には UPLC-LC/MS/MS を用いた。</p> <p><b>【結果及び考察】</b> 不安定なニトロフラズンはギ酸含有メタノールを溶媒とすることで安定化することが判明し、標準品については基準(検出下限)値に比して十分な感度を得た。 しかし、サンプル抽出液に検出下限量のニトロフラズンを添加したところ、イオン化が非常に抑制され、希釈を行っても定量不可能であった。現在の抽出法ではマトリクス効果が高いと考えられるため、別の抽出精製法を検討する必要があると考えられた。</p>
<p><b>食品添加物一日摂取量調査</b></p> <p>研究担当者: 畠山久史、細木伸泰</p> <p>研究期間: 平成 22 年度</p>	<p><b>【目的】</b> 食品添加物一日摂取量調査は、日本人が日常の食生活を通じて摂取する添加物の量を把握し、安全性を評価するため、厚生労働省が行っている事業である。この事業には、国立医薬品食品衛生研究所と全国 6 つの地方衛生研究所が参加して調査を行っており、平成 22 年度については、当所では保存料である安息香酸とソルビン酸の調査を担当した。</p> <p><b>【方法】</b> 成人(20 歳以上)の食品喫食量リストに基づき、324 品目の食品を購入、8 つの食品群に分類し喫食量の比率に応じて混合した試料(群別試料)と、購入食品の中でソルビン酸及び安息香酸の表示のあった食品(個別食品試料)の安息香酸及びソルビン酸の含有量を測定した。群別試料の検査結果に喫食量を乗じて一日総摂取量を求め、その総和を安息香酸及びソルビン酸の一日総摂取量とした。</p> <p><b>【結果及び考察】</b> 安息香酸の一日総摂取量は 1.056mg/人/日、ソルビン酸の一日総摂取量は 6.820mg/人/日で、体重 50kg あたりの ADI(一日摂取許容量)のそれぞれ 0.42%、0.55%にあたり、特段の問題はないと考えられた。 安息香酸の一日総摂取量では、天然に含まれる成分のうち 5 群の乳類等からの寄与が比較的大きいことが示唆された。ソルビン酸の一日総摂取量では、個別食品の結果から算出される値と群別試料から測定された値はよい一致を示した。</p>

<p><b>茶葉中に含まれる残留農薬の一斉分析法の検討について</b></p> <p>研究担当者： 荒井修、小野准子、滝川香織</p> <p>研究期間： 平成 22 年度</p>	<p><b>【目的】</b> 茶葉中に含まれる残留農薬については、従来、単成分分析として対応してきたが、20 年度から開始された一斉分析では、対象検体とはしていなかった。今年度の収去計画において、茶葉の検査が予定されていることを受け、一斉分析の検討及び標準作業書の策定を行う。</p> <p><b>【方法】</b> 浜松市保健環境研究所年報(2008 年)の方法に基づく新たな一斉分析法について、カフェインの影響を評価し、有用性を確認することとした。 次に、この方法について妥当性評価を行い、検査適用可能な農薬を確定して、標準作業書の策定を行った。</p> <p><b>【結果及び考察】</b> ① 新試験法の検討 カフェインが除去されることが確認された。また、分析可能な農薬の数が現行法よりも増加した。 ② 妥当性評価 257 の農薬について、厚生労働省のガイドラインに基づく妥当性評価を行い、75 の農薬が目標値に適合していた。 以上の結果、新試験法は茶葉中の残留農薬の一斉分析に適用可能との結論を得た。</p>
<p><b>残留農薬分析法の検討 (1. 農作物の残留農薬 GC/MS 一斉分析法の検討)</b></p> <p>研究担当者： 小野准子 荒井修 滝川香織</p> <p>研究期間： 平成 22 年度</p>	<p><b>【目的】</b> 食品衛生法改正により、平成 18 年 5 月から食品中の残留農薬について「ポジティブリスト制度」が実施され、法的規制の対象となる農薬数が大幅に増加した。この対応として、一度で分析可能な農薬種の増加を目的とした検討を行った。</p> <p><b>【方法】</b> 厚生労働省の GC/MS による残留農薬一斉分析法の対象農薬のうち、365 農薬成分について、SIM/SCAN 同時取り込みモード測定による分析条件を検討した。検出感度の良くない農薬成分を SIM モードで、その他の農薬成分を SCAN モードで測定することとした。取り込みイオンについては、農薬成分ごとに比較的感受度が高く、各農薬成分に特徴的な定量イオン 1 つ、定性イオン 1 つを選定した。</p> <p><b>【結果及び考察】</b> 検討した 365 農薬成分のうち、142 農薬成分については SIM モードでの測定、その他の農薬成分については SCAN モードでの測定とすることにより、同時に全ての農薬を一度に分析することが可能となった。この分析条件は、農薬のスクリーニング検査として利用可能と思われる。</p>
<p><b>残留農薬一斉分析法の検討 (2. 農作物の残留農薬 LC/MS/MS 一斉分析法の検討)</b></p> <p>研究担当者： 滝川香織 荒井修 小野准子</p> <p>研究期間： 平成 22 年度</p>	<p><b>【目的】</b> 熱に不安定、または難揮発性の農薬は GC/MS に供することが困難であり、液体クロマトグラフ/質量分析計(LC/MS)による分析が必要となる。近年、LC/MS による分析を必要とする農薬は増加傾向にあり、LC/MS を用いた一斉分析法についての検討の重要性が増している。厚生労働省の通知による LC/MS 一斉分析法(I)は、GC/MS 一斉分析法の試験溶液を利用して LC/MS で分析しているので、現在当所で行っている GC/MS 一斉分析法の試験溶液を利用し、適応可能であるかどうか検討する。LC/MS 一斉分析法(I)対象農薬は 97 成分であり、昨年度は農薬 57 成分について検討したが、平成 22 年度は新たに標準品が手に入った約 40 成分について、適用可能であるか検討する。</p> <p><b>【方法】</b> 新規導入の検討農薬 33 農薬について、LC/MS/MS を用いたプリカーサーイオン、プロダクトイオンの検討を行った。また、ばれいしよについて妥当性を確認するための添加回収試験を行った。</p> <p><b>【結果及び考察】</b> 新規に導入された LC/MS/MS で各農薬成分のプリカーサーイオン、プロダクトイオンの、最適な条件を検討できた。 「食品中に残留する農薬等に関する試験法のガイドラインについて」を参考に、ばれいしよでバリデーションしたところ、24 成分で目標値を満たした。</p>

