

残留農薬とは～抽出まで_初級編



株式会社アイスティサイエンス

Beyond your Imagination

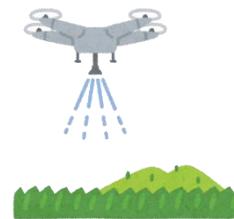
- ※法令等については、現行の法文等をご確認ください。
- ※無断転載を禁止いたします。
- ※社内教育等にご活用いただけます。



内容

- 1, 残留農薬とは
- 2, 残留基準について
- 3, 残留農薬（残農）分析とは
- 4, 残留農薬分析の工程
- 5, 分析（試験）法について注意
- 6, サンプルング、前処理（細切粉碎）
- 7, 予冷式ドライアイス凍結粉碎
- 8, 抽出
- 9, 固形物の除去
- 10, 塩析
- 11, 精製
- 12, STQ法

1,残留農薬とは . . .



- 農業では、病害虫を予防、抑制するため等に農薬が使用されます。農薬は、有害なイメージが強く嫌われることが多いですが、農作物の安定生産、供給に欠かせなく、人類の生活、発展のためには必要不可欠です。用法・用量を守って使用する必要があります。
- 使用された農薬は、栽培中に雨や分解などで減少していきませんが、可食部分に残留する場合があります。これを残留農薬と呼んでいます。
- 残留農薬は、人が日々食品を食べることで、健康に悪影響を及ぼす可能性があるため、法律（食品衛生法）で許される残留量が定められており、これが「残留基準」です。残留基準は、食品摂取量と毒性などを検証した上で決められています。また、残留基準を超える食品の流通は禁止されています。

2,残留基準について

残留基準は、食品と農薬の組み合わせで設定されています。以前は、残留基準のない組み合わせが存在していましたが、これらについては、一律基準の0.01ppmという濃度が設定されました。これが「ポジティブリスト制度」です。

※残留基準の単位は、ppm（ピーピーエム）が使われています。「parts per million」の頭文字をとったもので、100万分の1を意味しています。ちなみに、1ppm = 1mg/kgです。

残留基準の
イメージ

	玄米	トマト	キャベツ	レモン	牛肉（筋肉）
農薬A	1ppm	0.5ppm	0.2ppm	5ppm	0.01ppm (一律基準)
農薬B	0.1ppm	0.3ppm	0.01ppm (一律基準)	0.02ppm	0.5ppm

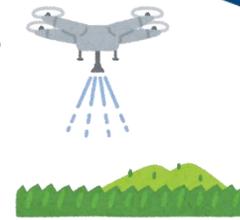
2,残留基準について

残留基準を超過すると・・・

→商品回収や輸入差止、濃度によっては健康被害も・・・



3,残留農薬（残農）分析とは・・・



- 食品中に残留している農薬の濃度を量る（定量する）事を、残留農薬（残農）分析と呼んでいます。
- 世界で使用されている、もしくは使用しなくなった物も含めると、1000を超える農薬が存在しています。現在は、測定機器が進歩し数百成分を同時に分析（一斉分析）できる手法も普及しています。ただ、一斉分析が難しい農薬もあり、それに絞って分析（個別法、単成分分析）をすることもあります。
- 食品には、様々な成分（脂質、色素、糖、その他）が含まれており、普段栄養やおいしさとして恩恵を受けている成分も農薬分析には邪魔となります。ppmという50mプールに耳かき一杯程度という超微量濃度を量るためには、なるべく農薬以外の成分は除去する必要があります。

3, 残留農薬分析とは . . .

残留農薬の分析法は各種存在しており、まず知っておくべきものとしては、厚生労働省が通知している、いわゆる「通知試験法」が挙げられます。これらは「公定法」とも呼ばれ、これまで広く普及してきました。現在は通知試験法以外でも、厚労省が定めた方法（妥当性評価ガイドライン）に則って評価した分析法であれば「通知法と同等とみなす」事とされており、省力化や自動化など様々な手法が開発されています。

- ・ 厚生労働省Webサイト（残留農薬に関するページ）

https://www.mhlw.go.jp/stf/seisakunitsuite/bunya/kenkou_iryuu/shokuhin/zanryu/index.html

- ・ 妥当性評価ガイドライン

https://kouseikyoku.mhlw.go.jp/kyushu/shokuhin/documents/shokuan_no1115003.pdf

代表的な残農一斉分析法

いわゆる通知試験法

厚生労働省通知

食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法（平成17年1月24日付け食安発第0124001号厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知）

QuEChERS法 (キャッチャーズ法)

欧州で公定法
米国でAOAC掲載

簡単抽出
簡単精製
低コスト

STQ法

(Solid Phase Extraction Technique with QuEChERS Method)

アイスティサイエンス社考案

QuEChERS法の簡単抽出に
高い精製効果を組合わせた手法
自動化可能

4, 残留農薬分析の工程

食品中の残留農薬を分析する場合は、食品そのものを機械などにかけて測定はできません。多くは、細かく粉砕した食品（試料）を液体に溶かし込み（抽出）、その後、農薬以外の不要成分を除去（精製）し、最後に得られた試験液を機器で測定します。

一般的な残留農薬分析の工程

粉砕



抽出



精製



測定



農薬が抽出されやすいように食品（試料）を粉砕



農薬が溶けやすい液体に抽出（主に有機溶媒を使用）



抽出液を特殊なフィルター（固相カートリッジ）を通過させ、色素や脂質など農薬以外の成分を除去し農薬だけを回収する。



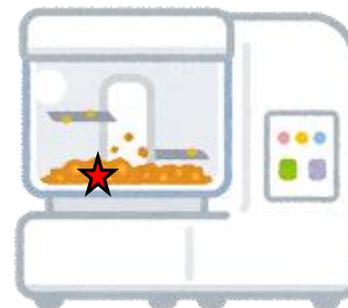
精製された液（試料液）を機械に注入し濃度を測定。

6, 試料のサンプリング、前処理（細切粉砕）

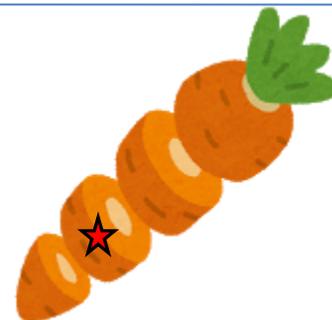
残農分析では試料の代表性、均一性が重要となります。同じ試料を用いても、分析の都度定量値が変わるとその定量値の信頼性が低下し基準値を超えているか否か判定できません。試料のサンプリングはまんべんなく行い、粉砕もなるべく細かく行うことで定量値の信頼性が向上します。

★：サンプリングポイント

代表性・均一性良好の例



代表性・均一性が不足している例



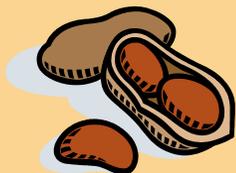
7, 予冷式ドライアイス凍結粉碎

アイスティサイエンスは、試料の均一性向上のため、ドライアイスと共に粉碎する手法をご提案しています。粉碎後はパウダー状となり、ばらつきや偏りを抑えられます。粉碎機やドライアイスの販売については、弊社までお問い合わせください。

困った例



汁と皮が分離



粘性を帯びる



団子状に変化



筋が絡まる

ドライアイスと粉碎



パウダー状に



コツがあります
失敗や事故防止のために
まずはお問い合わせください

8,抽出（溶媒の選択）

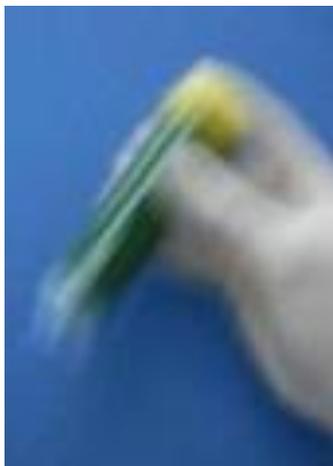
一般的に試料から農薬を溶かしだす「抽出」には、有機溶媒が使用されます。試料や農薬によって有機溶媒の選択が必要となりますが、試料に浸透し農薬が溶ける溶媒が理想です。数百成分の農薬を対象とする一斉分析の場合は、アセトニトリルを使用する場合があります。ただ、脂質が多い試料は脂質を溶かす有機溶媒（例：アセトン）が適しています。

親和性	抽出に使われる代表的な溶媒
油	ヘキサン
↑	酢酸エチル
	アセトン
↓	アセトニトリル
	水

8,抽出（方法の選択）

試料から農薬を抽出する際の手法として、振り混ぜる「振とう」や、攪拌装置を使用する「ホモジナイズ」、超音波を用いるなどの選択があります。残留農薬分析では、ホモジナイズを用いる場合が多いです。ホモジナイザーには、攪拌部分が刃となっていたり摺りつぶす機能を有しているものがあり、それらはより抽出率が高くなります。通知一斉法でもホモジナイズとしており、STQ法でも推奨しています。

振とう



ホモジナイズ



9, 固形物の除去

抽出後、試料由来の固形物を除去する必要があります。手法としては、「ろ過」や「遠心分離」が挙げられます。通知一斉法ではろ過、STQ法では遠心分離としています。ろ過では時間短縮のため「吸引ろ過」という手法が通知一斉法に採用されています。

吸引ろ過器



遠心分離機



遠心分離後



抽出液
(農薬が溶け込
んでいる層)

固形物
(除去) 水層
(除去)

10, 塩析

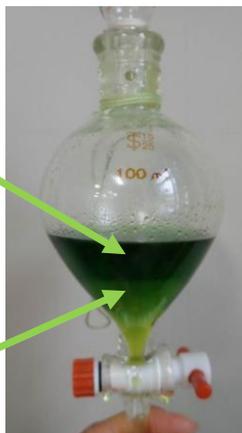
水と混ざりあう有機溶媒でも「塩析効果」で分離させることができます。分離させることで、それぞれに溶けやすい成分を分けることができます。農薬一斉分析では、一般的に、農薬を有機溶媒層に移行させ、水層を除去することで糖や塩を除去できます。

塩析効果とは、水に塩化ナトリウムなどの塩を溶かすことで、それ以外の物質が溶けにくくなる性質を指します。通知一斉法では抽出の後に行い、STQ法では抽出工程に含まれます。いずれも塩がこれ以上溶けない量（飽和）を投入し塩析しています。

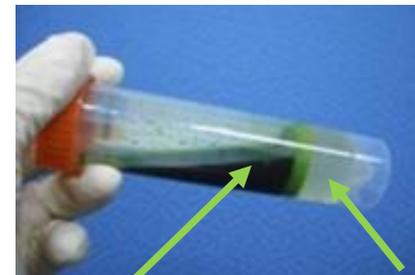
分液ロートによる塩析・分離
(通知一斉法)

農薬が溶けている
アセトニトリル層

塩化ナトリウムが
飽和した水層
(除去)



塩の添加と遠心分離後
(STQ法)



農薬が溶けている
アセトニトリル層

無水硫酸マグネシウム等が
飽和した水層
(除去)

11, 精製へ

抽出液には、色素や脂質など食品の成分や栄養など農薬分析の妨げとなる化合物がたくさん溶け込んでいます。これら「夾雑物」を除去するために、「精製」が必要となります。精製については、一般的に「固相カートリッジ」と呼ばれるフィルターのようなものに抽出液を通液することで、色素や脂質などを吸着除去しできるだけ農薬だけを回収します。固相カートリッジには様々な種類があり、それぞれ吸着できる物質が異なります。

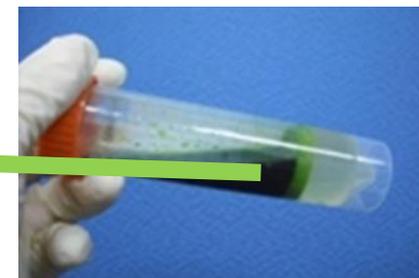
固相カートリッジは、「SPE : エスピーイー (Solid Phase Extractionの頭文字)」とも呼ばれています。



抽出液を固相カートリッジ (SPE) で精製



Smart-SPE (アイスティサイエンス)



続きは、精製_初級編
～固相の性質と使い方～
をご覧ください。

参考文献

- 厚生労働省Webサイト

https://www.mhlw.go.jp/stf/seisakunitsuite/bunya/kenkou_iryuu/shokuhin/zanryu/index.html

- STQ法ガイドブック（株式会社アイスティサイエンス）

<http://www.aisti.co.jp/product/stq-kit/>

12,アイスティサイエンスは「STQ法」をご提案しております。ご興味をお持ちでしたらご遠慮なくお知らせください。

アイスティサイエンスは、残留農薬分析において「簡単・早い・安い」だけでなく、「**高精製・自動化**」と「**安定分析の持続**」をテーマにご提案しています。

【STQ法の特徴】

- ・国内約100か所の導入実績（農水省、地方衛生研究所、保健所、受託検査機関、農業団体、生協、食品・飲料メーカー等）
- ・ISO17025認定取得機関多数（試験法欄にSTQ法記載）
- ・精製度が高く、加工食品にも対応
- ・自動処理が可能
- ・操作がコンパクトで操作性良好かつ省溶媒、省廃液
- ・自動化により人事異動などによる引継ぎ労力軽減

STQ法の概要



QuEChERS抽出



①検体細切、凍結粉碎



②抽出、振とう塩析



③遠心分離

STQマニュアル精製キット



精製



固相ミニカートリッジ
Smart-SPE
Solid Phase Extraction

測定

全自動固相抽出装置



全自動固相抽出装置

ST-L400

For Smart-SPE AUTOMATION

GC-MS(/MS) + 大量注入
LC-MS/MS測定
AISTI SCIENCE



LVI-S250
(GC用大量注入装置)

私たちは、残留農薬分析において「簡単・早い・安い」だけでなく、「高精製・自動化」と「安定分析の持続」をテーマにご提案しています。

当社ホームページにて技術情報を多数公開中



株式会社アイスティサイエンス

TEL : 073-475-0033 (本社)
048-424-8384 (東日本営業所)

FAX : 073-497-5011 (全国共通)

E-mail : as@aisti.co.jp

ホームページ : <http://www.aisti.co.jp/>

