

図37 ラウンド2ジャガイモのプロチオホスの測定におけるヒストグラムと正規確率プロット

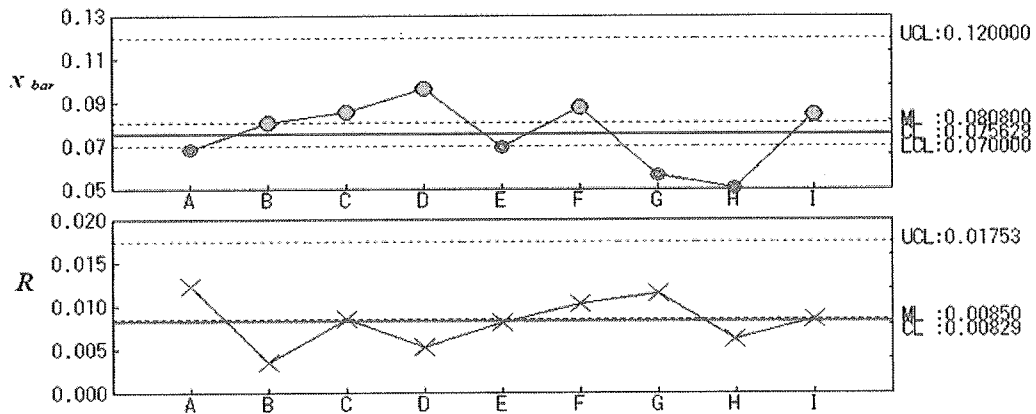


図38 ラウンド2ジャガイモのプロチオホスの測定におけるX-R管理図

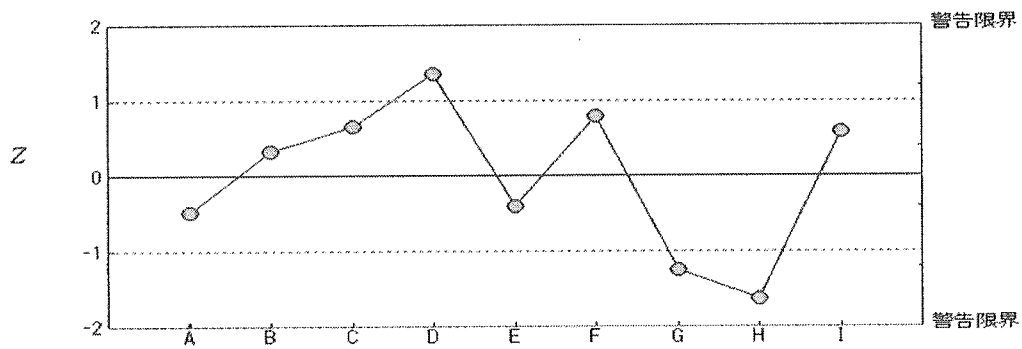


図39 ラウンド2ジャガイモのプロチオホスの測定におけるZ-スコア

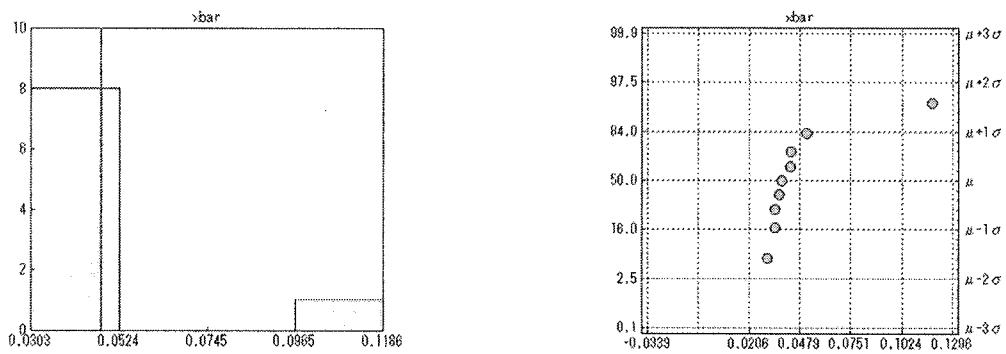


図40 ラウンド2ジャガイモのフェンバレートの測定におけるヒストグラムと正規確率プロット

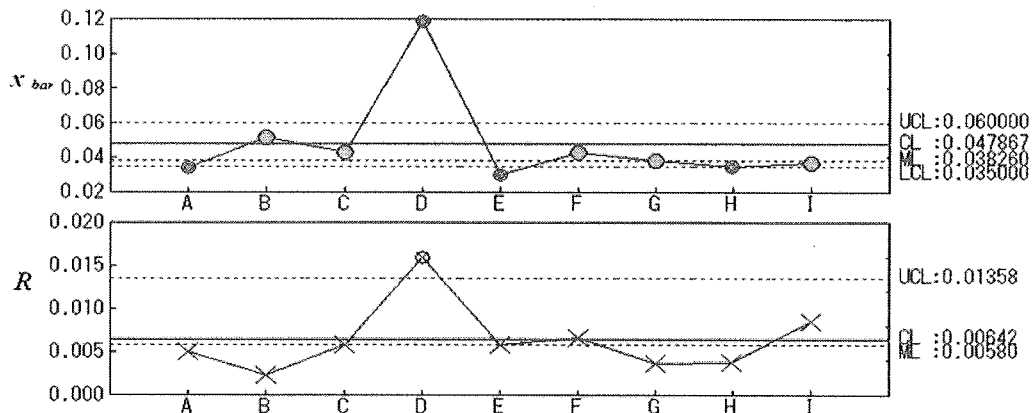


図41 ラウンド2ジャガイモのフェンバレートの測定におけるX-R管理図

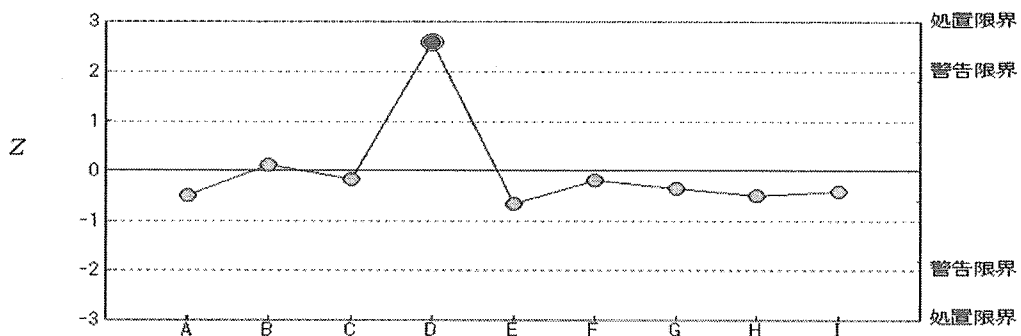


図42 ラウンド2ジャガイモのフェンバレートの測定におけるZスコア

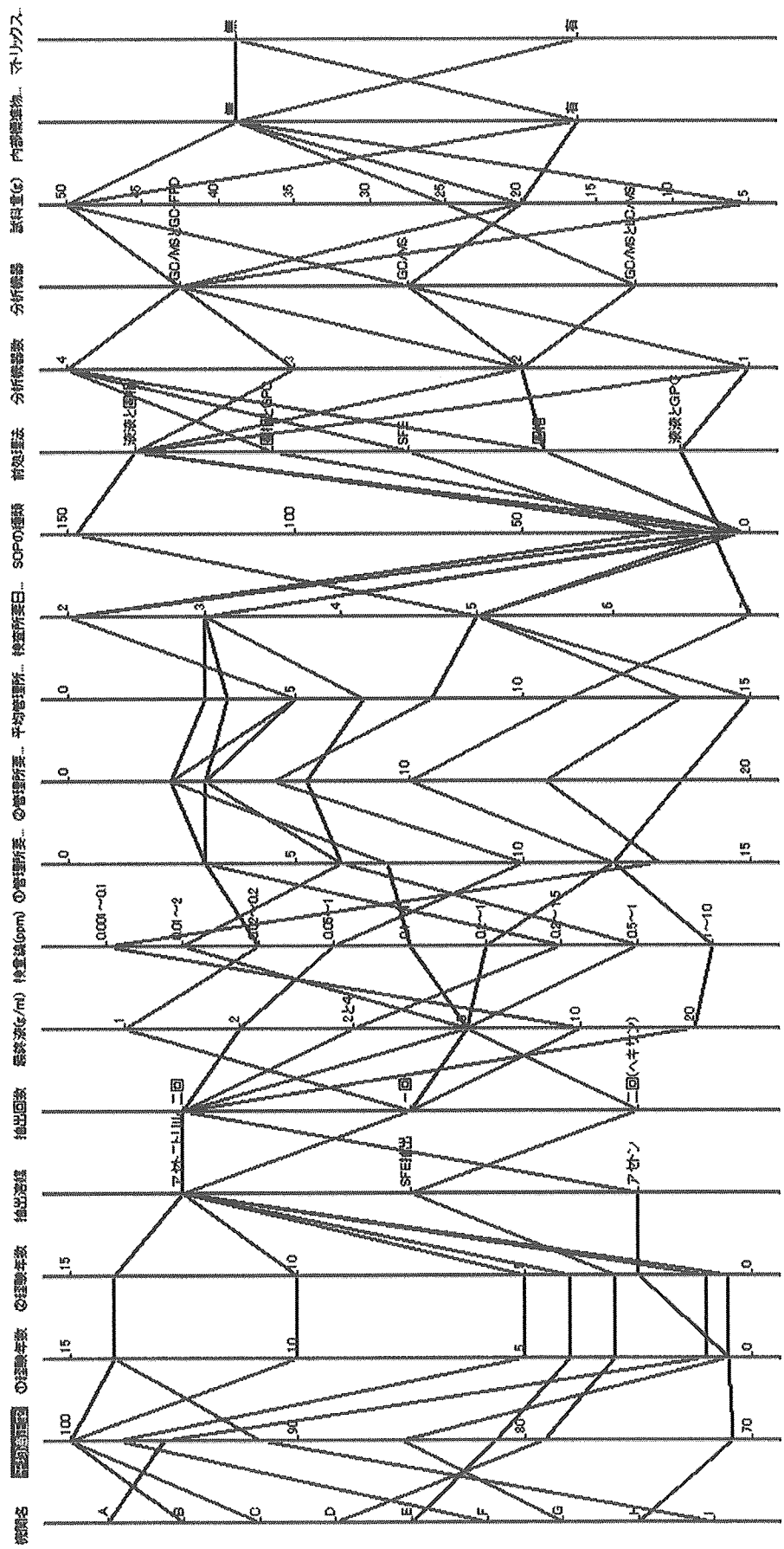


図43 アンケートおよびSOPの主な項目による全機関の全体像

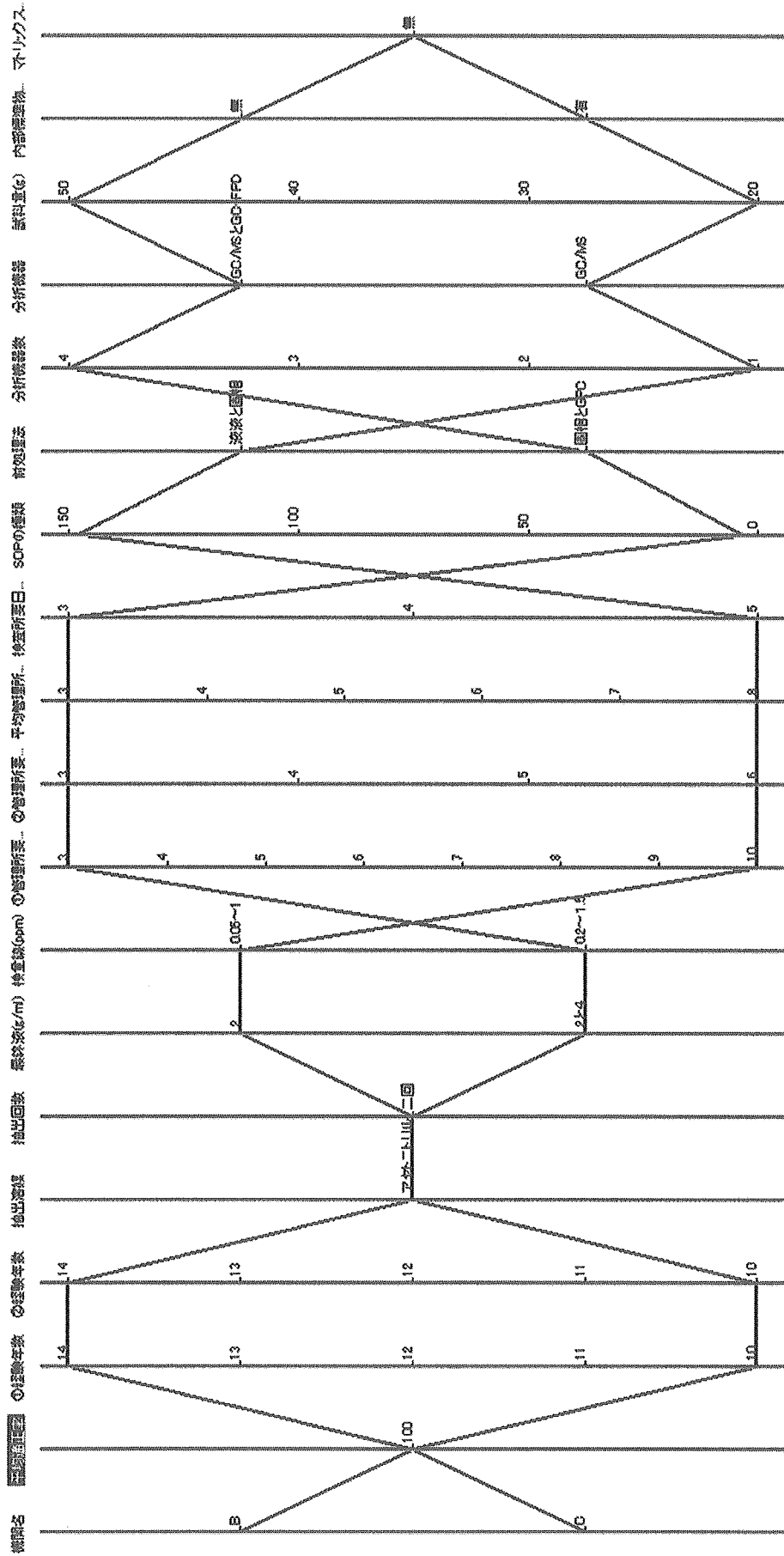


図44 平均適正率100%(エクセレント)のデータ分析



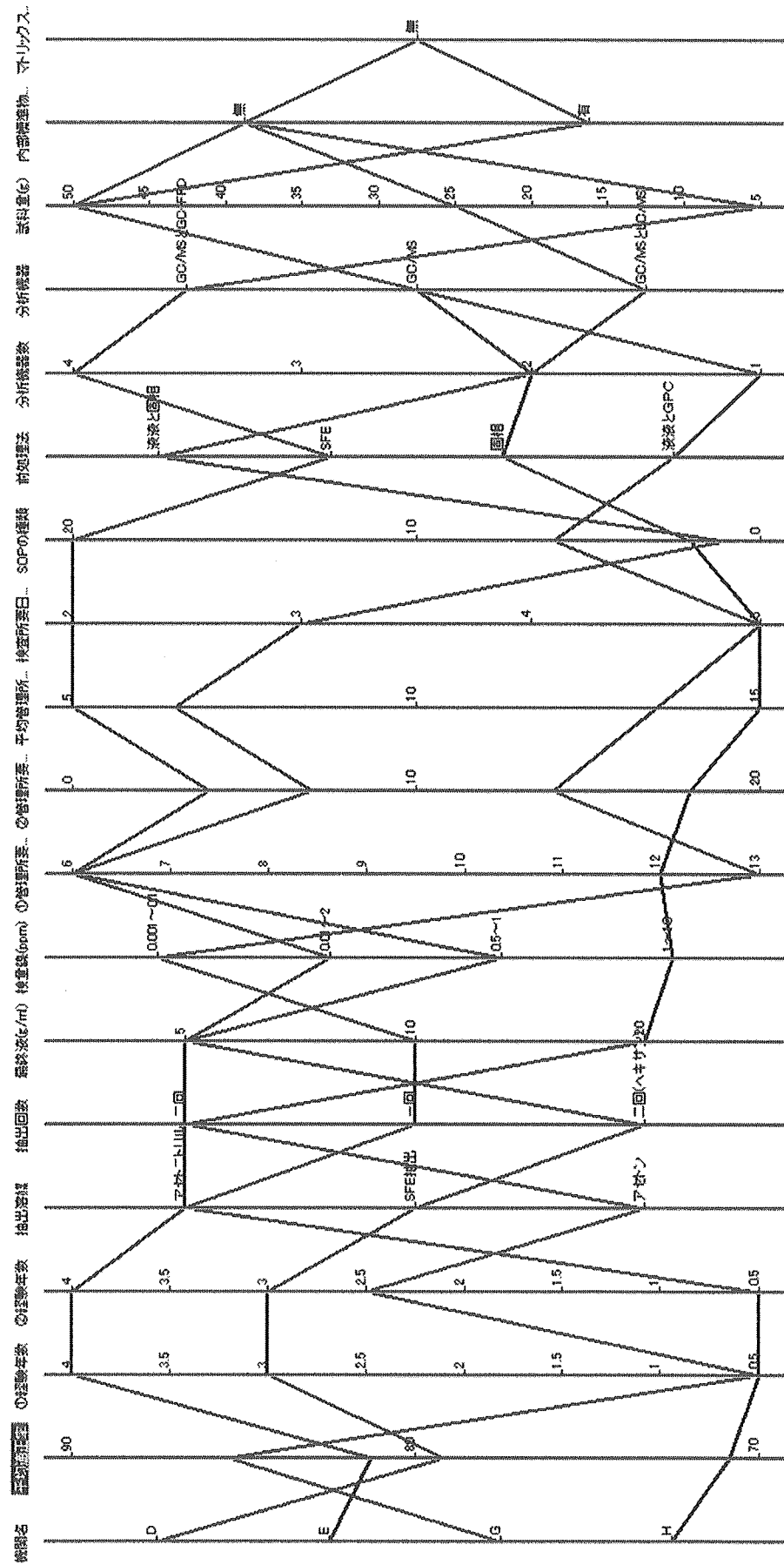


図46 平均適正率70~80%台のデータ分析

細切試料 50g

サロゲート 1ml, 放置 30min  
抽出 アセトニトリル 150+20ml  
吸引ろ過(メスシリンダー法)  
振とう 2min

アセトニトリル層 上清半量(試料 25g 相当)

濃縮 35°C, 200→110mbar  
再溶解 酢酸エチル 50+20+20ml  
超音波脱水 1min 無水硫酸ナトリウム 適量  
ろ過(無水硫酸ナトリウム/グラスウール充填オート法)

ろ液

濃縮 35°C, 200→100mbar 乾固手前  
5ml 定容 20%アセトン-シクロヘキサン  
遠心分離 3000 回転, 10min

上清 2ml(試料 10g 相当)

GPC 精製 20%アセトン-シクロヘキサン, 5ml/min

画分 2

(75~135ml)

画分 1

(57~65, 65~75ml)

20%グラファイトカーボン-微結晶セルロース(0.5g)カラム精製  
溶出 20%アセトン-シクロヘキサン 5ml

シリカゲル/PSA 連結カートリッジカラム精製  
溶出 20%アセトン-石油エーテル 15ml  
濃縮 35°C, 500→130mbar, 乾固手前  
2ml 定容 50%アセトン-ヘキサン

試験原液 (5g/ml)

適宜希釈 50%アセトン-ヘキサン

試験溶液 (0.25~5g/ml)

GC/MS(SIM, SCAN)測定

図 47 B 機関の試験法

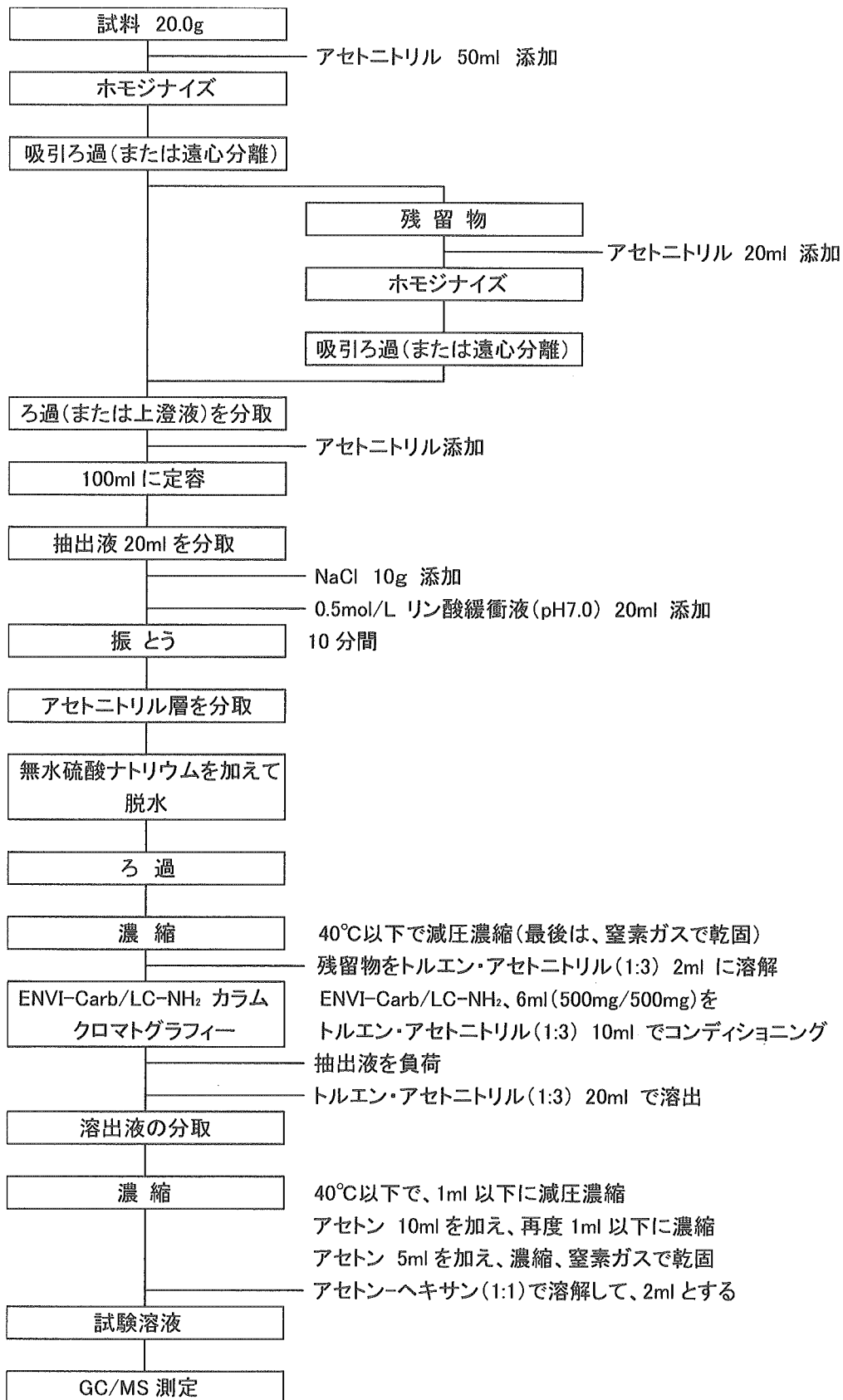


図48 C機関の試験法



## 資料1 B機関からの試験法レポート

### (試験法の解説)

- ・ 農薬の抽出効率が高く、かつ比較的油分の抽出が少ないアセトニトリル抽出・水層分離法
- ・ 清浄なアセトニトリル層上層の正確な分取が可能なメスシリンダー法
- ・ 水分および不溶物を効果的に排除できる酢酸エチル再溶解・超音波脱水法
- ・ 農薬の損失が少なく、油分や色素等大分子を効果的に排除できるGPCとグラファイトカーボンカラムを組み合わせた自動式精製法
- ・ 高度に不活性化処理されたライナーの使用等メンテナンスされた機器とそれを汚さない上記精製法
- ・ デュアルカラム方式GC/MSによるマトリックスオーバーラップのチェック

### (試験法の長所)

- ・ 有害なトルエンを使用しない
- ・ トルエンを使用しないのでカロテノイド色素等まで排除できる。従ってイオン源等が汚れない、イオン化時にサプレッションが起きにくい。
- ・ 簡易な手法で、かつ自動化されており、併行再現性に優れる。
- ・ 油脂を多く含む食品等ほとんどすべての食品に対応できる頑健性を有している。

### (試験法の短所)

- ・ GPC等において、溶媒の使用量が多い
- ・ GPCに時間を要する。しかし自動化されており夜間処理が可能なのでルーチン分析の支障とならない。

### (試験法の内部精度管理)

- ・ 農作物 野菜ジュース
- ・ 添加農薬種類 有機リン系、ピレスロイド系および含窒素農薬 23 種類
- ・ 添加濃度 0.1-0.5 ppm
- ・ (平均)回収率 94.3%
- ・ 試行回数 5 回
- ・ RSD(相対標準偏差)3.5%
- ・ Z 値 0.21

### (農薬検査で特に留意していること)

- ・ 分解しやすい農薬の調整年月日
- ・ 迅速かつ正確な分析

### (試験法の出典)

Ueno, E., Oshima, H., Saito, I., Matsumoto, H., Nakazawa, H., Multiresidue analysis of pesticides in vegetables and fruits by gas chromatography - mass spectrometry after gel permeation chromatography and graphitized carbon column cleanup. J. AOAC Int., 87, 1003-1015(2004).

## 資料2 C機関からの試験法レポート

(試験法の解説) -- 基本的な事項ではあるが、留意点、問題点を列記した --

- ①抽出時、試料によってはマトリックスが多い、団子状態になるなどの理由で均質にホモジナイズが行えにくい場合があるので、確認が必要。
- ②試料により抽出液が2層に分離するものもある。当所では等量関係維持のため十分混和後20mlを分取している。
- ③塩析後、アセトニトリル層分取時、洗いこみを十分に行う。多少のエマルジョンが発生してもアセトニトリル層に留め置き、アセトニトリルで数回別容器に洗いこむ過程で凝固し操作の邪魔にならなくなるし、ロスが防げる。
- ④残留物の再溶解時、当所では常に超音波洗浄器を用いている。
- ⑤測定データのバラツキは測定時に発生しやすい。GC、GC/MS分析では特に注入口、カラム先端部の汚れが原因で一部農薬の感度が低下したりする。当所ではGC/MS測定時、1測定機会ごとにインサートの交換を行っている。定期的にカラム先端部のカットも必要。
- ⑥今回の精度管理においては、注入順をマトリックス入り試験液で2回起爆注入後、標準溶液と試験溶液を交互に注入した。
- ⑦GC/MS分析ではいわゆるマトリックス効果による標準溶液と試験溶液の測定物質の感度差をいかに取り扱い、真度を向上させるかが課題である。今回の精度管理ではブランク試料よりマトリックス入りの標準溶液を調製し、マトリックス効果による感度差を確認しながら、定量は通常の標準溶液での内部標準法(0.5ppm トリフェニルリン酸、最終試験溶液調製時に添加)によった。ひとつの内部標準物質ですべての農薬のマトリックス効果を十分に補正できるものではないが今後、適当な内部標準物質の検索、マトリックス入りの標準溶液の利用などをいかにしてシステム化するかが最大の課題である。

(試験法の長所)

- ① 操作が比較的簡便であり、迅速性にすぐれている。
- ② 使用溶媒量が少ない。

(試験法の短所)

- ① トルエンを使用すること。濃縮操作時の回収ロスの発生。
- ② ENVI-Carb/LC-NH<sub>2</sub> ミニカラムのロット差等の懸念。
- ③ 検出頻度の高い農薬のうち本法が適用できないものがある。

(試験法の内部精度管理)

本法を適用する農薬項目拡大のための添加回収試験より、その一部データを報告する。

・ 農作物	キャベツ		
・ 添加濃度	いずれも試料1gあたり0.1μg添加		
・ 試行回数	3回		
・ 添加農薬種類	①ホルモチオン	②フェンクロルホス	③プロモホスエチル
測定イオン	125	285	359
(平均)回収率	98.1%(114.5%)	92.0%(110.1%)	99.8%(117.8%)
・ RSD(相対標準偏差)	1.1%(2.3%)	1.8%(4.3%)	1.0%(3.3%)

\* 内部標準法(0.4ppm クロルピリホスメチル)による。(カッコ内 絶対検量線法による)

(農薬検査で特に留意していること)

- ①標準品、標準溶液の管理
- ②GC/MSの状態の維持管理
- ③前処理過程におけるひとつひとつの確実な操作

(試験法の出典)

厚生労働省 農産物中の残留農薬 GCMS一斉分析法

厚生労働科学研究費補助金（食品の安心・安全確保推進研究事業）

「検査機関の信頼性確保に関する研究」

平成 17 年度

分担研究報告書

市販農薬標準品の純度比較に関する研究

分担研究者 松木 容彦

厚生労働科学研究費補助金（食品の安心・安全確保推進研究事業）

検査機関の信頼性確保に関する研究

分担研究報告書

市販農薬標準品の純度比較に関する研究

主任研究者	遠藤 明	(財) 食品薬品安全センター
分担研究者	松木 容彦	(社) 日本食品衛生協会食品衛生研究所
協力研究者	藤巻 照久	神奈川県衛生研究所
	高橋 淳子	(財) 食品薬品安全センター
	藤代 良彦	(財) 千葉県薬剤師会検査センター
	小林 文亮	(社) 日本食品衛生協会食品衛生研究所
	伊藤 禎啓	(社) 日本食品衛生協会食品衛生研究所

研究要旨

食品衛生法の一部改正（平成 15 年度法律第 55 号）により、農薬等のポジティブリスト制が導入され、平成 18 年 5 月 29 日までに施行されることとなった。対象となる物質は、農薬、飼料添加物、動物用医薬品であり、現在、約 240 種の農薬、30 種の動物用医薬品等に残留基準値が設定されているが、ポジティブリスト制施行後は、海外諸国を含め国際的に食品に対して使用が認められている農薬約 700 種と動物用医薬品約 230 種に基準値を設け、流通が規制される状況にある。このようなポジティブリスト制導入に伴い、特に輸入食品を中心として違反食品の検出のための農薬分析の一斉分析法並びに個別分析法等の検討が急務となっている。一方、農薬分析法のために用いられる農薬標準物資の提供は、わが国では、主に 3 社の試薬メーカーが中心になり提供しているが、海外で使用されている農薬の標準品が製造や販売されていないものもある。また、平成 9 年の通知、「残留農薬分析用標準品の情報提供に関する指針について」において、供給メーカーが扱う標準品の品質に関わる資料を使用者に提供することとされ、現在、市販されている標準品には、必ずその標準品の純度が添付されている。しかし、使用者に提供している標準品の物理化学的データとして、測定法や純度の算出方法等に関する情報が必ずしも提示されていない品目も少なくない。また、我が国では、一般的に、公的試験に標準品を用いるとき、根拠は別として何パーセント以上のものを用いるという規格が設けられており、その規格を満たす必要がある。しかし、メーカーにより標準品の純度が示され、また試験実施の際の規格も存在する傍らで、わが国での「純度」に関する指針等は未だ示されていない。そのため、純度を算出する方法はメーカーによって異なったり、メーカーが提示している方法と異なる手法で純度の確認を行った場合、メーカー提示の純度とは違った結果が得られる場合も生じる。本研究では、ポジティブリスト制導入に伴い、特に大幅に複数の手法を用いて多方面から、また同一条件で純度を測定した場合、表示との相違、メーカーによる純度の違いなどを客観的な比較を行う。

## A. 研究目的

平成9年から平成11年度の3年間に亘り、3社のメーカー（林純薬工業、関東化学、和光純薬工業）が市販している農薬標準品29種について品質評価試験を実施した。その結果、各メーカーが添付資料に提示している表示純度に対する含量比がHPLC及びGC法ともに2%以上かけ離れた値を示した標準品は、全29種のうち数種確認された。また、GC法により良好な結果を与えた標準品の中にも測定波長を変化させた時、標準品の含量比が著しく低下した標準品も数種確認され、通常の検査条件では確認できない、標準品と吸収スペクトルが異なる不純物質の存在が認められた。

上述のポジティブリスト制導入に伴い、残留農薬分析用の使用標準品が急増していることから、3社の試薬メーカーから新たに市販されている農薬標準品を中心に、再度、品質評価を目的に純度試験を行い、各メーカーの表示純度との相違、メーカー間での比較並びに不純物等の確認を行う。

## B. 研究方法

### B-1 被験物質

本年度は、パラチオンメチル、ビテルタノール、ピリミホスメチル、フェントロチオン、ペンディメタリン、メプロニル、プレチラクロール、ビフェントリン、ホサロンの9物質に対して研究を実施した。

### B-2 使用機器及び測定条件

#### 1) 使用機器

検出器の特性を考慮し、HPLC-紫外分光高度型検出器（UV）及び、GC-水素炎イオン化検出器（FID）を純度測定に用いることとした。また、HPLCに多波長検出器（PDA）を接続し、測定波長以外の波長で検出される不純物質の確認

を行った。

#### 2) 測定条件

##### GC-FID

注入モード：スプリットレス

注入口温度：300℃

カラム：キャピラリカラム 内径0.32mm、長さ30m、膜厚1.5μm

カラムオープン温度：180℃（1分）  
→10℃/分→300℃（17分）

キャリアガス：ヘリウム

流量：1.0mL/分

注入量：1μL

なお、昇温プログラム中に被験物質が溶出ししない等の場合は、必要に応じてキャリアガス流量を上げて対応した。

##### HPLC-UV

カラム：Wako Pak Navi C-18 内径4.6mm、長さ250mm  
カラム温度：40℃

移動相：10%アセトニトリル→90%アセトニトリルで20分かけてリニアグラジエント後、10分溶出。

流速：1.0mL/分

測定波長：各被験物質の極大波長及び200nm

注入量：20μL

多波長検出器：200-600nm

なお、このプログラミング中に被験物質が溶出ししない場合等は、90%アセトニトリルで溶出するまで流しその溶出時間から10分モニタリングする。また、測定極大波長は任意とし、必ずしもメーカーの測定波長とは一致しない。

### B-3 標準溶液の調製

#### 1) 標準品の秤取

0.1mg以下まで測定可能な精密天秤を使用し、マイクロ秤量ロート（ホウ珪酸ガラス製）に約100mgを精密に量りとる。

#### 2) 標準溶液（被験溶液）の調製

採取した標準品を各溶媒で100mL

容褐色メスフラスコに移し入れ、100 mLに定容し、1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 溶液を調製し、被験溶液とする。

通常、用いる溶解液は、GC測定用標準溶液では、アセトン、HPLC測定用標準溶液では、アセトニトリルとする。ただし、溶解できない場合には、その他の溶媒を用いて溶解性について検討する。

### 3) 低濃度溶液の調製

3社のうち任意に選択した1社の被験溶液1 mLをホールピペットで100 mL容褐色メスフラスコに取り、各溶媒で定容する。さらに、そこから1 mLをホールピペットで100 mL容褐色メスフラスコに取り、各溶媒で定容し、被験溶液の1万分の1の低濃度溶液(0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )を調整した。原則として、低濃度溶液はSN10程度を満たすこととし、それより小さい場合には、0.5、1、2  $\mu\text{g}/\text{mL}$ と順次濃度を上げていき、SN10程度を満たす濃度の溶液を低濃度溶液と定める。

## C. 試験操作

### C-1 測定濃度の決定

#### 1) 直線性の確認

3社のうち任意に選択した1社の被験溶液を適宜希釈し、10~1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ の溶液を調製して検量線を作成し、直線性を確認した。

#### 2) 直線性が取れない場合の標準溶液の再調製

10~1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ で直線性が取れない場合には、直線性の取れる範囲を確認し、直線性の取れる最も高い濃度の溶液を被験溶液とした。その場合、低濃度溶液は原則として被験溶液の1万分の1とし、SN10程度を満たすことが出来ないものについては、順次濃度を上げてSN10程度になる濃度を低濃度溶液とした。

### C-2 測定方法

#### 1) GCによる測定

低濃度溶液、3社の被験溶液の順で、それぞれ5回、GC-FIDによる測定を行った(表1)。被験溶液によるキャリアオーバーを事前に確認したがクロマトグラム上では見られなかったため、3社の被験物質の間以外は、溶媒のみによるブランクランは行わなかった。

#### 2) HPLCによる測定

低濃度溶液、3社の被験溶液の順で、それぞれ5回、HPLC-UV-PDAによる測定を行った(表1)。被験溶液によるキャリアオーバーを事前に確認したがクロマトグラム上では見られなかったため、3社の被験物質の間以外は、溶媒のみによるブランクランは行わなかった。

### C-3 試験結果の処理

#### 1) SN比の算出法

被験物質ピークの前後30秒に現れるノイズの最大値(E1)と最小値(E2)との幅の2/5をノイズ幅(N)とする。一方、ノイズの中央値(C)をベースラインとし、ベースラインのノイズを元にピークトップ(D)を決めて、この幅をピーク高さ(S)とする。

#### 2) 不純物質ピークの採否

各被験物質の低濃度溶液を5回繰り返し測定して得られたピーク面積の平均値を基準とし、それ以上の面積を有するピークを不純物として採用した。

#### 3) 含量の計算

各被験溶液(1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 溶液)又は直線性を示すまで希釈した溶液について得られた、HPLC及びGCのクロマトグラム上の被験物質及び不純物質ピークの総面積に対する被験物質面積比を求め、5回の平均値を被験物質の含量(%)とした。

#### 4) 含量比較

各標準品のHPLC及びGCによる測定より求められた含量と、各メーカーの純度表示値又は添付情報より得た標準品の純度表示値とを比較し、それらの表示値に対する含量比(%)を求めた(表2)。

#### C、D. 結果及び考察

純度及び各社の表示との比率を含量比として表2に示した。

各メーカーの純度表示値との比較においては、B社のピリミホスメチルがLC、GC分析の両者の結果において、表示値より2%以上下回った。また、GC分析結果のみで表示純度より著しく低い値を示したのは、3社とも、フェニトロチオン、ピリミホスメチル、ホサロンであった。LCにおいてのみ含量比が2%以上下回ったのは、A社、C社のビフェントリンであった。

フェニトロチオンのGC分析結果において含量比が3社ともに表示純度より著しく低い結果を示した要因としては、測定時の分解による影響が推測された。ちなみに、クロマト上の分解産物と思われるピークをあわせて含量を再算出すると、A社96.7%、B社94.4%、C社96.4%と幾分含量比が高くなるが、それでも各社の表示値に比しいずれも含量比は2%以上、下回る結果であった。また、同条件で測定しているにも関わらず、分解物の生成比率が各社で異なる事例も見られ、製造過程や精製法の違いや用いている原材料の違いと推測された。

メプロニル、プレチラクロール、ビフェントリン、ホサロンのHPLC測定については、今秋採用した各被験溶液の濃度では、ピークレスポンスの直線性のとれていない範囲なのであったことが判明したため、今回得られた含量は、正確さに欠ける可能性が高いため、再度検討が必要であると判断している。

#### E. 結論

本年度は、3大メーカーから販売されている残留農薬標準品、13種をターゲットとし、GC並びにLC分析法による純度比較試験を試み、メーカー表示の純度との比較並びに各社間の純度の違いについて調べた結果、残留農薬分析に用いる標準品の純度規格を満たしていない農薬として、フェニトロチオン、ピリミホスメチルおよびホサロンの3種が確認された。その他、GC分析において熱分解様相を呈する農薬あるいは今回の検討条件下ではLCの電気的レスポンスが過飽和な状態を呈したため、今後再測定が必要な農薬等もあり、今回の解析結果については、再分析するなどして精査し直す要素を含んでいる。平成18年度は、農薬各種の性状について十分吟味しながら、さらに新しい農薬種を加えて引き続き純度の検討を継続する予定である。

#### F. 健康危機情報

なし

#### G. 研究発表

##### 1. 論文発表

なし

##### 2. 学会発表

なし

#### H. 知的財産権の出願・登録状況(予定を含む)

##### 1. 特許取得

なし

##### 2. 実用新案登録

なし

##### 3. その他

なし

表1 HPLCおよびGC分析における測定条件(1)

標準品名	HPLC 法			
	カラム	測定波長(nm)	移動相	備考
パラチオンメチル	Wakopak Navi C18-5 4.6-250mm	276	10%アセトニトリル→90%アセトニトリル(20分リニアグラジエント後10分保持)	
ビテルタノール	Wakopak Navi C18-5 4.6-250mm	257	10%アセトニトリル→90%アセトニトリル(20分リニアグラジエント後11分保持)	
フェニトロチオン	Wakopak Navi C18-5 4.6-250mm	272	10%アセトニトリル→90%アセトニトリル(20分リニアグラジエント後12分保持)	
ピリミホスメチル	Wakopak Navi C18-5 4.6-250mm	249	10%アセトニトリル→90%アセトニトリル(20分リニアグラジエント後13分保持)	
ペンディメタリン	Wakopak Navi C18-5 4.6-250mm	238	10%アセトニトリル→90%アセトニトリル(20分リニアグラジエント後14分保持)	
メプロニル	Wakopak Navi C18-5 4.6-250mm	254	10%アセトニトリル→90%アセトニトリル(20分リニアグラジエント後15分保持)	
プレチラクロール	Wakopak Navi C18-5 4.6-250mm	215	10%アセトニトリル→90%アセトニトリル(20分リニアグラジエント後16分保持)	
ビフェントリン	Wakopak Navi C18-5 4.6-250mm	205	10%アセトニトリル→90%アセトニトリル(20分リニアグラジエント後17分保持)	
ホサロン	Wakopak Navi C18-5 4.6-250mm	238	10%アセトニトリル→90%アセトニトリル(20分リニアグラジエント後18分保持)	



表1 HPLCおよびGC分析における測定条件(2)

GC法			
カラム	カラム温度	注入口/検出器	備考
DB-5 内径0.32mm, 長さ30m, 膜圧1.5 $\mu$ m	180°C (1分) $\rightarrow$ 10°C/分 $\rightarrow$ 300°C (17分)	300°C/320°C	
DB-5 内径0.32mm, 長さ30m, 膜圧1.5 $\mu$ m	180°C (1分) $\rightarrow$ 10°C/分 $\rightarrow$ 300°C (18分)	300°C/320°C	
DB-5 内径0.32mm, 長さ30m, 膜圧1.5 $\mu$ m	180°C (1分) $\rightarrow$ 10°C/分 $\rightarrow$ 300°C (19分)	300°C/320°C	
DB-5 内径0.32mm, 長さ30m, 膜圧1.5 $\mu$ m	180°C (1分) $\rightarrow$ 10°C/分 $\rightarrow$ 300°C (20分)	300°C/320°C	
DB-5 内径0.32mm, 長さ30m, 膜圧1.5 $\mu$ m	180°C (1分) $\rightarrow$ 10°C/分 $\rightarrow$ 300°C (21分)	300°C/320°C	
DB-5 内径0.32mm, 長さ30m, 膜圧1.5 $\mu$ m	180°C (1分) $\rightarrow$ 10°C/分 $\rightarrow$ 300°C (21分)	300°C/320°C	
DB-5 内径0.32mm, 長さ30m, 膜圧1.5 $\mu$ m	180°C (1分) $\rightarrow$ 10°C/分 $\rightarrow$ 300°C (21分)	300°C/320°C	
DB-5 内径0.32mm, 長さ30m, 膜圧1.5 $\mu$ m	180°C (1分) $\rightarrow$ 10°C/分 $\rightarrow$ 300°C (21分)	300°C/320°C	
DB-5 内径0.32mm, 長さ30m, 膜圧1.5 $\mu$ m	180°C (1分) $\rightarrow$ 10°C/分 $\rightarrow$ 300°C (21分)	300°C/320°C	カラム流量を2.2ml/minとした

表2 HPLCおよびGC分析による3社メーカーの残留農薬標準品の純度並びに表示純度との比較

標準品名		A社		B社		C社	
		含量(%)	含量比(%)	含量(%)	含量比(%)	含量(%)	含量比(%)
パラチオンメチル	表示	98.5	—	99.8	—	99.9	—
	HPLC	99.6	101.2	99.8	100.0	99.6	99.7
	GC	99.2	100.7	99.2	99.4	99.1	99.2
ビテルタノール	表示	98.5	—	98.7	—	99.6	—
	HPLC	99.7	101.2	98.8	100.1	99.3	99.7
	GC	99.0	100.5	98.9	100.2	98.9	99.3
フェニトロチオン	表示	97.7	—	96.2	—	99.8	—
	HPLC	97.5	99.8	96.2	100.0	99.3	99.5
	GC	91.9	94.0	89.7	93.3	77.0	77.2
ピリミホスメチル	表示	98.5	—	99.9	—	100.0	—
	HPLC	98.5	100.0	94.6	94.7	99.4	99.4
	GC	90.8	92.2	92.3	92.4	92.4	92.4
ペンディメタリン	表示	99.3	—	98.4	—	99.3	—
	HPLC	99.2	99.9	98.5	100.1	99.2	99.9
	GC	98.9	99.6	98.1	99.7	99.0	99.7
メプロニル	表示	99.9	—	99.5	—	100.0	—
	HPLC	99.2	99.2	98.8	99.3	98.8	98.8
	GC	99.9	100.0	99.8	100.3	99.8	99.8
プレチラクロール	表示	99.6	—	97.4	—	99.7	—
	HPLC	99.2	99.6	97.2	99.7	99.3	99.6
	GC	99.3	99.7	97.7	100.3	99.4	99.7
ビフェントリン	表示	99.5	—	99.8	—	99.6	—
	HPLC	99.3	99.8	97.6	97.8	96.2	96.5
	GC	99.9	100.4	99.8	100.0	99.7	100.1
ホサロン	表示	99.7	—	99.3	—	99.3	—
	HPLC	99.3	99.6	98.4	99.1	98.0	98.7
	GC	96.7	97.0	96.5	97.2	96.4	97.1

厚生労働科学研究費補助金（食品の安心・安全確保推進研究事業）

「検査機関の信頼性確保に関する研究」

平成 17 年度

分担研究報告書

臭素系難燃剤による生体影響評価と分析法の精度評価に関する研究

分担研究者 中澤 裕之

検査機関の信頼性確保に関する研究

分担研究報告書

臭素系難燃剤による生体影響評価と分析法の精度評価に関する研究

主任研究者	遠藤 明	(財)食品薬品安全センター
分担研究者	中澤 裕之	星薬科大学 薬品分析化学教室
協力研究者	斉藤 貢一	星薬科大学 薬品分析化学教室
	伊藤 里恵	星薬科大学 薬品分析化学教室
	岩崎 雄介	星薬科大学 薬品分析化学教室
	大村 厚子	埼玉県衛生研究所 生体影響担当
	竹熊 美貴子	埼玉県衛生研究所 生体影響担当

研究要旨

臭素系難燃剤(BFRs)として多用されているポリブロモジフェニルエーテル(PBDEs)やテトラブロモビスフェノール A(TBBPA)について、生体影響を検討するため、培養脂肪細胞を用いて BFRs による影響を調べたところ、TBBPA において脂肪蓄積促進作用が認められた。このことから、TBBPA はインスリンに抵抗性を引き起こす可能性があり、近年増加傾向にある糖尿病との関連性についても検討課題となることが示唆された。

また、測定値の信頼性を評価するためには、操作の熟練度や使用器具の取り扱い方に起因する測定データのばらつきを考慮していく必要があることから、使用器具の種類と取り扱い方などに関する基礎的な精度管理問題について検討を行った。その結果、使用する器具による測定値のばらつき及び個々の試験者の技量の差に起因する測定値のばらつきが観察された。

A. 研究目的

近年、ポリブロモジフェニルエーテル(PBDEs)やテトラブロモビスフェノール A(TBBPA)のような臭素系難燃剤(BFRs)が家電製品等の電子機器類のプラスチックに添加されている。しかし BFRs の構造は毒性のある PCB に似ていることや、甲状腺ホルモンレベルや免疫機能の低下等、ヒトへの影響が報告されている。また、焼却の際に臭素化ダイオキシンを生成して新たな環境汚染を引き起こすことなどが懸念されている。こ

のため「特定有害物質の使用制限 (RoHS) 指令」によって、BFRs を含む電子機器類の生産が 2006 年 7 月以降原則禁止となるが、すでに BFRs が血液中に残留していることも報告されている。ダイオキシンや PCB と異なり、意図的に生産されている BFRs による環境汚染問題は重大な社会的関心事であるが、環境・食品・生体系における汚染実態調査は未だに十分とはいえない。特に我が国で BFRs として生産量・使用量が最も多い TBBPA については、内分泌かく乱作用が懸