

2 生活科学課

(1) 食品化学係

<p>食品中の有害物質等分析法の検討(自然毒) ～ナッツ中の総アフラトキシンの分析法検討～</p> <p>研究担当者：小金澤 望</p> <p>研究期間：平成 27 年度</p>	<p>【目的】 当係では、食品中の重金属、自然毒等、人体に影響を及ぼしうる有害物質等についての分析を実施している。 今般、世界的に経済連携協定の締結が進められており、市民が輸入食品を口にする機会は今後増していくことが予想される。そこで、検疫所の輸入食品検査において違反事例の多い自然毒であるアフラトキシンについて、検出事例の多いアーモンド、ピーナッツ、ピスタチオの3種のナッツ類を対象に検査体制を整備し、食の安全・安心を確保する。</p> <p>【方法】 1. 安全に分析を行うための環境整備 高い発ガン性を有するアフラトキシンへの暴露を極力抑えるため、防護服、マスク、手袋の着用を標準作業書内で指定し、標準品は調製された溶液を使用した。抽出作業はほぼ全てを1か所のドラフトで行うこととし(アフラトキシン検査中のみ専属で使用し、事後入念な清掃を行う)、さらに検体を窒素吹付にて濃縮する工程のため、ドラフト内に専用窒素配管を増設した。</p> <p>2. 定量試験法及び確認試験法の確立 平成 23 年 8 月 16 日付け、食安発 0816 第 1 号「総アフラトキシンの試験法について」(以下「通知」という。)に従い実施した。すなわち、定量試験は蛍光検出器付き高速液体クロマトグラフ(HPLC-FL)、検出時の確認試験は高速液体クロマトグラフ-タンデム質量分析計(LC-MS/MS)にてそれぞれ実施した。</p> <p>【結果及び考察】 アフラトキシンB₁、B₂、G₁及びG₂のピークについて、HPLC-FL及びLC-MS/MS共に選択性は良好であった。 アフラトキシン非含有アーモンド、ピーナッツ、ピスタチオに、各アフラトキシン 2.5 μg/kg相当を添加し、5 併行で添加回収試験を実施した。HPLC-FLによる定量分析において、いずれの検体においても、通知別添「II 妥当性評価の方法」に記載の目標値(併行精度 20%以内、真度 70~110%)を満たす良好な結果が得られた。 本研究においては、通知試験法からの逸脱なく、ナッツ類 3 種について有効な試験法を確立することができた。</p>
<p>食品中の指定外着色料分析法の検討 ～リキュール中の指定外着色料(アズルビン、キノリンイエロー及びパテントブルーV)について～</p> <p>研究担当者：滝川香織</p> <p>研究期間：平成 27 年度</p>	<p>【目的】 近年、日本では様々な食品が輸入されており、多くの輸入食品が市場に出回っている。世界各国の着色料の使用状況は国によって異なっており、日本において使用が認められていない着色料が他国では認められている場合があり、他の行政機関や検疫所での検査で多数検出されている。そこで、輸入食品において特に違反事例の多い指定外着色料の分析法の検討を行い、新たに検査体制を整備することで、食の安全・安心を確保する。</p> <p>【方法】 保健所の要望によりリキュール類を対象とし、現在検査を行っているパテントブルーVに加え、アズルビン及びキノリンイエローについて、当係で使用している許可色素の製品検査実施標準作業書の条件(ポリアミド精製、ダイオードアレイ検出器付き高速液体クロマトグラフにて測定)で測定可能か、検討を行う。また、高速液体クロマトグラフ-質量分析装置による確認試験の検討を行う。</p> <p>【結果及び考察】 検討用として、3種類のリキュール(リキュール1、リキュール2、リキュール3とする。)を用意した。検体約 20g に指定外着色料(アズルビン、キノリンイエロー、パテントブルーV) 50μg (0.0025g/kg 相当、測定濃度</p>

5µg/mL) 添加し、3 併行で添加回収試験を実施し、HPLC/PDA で測定したところ、当該指定外着色料は全て検出された。また、LC/MS/MS による確認試験の検討をリキュール 2 及びリキュール 3 で行ったところ、全て確認された。

食品中の有害物質等分析法の検討(重金属)

研究担当者：細木伸泰
佐藤寛子

研究期間：平成27年度

【目的】
平成 26 年 12 月 22 日に「食品中の有害物質等に関する分析法の妥当性確認ガイドライン」（以下「ガイドライン」という。）が策定されたことを受け、玄米中のカドミウム分析法を全面的に見直し、ガイドラインに適合した、分析者及び実験設備への負担が少ない分析法（以下「新法」という。）の開発により、食の安全・安心を確保する。

【方法】
玄米の粉碎試料を硝酸及び過酸化水素を用いてマイクロウェーブ分解した後定容し、必要に応じて希釈して、原子吸光光度計でカドミウムを測定、定量した。測定は、パラジウム-マグネシウムマトリックス修飾剤を用いた電気加熱（黒鉛炉）方式で実施した。
玄米粉砕試料を用いて添加回収試験（分析者 2 名、2 併行試験、3 日間実施、添加量 0.4ppm）を実施し、新法の妥当性確認を実施した。また、従前の方法（以下「旧法」という。）でカドミウムを 0.03ppm 検出した試料の同一ロット品を新法により 5 併行で測定し、検出値及び測定精度から試料の均質性を評価した。

【結果及び考察】
新法はガイドラインが示す性能パラメータを満たした（下表）。また、カドミウム検出試料の 5 併行測定の結果、検出値 0.03ppm、併行精度 10.1% となり、旧法と同等の値を精度よく測定できたことから、試料の均質性は十分に確保できたと考えられた。
新法によれば、検体搬入後、最短 3 日程度で成績書発行が可能となる。また、分析操作の簡便化、分解時の省試薬化が実現され、分析者及び実験設備への負担が軽減された。

表 新法の妥当性確認結果

	選択性	真度 (%)	併行精度 (RSD%)	室内制度 (RSD%)
目標値	良好	90-110	< 15	< 15
結果	良好	92.8	3.3	4.5

残留農薬分析法の検討

研究担当者：柳田麻有
石田陽子
村越早織

研究期間：平成27年度

【目的】
残留農薬については、当所の製品検査実施標準作業書（SOP）に基づき GC-MS/MS 一斉試験法、LC-MS/MS 一斉試験法及び個別試験法により検査を行っているが、状況に応じて試験法を見直し、より精度の高い方法を検討する必要がある。また、近年の違反事例などに基づき保健所と協議して、新規項目を追加するために検討を行った。

【方法】
1. 個別試験法で検査を行っている烏龍茶のフィプロニルについて、より妨害物質の影響が少なく、精度の高い検査をするために現行の測定方法を見直した。
併せて、当該農薬が検出された場合の確認試験について、異なる機器での測定方法を検討した。
2. 平成 26 年度の違反事例により保健所と協議の上、新規依頼項目として輸入たまねぎのチアメトキサムについて検討することとなった。当該農薬を分析可能である LC-MS/MS 一斉試験法による検査は、現在ほうれんそう、オレンジのみ実施しており、たまねぎについては未検討であった。
そのため、たまねぎを対象として当該農薬を含む LC-MS/MS 一斉試験の項目について、現行の方法で評価した。

なお、1、2ともに試験法の評価については妥当性評価ガイドラインに基づいて実施した。

【結果及び考察】

1. 烏龍茶のフィプロニルについては、GC-MS/MSで選択する測定イオンによりピークの本数が1本または2本になることが判明した。ピークが1本となる新しい条件で妥当性評価を行った結果、目標値を満たした。

また、確認試験については、LC-MS/MSを用いて、標準溶液及び検液の最終溶媒を水/メタノール(1:1)として測定したところ、ピーク形状及び回収率が良好であることを確認した。これにより、検出時の確認試験の条件を確立することができた。

2. たまねぎのチアメトキサムについては、現在のLC-MS/MS一斉試験の妥当性評価対象時の項目である58項目について評価を実施し、チアメトキサムを含む48項目が目標値を満たした。これまで評価した3作物のLC-MS/MS一斉試験の妥当性評価結果は下表のとおりである。

表 LC-MS/MS一斉試験の妥当性評価結果

	ほうれんそう	オレンジ	たまねぎ
評価適合項目数	46	39	48

分散染料不使用の繊維製品に含まれるアゾ染料由来の特定芳香族アミンの分析法の検討

研究担当者：村越早織
石田陽子
畠山久史

研究期間：平成27年度

【目的】

アゾ染料は、広く用いられている染料の一つであり、繊維製品等の染色に用いられている。アゾ染料の一部は、発がん性又はその恐れが指摘されている特定芳香族アミンを生成し得る。

平成27年4月8日に改正公布(平成28年4月1日に施行)された「有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律第2条第2項の物質を定める政令」により、化学的変化により容易に24種の特定芳香族アミンを生成するアゾ化合物が新たに有害物質に指定された。これに伴い、保健所が平成28年度に試買を計画していることから、分散染料不使用の繊維製品の特定芳香族アミンの分析法の検討を行った。

【方法】

分散染料が使用されない天然繊維製品を用いて、有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律施行規則で定める試験法に基づき、前処理法の確認、GC/MS等の分析条件の設定をするとともに、5併行で回収率の確認を行った。

【結果及び考察】

24種の特定芳香族アミン及び分解物のうち分析対象となる物質について、目標回収率が示されている物質は全てその値を満たした。分散染料不使用の繊維製品について特定芳香族アミンを測定できることを確認した。