

2 生活科学課
 (1) 食品化学係

調査研究名	研究の概要
<p>動物用医薬品検査の妥当性評価の実施</p> <p>研究担当者: 小金澤 望、滝川 香織、細木 伸泰</p> <p>研究期間: 平成 23～25 年度</p>	<p>【目的】 動物用医薬品の試験法については平成 22 年 12 月 24 日付け「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の一部改正について」に基づき、平成 25 年 12 月 13 日までに妥当性評価を行うことが必要となった。そのため、現在当所で用いている全ての動物用医薬品試験法について、順次、真度、併行精度及び室内精度を評価していく。</p> <p>【方法】 現在、収去検査を行っている検体、項目の組合わせについて、収去検体を用いて添加回収試験(一斉試験法:0.01ppm 及び 0.10ppm 個別試験法:基準値相当)を行った。(1～5 回) 検体:筋肉(牛・豚・鶏・羊)、鮮魚介類、鶏卵、牛乳、うなぎ加工品</p> <p>【結果及び考察】 <一斉試験法について> 牛の筋肉及び鶏の筋肉の添加回収試験(0.01ppm)の結果、妥当性評価ガイドラインの真度及び精度の目標値を満たしたものが 25 物質(24 項目)中それぞれ7物質(6項目)、14 物質(13 項目)となった。0.10ppm の添加回収試験の結果を合わせると、目標値を達成することが非常に困難と考えられた。 <個別試験法について> 鶏肉4物質(2項目)、牛肉1物質、甲殻類1物質についてガイドラインの目標値を満たした。残りの 32 物質(19 項目)についても良好なデータが得られている。</p>
<p>医薬品成分の分析法の検討</p> <p>研究担当者: 小金澤 望</p> <p>研究期間: 平成 23～24 年度</p>	<p>【目的】 強壯作用や痩身効果を標榜したいいわゆる健康食品に医薬品成分が添加され、健康被害が出るケースが相次いでいる。これらは「無承認無許可医薬品」に相当し、薬事法規制の対象となる。 本研究では健康食品中の医薬品成分の多成分同時分析を目的とする。</p> <p>1. 23 年度試買検体の中に医薬品成分であることが疑われる不明ピークが確認されており、この成分の同定を試みた。</p> <p>2. 23 年度は強壯系 12 成分、痩身系 5 成分が対象であったが、24 年度の痩身系試買検体に医薬品成分センナ葉の含有が疑われ、使用有無の確認のため有効成分であるセンノシド(A・B)の試験系への追加を試みた。</p> <p>【方法】</p> <p>1. 不明ピークの成分は HPLC と LC-MS/MS の結果よりヨヒンビンの異性体であると予想したが、異性体ラウオルシンとは RT が一致しなかった。なお当成分は検体中に結晶として存在せず、メッシュに依る偏在も認められなかったため故意に添加したものか否かは不明であった。立体構造より当成分は β-ヨヒンビンであると予測し、NMR 構造解析を依頼するために検体からの高度精製を試みた。現時点では強陽イオン交換固相カラムによる精製が有効であると考えられる。</p> <p>2. 旧年度と同様、HPLC-PDA と LC-MS/MS の双方で一斉分析法を検討した。センノシドは現行 LC-MS/MS 法で検出が困難であったため、センノシドを含む痩身系成分 7 成分について LC-MS/MS 法を強壯系から分離し、移動相及びカラムを変更することで解決した。添加回収(n=5)の結果は HPLC、LC-MS/MS とも良好であった。</p> <p>【結果及び考察】 不明成分の同定及び由来の特定には至らなかったが、構造及び分析結果よりヨヒンビンの異性体であると予測し、NMR による構造解析のための精製法を検討した。センノシドを含む 7 痩身系成分について既存の LC-MS/MS 法より独立させ、分析を可能とした。添加回収は HPLC-PDA 及び LC-MS/MS 双方について良好な結果を得た。本法により 24 年度の試買検体からセンノシド A・B それぞれ 0.71、1.51(mg/カプセル)を検出した。</p>

<p>食品添加物一日摂取量調査</p> <p>研究担当者: 滝川 香織、畠山 久史、細木 伸泰</p> <p>研究期間: 平成 24 年度</p>	<p>【目的】 食品添加物一日摂取量調査は、日本人が一日にどの程度の量の食品添加物を摂取しているのかを把握する目的で厚生労働省の委託事業として行われており、国立医薬品食品衛生研究所および 5 つの地方研究所（札幌市、仙台市、香川県、長崎市、沖縄県）が参加している。</p> <p>【方法】 当所ではソルビン酸、デヒドロ酢酸を担当した。 成人（20 歳以上）の食品喫食量リストに基づき、286 品目の食品を購入して 7 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（混合群試料）と、購入食品の中で表示のあった食品（表示群試料）の含有量を測定した。これらの検査結果に喫食量を乗じて一日総摂取量を求め、その総和を一日総摂取量とした。</p> <p>【結果及び考察】 ソルビン酸の一日総摂取量（20 歳以上）は 5.27mg/人/日であった。この値は成人の体重を 50kg としたときの ADI（許容一日摂取量）の 0.42%にあたり、特段の問題はないと考えられた。また、混合群試料と表示群試料から算出される値はよい一致を示した。 ソルビン酸の低年齢層の総摂取量は、混合群試料に比べ表示群試料が高く算出された。これはソルビン酸が含まれていた食品にソーセージがあり、20 歳以上に比べ低年齢層ではこれらの喫食量が多くなっているためと推察される。 また、デヒドロ酢酸は混合群試料から検出されず、表示群試料も無かった。</p>
<p>残留農薬分析法の妥当性評価の実施</p> <p>研究担当者: 山口 温、小野 准子、柳田 麻有</p> <p>研究期間: 平成 23～25 年度</p>	<p>【目的】 GC/MS 一斉試験法については、平成 22 年 12 月 24 日に「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」が改正されたため、猶予期間 3 年以内（平成 25 年 12 月 13 日まで）にこれに沿った妥当性評価を行うこととなった。 今後、各農産物ごとに、GC/MS 一斉試験法、LC/MS/MS 一斉試験法及び単成分試験法についての評価を行っていく。</p> <p>【方法】</p> <ul style="list-style-type: none"> ・食品は収去品を用いて行い、まず通知文で示された代表的な 8 種の農産物(玄米等、大豆等、ほうれんそう、キャベツ、ばれいしょ、オレンジ、りんご、茶)とする。 ・添加回収について、単成分は基準値濃度で実施する。一斉分析は、定量限界濃度（一律基準 0.01ppm）及び基準値に近い一定の濃度の 2 濃度か、基準値 1 濃度で検討していく。 ・現在の SOP を見直し、より迅速でばらつきの少ない前処理法（抽出、精製法）について検討する。 ・新たに混合標準品を用いて、検討対象となる農薬数を増やす。 ・検量線について検討する(絶対検量線、マトリックス検量線等)。 ・GC/MS 一斉試験法については、GC/MS/MS の導入により、分析の感度や精度を上げていく。 ・妥当性評価についての他都市の状況を調査し、今後の進め方の参考とする。 ・評価までに長期間を要するので、データの集積方等も検討する。 <p>【結果及び考察】 通知文で示された代表的な農産物のうち、ほうれんそう、キャベツ及ばれいしょについて、GC/MS/MS による一斉試験法の検討を行った。添加回収については、低濃度は定量限界濃度（一律基準 0.01ppm）、高濃度は 0.05ppm とした。前処理法については、検討の結果、現在の SOP を基本とした方法を採用することとした。</p>