

2. 生活科学課 食品化学係

調査研究名	研究の概要
<p>動物用医薬品分析法の検討(1. 一斉分析法の検討)</p> <p>研究担当者: 竹下紀子</p> <p>研究期間: 平成 21 年度</p>	<p>【目的】 現在は約 200 種類の動物用医薬品に対して規格基準が設定され、厚生労働省から分析法が示されつつある。本研究では、現在、当所で行っている残留動物用医薬品検査法について、精度の向上及び新規成分の分析を目指して検討することを目的とする。</p> <p>【方法】 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」を基にし、LC/MS/MS を用い、標準品による測定イオン、液クロ条件の検討及び実サンプルでの定量条件の検討、添加回収試験等を行う。</p> <p>【結果及び考察】 標準品を用いた検討では、現在収去検査の対象としている成分の大部分を一斉分析できることが確認できた。食肉抽出成分中では通知法の試験溶液ではマトリックスによるイオン抑制により定量性が悪化するため、これを希釈して測定することを検討した。5～10 倍程度に希釈すればマトリックスの影響はかなり抑制できることが判った。</p>
<p>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)</p> <p>研究担当者: 小金澤望</p> <p>研究期間: 平成 21 年度</p>	<p>【目的】 平成 17 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、厚生労働省から分析法が順次提示されている。これら動物用医薬品のうち、一斉分析法の対象になっておらず、かつ、告示法での分析が困難であるとされるニトロフラン類(フラゾリドン、フラルタドン、ニトロフラントイン、ニトロフラゾン)の検査法を平成 20 年度より継続して検討している。平成 20 年度は、フラゾリドンについて検査法を確立したので、平成 21 年度は、フラルタドン及びニトロフラントインの検査法を検討する。</p> <p>【方法】 告示法によると、フラゾリドン、フラルタドンニトロフラントインは、同時抽出と LC/MS/MS による同時分析が可能であることから、フラゾリドン、フラルタドン及びニトロフラントインの 3 種類同時分析を試みた。</p> <p>新規導入された Waters Quattro Premier を用いてプリカーサーイオン、プロダクトイオンの検討を行った。液体クロマトグラフ部分は UPLC を使用し、分析時間の短縮を狙った。さらに妥当性を確認するための添加回収試験を行った。</p> <p>【結果及び考察】 3 種のニトロフラン標準品について、告示法を基にした分析条件で分離・定性することができた。次いでマトリックス(抽出液)存在下で分析を行ったところ、フラゾリドン、フラルタドンは測定可能だが、ニトロフラントインについてはピークが微弱であり所定の定量下限値を満たすことが困難であった。今後はニトロフラントインについての最適分析条件及びニトロフラゾンの検査法を検討し、標準作業書の制定を目指す。</p>
<p>食品添加物一日摂取量調査 - 食品中のソルビン酸、安息香酸(1 - 6 歳児)について -</p> <p>研究担当者: 浦嶋幸雄、畠山久史</p> <p>研究期間: 平成 21 年度</p>	<p>【目的】 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、当所は、平成 21 年度、小児(1-6 歳)についてのソルビン酸、安息香酸の調査を担当した。</p> <p>【方法】 最新の国民栄養調査による食品喫食量データに基づき、約 350 の食品を購入した。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)及び購入食品の中でソルビン酸または安息香酸の表示のあった食品(個別食品試料)のソルビン酸、安息香酸含有量を測定した。群別試料の検査結果に一日喫食量を乗じて一日摂取量を求め、8 食品群の総和をそれぞれソルビン酸及び安息香酸の一日総摂取量とした。</p> <p>【結果及び考察】 ソルビン酸及び安息香酸の一日総摂取量の平均はそれぞれ 4.77mg/人/日及</p>

	<p>び 1.09mg/人/日であった。ソルビン酸については、表示のあった食品の分析から計算上求められた摂取量 4.57mg/人/日とほぼ一致した。これに対し、安息香酸は、表示のあった食品の分析から計算上求められた摂取量は 0.44mg/人/日と群別試料の約 40%程度であった。このことから、食品中のソルビン酸はほぼ添加物由来であるが、安息香酸については天然物由来のものが存在するということが確認された。</p> <p>ソルビン酸及び安息香酸の一日総摂取量 4.77mg/人/日及び 1.09mg/人/日は、小児(1-6 歳:平均体重 15.7kg)の ADI(一日許容摂取量)の 1.2%及び 1.4%に相当し、安全上問題のないレベルと考えられる。</p>
<p>農薬の一斉分析化に伴う検査データの有効活用について</p> <p>研究担当者: 菅原雅也、小野准子、滝川香織</p> <p>研究期間: 平成 20 年度から 2 年間</p>	<p>【目的】 平成 18 年 5 月より実施された「ポジティブリスト制度」に対応するために、当係でも平成 20 年度から、食品中に含まれる農薬の一斉分析が開始された。従来の検査と比較して、1 検体あたりの検査項目数が飛躍的に増加し、年間を通して膨大な検査結果が蓄積されることが予想されるが、これらのデータを、成績書発行以外に活用する検討は未だになされていなかった。そこで、検査結果をデータベース化し、有効に活用する方法の検討を行った。</p> <p>【方法】 国立医薬品食品衛生研究所(国衛研)に提供する食品汚染物モニタリング調査データを作成するために、収去検査サブシステムの構造調査結果を参考に、Access のクエリーを用いて、目的データを抽出した。その後、国衛研からの入力テーブルに基づいて、提供データを規定の形式に変換した。</p> <p>【結果及び考察】 今回の検討結果で、国衛研の入力テーブルへのデータの手入力が不要となったため、格段の省力化が達成され、収去検査サブシステムに蓄積されている膨大なデータを有効に活用することができた。</p>
<p>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)</p> <p>研究担当者: 小野准子 菅原雅哉 滝川香織</p> <p>研究期間: 平成 21 年度</p>	<p>【目的】 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、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>【方法】 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及び過去に GC を用いて分析を行っていた農薬のうち、現在検査項目となっていない農薬で入手可能である 58 種を対象として、分析可能な農薬かどうか検討した。試料溶液の調整については現在の SOP に準じて実施し、各農薬についての GC/MS での測定条件の設定を行い、S/N=10 となる注入量を算出して定量下限値とし、一律基準を満たしているかどうか調べた。また、イオウ化合物を含む農産物としてキャベツについての添加回収試験を行い、妥当性評価ガイドラインを満足するかどうか調べた。</p> <p>【結果及び考察】 定量下限値が一律基準を満たす農薬成分は 51 種であった。これらの農薬については、GC/MS による残留農薬一斉分析法で分析可能と思われる。その内、キャベツ(A 分類:野菜)の添加回収試験の結果、ガイドラインの目標値を満足した農薬は 35 種であり、一斉分析の検査項目として採用できる。今後は、B 分類:根菜や C 分類:果実等について添加回収試験を行い、SOP を策定していく予定である。</p>
<p>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)</p> <p>研究担当者: 滝川香織 菅原雅哉 小野准子</p>	<p>【目的】 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。</p> <p>平成 20 年度は、標準品が手元にある 56 成分について LC/MS で検討した結果、キャベツで 30 成分、りんごで 18 成分が適用可能であった。これらを踏まえて、平成 21 年度は、機器の更新に伴い新規に導入される</p>

研究期間： 平成 21 年度	<p>LC/MS/MS にて測定条件の検討を行う。</p> <p>【方法】</p> <ul style="list-style-type: none">・ プリカーサーイオン、プロダクトイオンの検討・ 各成分の S/N の検討・ サンプル希釈倍率の検討・ 添加回収試験 <p>【結果及び考察】</p> <p>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。</p> <p>2ppb で S/N 10 であったため、一律基準 10ppb まで測定するのにサンプルは 5 倍まで希釈できることがわかった。</p> <p>「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、ほうれん草とオレンジでバリデーションしたところ、56 成分中ほうれん草は 34 成分、ばれいしょは 40 成分、オレンジは 42 成分で目標値を満たした。</p>
-------------------	--