

残留農薬分析用の食品標準物質を用いた 迅速分析法の評価

○大竹貴光¹、青柳嘉枝¹、島三記絵²、松尾俊介²、小西賢治²、佐々野僚一²

¹(国研)産業技術総合研究所 計量標準総合センター 物質計測標準研究部門
²(株)アイスティサイエンス

背景と目的

産総研では、2012年から食品中の残留農薬を対象とした技能試験を主宰してきた。2015年は玄米をマトリックスとして試験を実施し、参加者からは通知試験法(一斉試験法)だけでなく、さまざまな分析法により定量値が報告された。とりわけ、簡便かつ迅速に結果が得られるSolid phase extraction Technique with QuEChERS法(STQ法、(株)アイスティサイエンス開発)は、多く適用された分析法であり、特に国内において広く普及している。一方で、その妥当性は添加回収試験で確認されている例が多いが、抽出過程を含めた確実な評価のためには、より実試料に近い試料を用いた妥当性確認及び内部精度管理の重要性が高まっている。そこで本報告では、食品中残留農薬分析用の認証標準物質(CRM)のうち、玄米、ネギおよびリンゴを試料とし、STQ法の評価を行った。

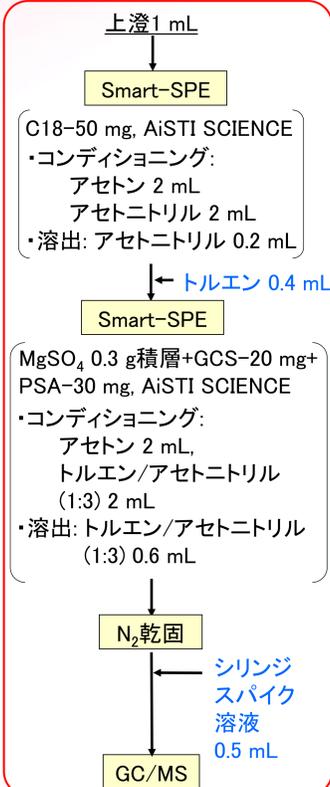
実験

抽出・塩析:

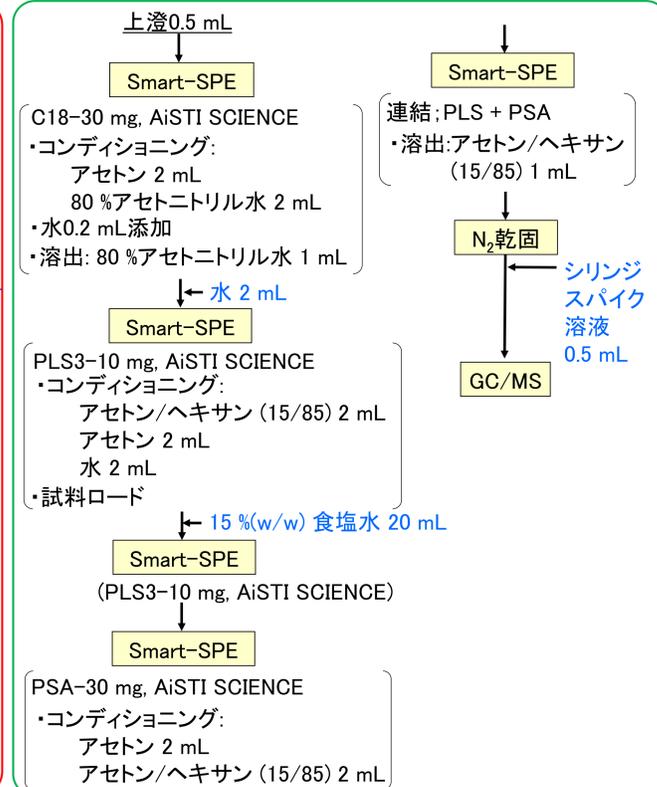


すべての方法で、同位体希釈質量分析法(IDMS)を適用。
STQ-A法、STQ-B法-1では
ブランク試料を用いたマトリックス
マッチングを実施。

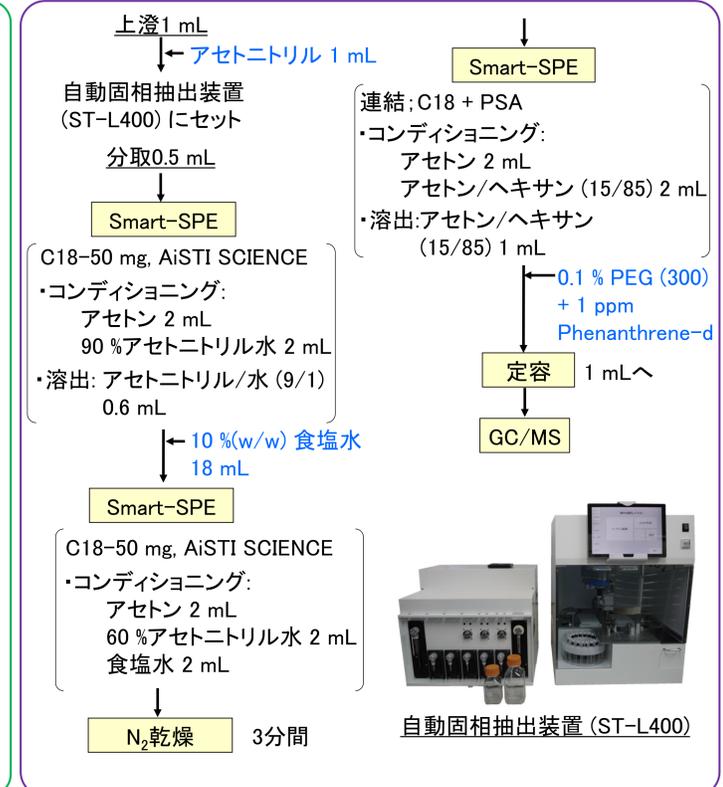
STQ-A法:



STQ-B法-1:



STQ-B法-2:



結果と考察

●STQ-A法によって得られた玄米CRM中の農薬の定量値

対象農薬	定量値 (n=3) 平均値±標準偏差 (mg/kg)	認証値±拡張不確かさ (mg/kg)
フェニトロチオン	0.101 ± 0.004	0.109 ± 0.017
エトフェンプロックス	0.18 ± 0.001	0.19 ± 0.05

●STQ-A法およびSTQ-B法-1によって得られたネギCRM中の農薬の定量値

対象農薬	STQ-A法 定量値 (n=3) 平均値±標準偏差 (mg/kg)	STQ-B法-1 定量値 (n=3) 平均値±標準偏差 (mg/kg)	認証値±拡張不確かさ (mg/kg)
	ダイアジノン	0.93 ± 0.01	
フェニトロチオン	4.36 ± 0.08	4.22 ± 0.03	4.41 ± 0.26
ペルメトリン	6.94 ± 0.03	6.95 ± 0.04	7.14 ± 0.58
シペルメトリン	4.02 ± 0.08	4.13 ± 0.09	3.98 ± 0.39
エトフェンプロックス	13.65 ± 0.08	13.55 ± 0.18	13.93 ± 0.85

●STQ-A法およびSTQ-B法-2によって得られたリンゴCRM中の農薬の定量値

対象農薬	STQ-A法 定量値 (n=3) 平均値±標準偏差 (mg/kg)	STQ-B法-2 定量値 (n=3) 平均値±標準偏差 (mg/kg)	認証値±拡張不確かさ (mg/kg)
	ダイアジノン	2.34 ± 0.03	
フェニトロチオン	3.21 ± 0.05	3.25 ± 0.26	3.14 ± 0.72
シペルメトリン	1.63 ± 0.05	1.42 ± 0.05	1.55 ± 0.33
ペルメトリン	2.82 ± 0.09	2.60 ± 0.12	2.81 ± 0.54



玄米CRM
(7504-a)



ネギCRM
(7507-a)



リンゴCRM
(7510-a)

○すべての定量値は、認証値の不確かさの範囲内であった。

→ STQ法は、各CRMに含まれていた対象農薬を十分に抽出でき、夾雑物の除去も良好であったことが示された。

○ネギCRMでは、A法よりもB法の方が機器測定時のマトリックスの影響が少なかったため、夾雑物がより除去されたと考えられる。

○すべての分析における併行精度は、8.0%以下であった。

→厚生労働省による「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」により、妥当な結果と判断された。

対象農薬や食品はまだ限られているが、残留農薬分析用の食品標準物質を用いて、STQ法がモニタリングだけでなく正確な分析に使用できる可能性を示すことができた