

. 分担研究報告

課題4 . 検査部位の変更が残留農薬等の検査及び分析
結果に及ぼす影響と対処法の検討

研究分担者 根本 了

厚生労働科学研究費補助金(食品の安全確保推進研究事業)
平成 31 年度 分担研究報告書

食品や環境からの農薬等の摂取量の推計と国際標準を導入するための研究
課題 4. 検査部位の変更が残留農薬等の検査及び分析結果に及ぼす影響と対処法の検討

研究分担者 根本 了 国立医薬品食品衛生研究所 食品部第一室長

研究要旨

残留農薬等の検査における国内の現行の検査部位の一部は、国際基準である CODEX 基準と一致していない。検査部位の不一致は輸出入の際の係争の原因となるため、国際基準と整合を図る必要がある。国際基準の検査部位を採用した場合、現行の検査部位とは試料マトリックス等が異なるため、現行の試験操作や試料採取に影響を及ぼす可能性がある。

本研究では、国際基準の検査部位を採用した際に起こり得る問題点の把握とその対処法を提案することを目的として、令和元年度(2019 年度)は調製試料の均質性に及ぼす影響について検討した。検査部位変更前後の試料を調製し、調製試料の状態や粒子の大きさなどを比較、考察した。その結果、種子や果皮等が含まれることにより変更前の検査部位とは若干均質性が異なるものの、調製試料のほとんどは微細な粒子まで粉碎されており、特定部位の沈殿等もないことから、種々の試料調製機を用いて均質な調製試料が得られるものと考えられた。

研究協力者

坂井隆敏(国立医薬品食品衛生研究所
食品部主任研究官)

菊地博之(国立医薬品食品衛生研究所
食品部主任研究官)

志田(齊藤)静夏(国立医薬品食品衛生研究所
食品部主任研究官)

A. 研究目的

国内の残留農薬等の検査における検査部位は『食品、添加物等の規格基準(昭和 34 年厚生省告示第 370 号)』に規定されているが、一部の食品は CODEX 基準と一致していない。検査部位の不一致は輸出入の際に係争の原因となるため、国際的な整合性を図る必要がある。CODEX 基準の検査部位を採用した場合、現行の検査部位とは試料マトリックス等が異なるため、

試験操作や分析結果に影響を及ぼす可能性がある。そのため、検査部位の変更の影響の有無や程度を明らかにするとともに対処法について提案する必要がある。

そこで本研究では、検査機関における変更後の検査部位の円滑な導入及び運用を目的として、検査部位変更前後の試料を調製し、調製試料の状態や添加回収試験結果等を比較することにより、検査部位の変更によって起こり得る検査への影響や問題点を把握するとともに、それらの対処法について提案する。

研究初年度である令和元年度(2019 年度)は、検討対象食品について検査部位変更前後の試料を調製し、調製した試料の状態や粒子の大きさなどを比較、考察することにより、検査部位の変更が調製試料の均質性に及ぼす影響について検討した。

B. 研究方法

検討対象食品

検討対象食品として、検査部位が変更される食品のうち、みかん、メロン、キウイ、すいか及びももを選択した。

試料調製機

以下に、本研究で使用した市販の試料調製機を示した。

試料調製機 A : Braun 社製 Multiquick 7

試料調製機 B : FMI 社製 robot coupe
R-4V.V.B

試料調製機 C : Blendtec 社製 EZ blender
EZM-2J

試料の均質性の検討

各試料調製機を使用した常温磨砕により、各検討対象食品について、変更前(現行の国内の検査部位、原則として可食部位)及び変更後(CODEXにおける検査部位、種や果皮等を含む)の試料を調製した。なお、変更後の「もも」の調製については、種子を鎚等で粗く粉砕した後、果皮及び果肉部分と合わせ、試料調製機に供した。調製した各試料について、目視により果肉、果皮、種子などの状態を確認した。

次に、調製した試料を標準網ふるいに供し、ふるいを通過する重量や調製試料の状態などを指標として、均質性への影響の有無や程度を調査した。すなわち、2.0 mm、1.4 mm、1.0 mm、0.71 mm 及び 0.5 mm の標準網ふるいを上から順に重ね、調製した各試料 100 g を 2.0 mm の標準網ふるいに乗せた。標準網ふるいを重ねたまま、上から緩やかに水を流し、各標準網ふるいを通過させた。約 60 に設定した乾燥機に各標準網ふるいを入れて水分を除いた後、各標準網ふるい上の試料の重量(乾燥重量)を測定した。

また、各標準網ふるい上の試料の状態等について目視により確認した。

C. 研究結果及び考察

調製試料の状態について

-1 みかん

変更前の検査部位については、使用する試料調製機に依らず、比較的均質な液状の調製試料が得られた。変更後の検査部位については、外果皮が含まれることにより流動性の少ない調製試料が得られたが、均質性は良好と判断された。

-2 メロン

変更前の検査部位について、果肉部分は均質な液状の調製試料が得られた。試料調製機 A 及び試料調製機 B を用いた場合、種子はほぼ原形を留めた状態で容器底部に沈殿した。試料調製機 C を用いた場合には、種子も細かく粉砕され、調製試料中に比較的均質に分散した。変更後の検査部位については、果皮が含まれることで調製試料の流動性が少なくなったためと推察されるが、試料調製機 A 及び試料調製機 B を用いた場合でも種子をある程度粉砕可能であり、比較的均質な調製試料が得られた。

-3 キウイ

変更前の検査部位については、果肉部分は流動性の少ない均質な調製試料が得られた。試料調製機 A 及び試料調製機 B を用いた場合には、種子は原形を留めた状態で調製試料中に均質に分散した。試料調製機 C を用いた場合には、種子も粉砕可能であった。変更後の検査部位については、目視で確認できる程度の大きさの果皮が調製試料中に分散し、その大きさは概ね試料調製機 A > 試料調製機 B > 試料調製機 C の順であった。種子については、試料調製機 A

では変更前の検査部位と同様に粉碎されず、試料調製機 B では変更前の検査部位よりも若干粉碎され易くなることが確認された。

-4 すいか

変更前の検査部位については、使用する試料調製機に依らず、果肉部分は均質な液状の調製試料が得られた。試料調製機 A 及び試料調製機 B を用いた場合には、種子はほぼ原形を留めた状態で容器底部に沈殿した。試料調製機 C を用いた場合には、種子も細かく粉碎された。変更後の検査部位については、果皮が含まれることで調製試料の流動性が少なくなり、試料調製機 A 及び試料調製機 B を用いた場合でも種子をある程度粉碎可能であった。

-5 もも

変更前の検査部位については、使用する試料調製機に依らず、流動性の少ない均質な調製試料が得られた。変更後の検査部位については、目視で確認できる程度の大きさの果皮が調製試料中に分散し、その大きさは概ね試料調製機 A >試料調製機 B >試料調製機 C の順であった。また、種子については、予め鎚等で粗く粉碎したものを試料調製機に供することである程度細かく粉碎可能であったが、一回の処理で刃こぼれが生じた。

調製試料中の粒子の大きさについて

検査部位変更前後の調製試料を各目開きの標準網ふるいに供し、各ふるいを通過しなかった調製試料の重量を測定し、調製試料中の粒子の分布を調査した。また、各ふるいを通過しなかった調製試料の部位等を目視により確認した。結果を表 1 及び図 1 に示した。

-1 みかん

検査部位の変更に伴い、標準網ふるいを通過しない粒子が増加する傾向が確認された。しかし

ながら、検査部位変更後の調製試料における各ふるい上の粒子の重量は、供試した調製試料 (100 g) の 0.6% 未満であり、0.5 mm より大きな粒子の重量 (各ふるい上の粒子の重量の合計) は、最大であった試料調製機 A においても 2% 程度であった。これらの結果から、検査部位変更後の調製試料のほとんどが 0.5 mm 未満の微細な粒子であり、調製試料の均質性にほとんど影響はないものと推察された。

なお、標準網ふるいを通過しなかった粒子は、変更前の検査部位では瓢囊、変更後の検査部位では瓢囊及び油胞がほとんどであった。

-2 メロン

検査部位の変更に伴い、標準網ふるいを通過しない粒子が増加する傾向が確認された。しかしながら、検査部位変更後の調製試料における各ふるい上の粒子の重量は、供試した調製試料 (100 g) の 2% 未満であり、0.5 mm より大きな粒子の重量 (各ふるい上の粒子の重量の合計) は、最大であった試料調製機 A においても 4% 未満であった。これらの結果から、検査部位変更後の調製試料のほとんどが 0.5 mm 未満の微細な粒子であり、調製試料の均質性にはほとんど影響はないものと推察された。

なお、標準網ふるいを通過しなかった粒子は、変更前の検査部位では種子 (種皮及び胚乳等)、変更後の検査部位では種子 (種皮及び胚乳等) 及び果皮がほとんどであった。

-3 キウイ

検査部位の変更に伴い、若干ではあるが標準網ふるいを通過しない粒子が増加する傾向が確認された。検査部位変更後の調製試料における各ふるい上の粒子の重量は、供試した調製試料 (100 g) の 3% 未満であり、0.5 mm よりも大きな粒子の重量 (各ふるい上の粒子の重量の合計) は、

最大であった試料調製機 B においても 4% 未満であった。これらの結果から、検査部位変更後の調製試料のほとんどが 0.5 mm 未満の微細な粒子であり、調製試料の均質性にはほとんど影響はないものと推察された。

なお、標準網ふるいを通過しなかった粒子は、変更前の検査部位では種子及び果肉、変更後の検査部位では果皮、種子及び果肉がほとんどであった。

-4 すいか

検査部位の変更に伴い、試料調製機 C を除き、標準網ふるいを通過しない粒子が増加する傾向が確認された。検査部位変更後の調製試料における各ふるい上の粒子の重量は、供試した調製試料(100 g)の 0.4% 未満であり、0.5 mm よりも大きな粒子の重量(各ふるい上の粒子の重量の合計)は、最大であった試料調製機 B においても 1% 未満であった。これらの結果から、検査部位変更後の調製試料のほとんどが 0.5 mm 未満の微細な粒子であり、調製試料の均質性にはほとんど影響はないものと推察された。

なお、標準網ふるいを通過しなかった粒子は、変更前の検査部位では種子及び種皮、変更後の検査部位では果皮、種子及び種皮がほとんどであった。

-5 もも

検査部位の変更に伴い、標準網ふるいを通過しない粒子が増加する傾向が確認された。しかしながら、検査部位変更後の調製試料における各ふるい上の粒子の重量は、供試した調製試料(100 g)の 1.5% 未満であり、0.5 mm より大きな粒子の重量(各ふるい上の粒子の重量の合計)は、最大であった試料調製機 B においても 2% 未満であった。これらの結果から、検査部位変更後の調製試料のほとんどが 0.5 mm 未満の微細な

粒子であり、調製試料の均質性にはほとんど影響はないものと推察された。

なお、標準網ふるいを通過しなかった粒子は、変更前の検査部位では果肉中の繊維、変更後の検査部位では種皮、果皮及び果肉中の繊維がほとんどであった。

以上のように、検査部位が変更される食品と使用する試料調製機の組み合わせによっては、変更後の検査部位において調製試料中の粒子が大きくなる傾向が確認されたものの、0.5 mm 以上の大きさの粒子の量は調製試料の 5% 未満であり、ほとんどは 0.5 mm 未満の微細な粒子に粉碎されていることが確認された。また、検査部位変更後の調製試料の状態については、種子や果皮、果肉等の各部位が均質に分散し、特定の部位の沈殿や分離は確認されなかった。

これらの結果から、検査部位の変更、すなわち国際基準の検査部位を採用した場合には、種子や果皮等が含まれることにより変更前の検査部位とは若干均質性が異なるものの、調製試料のほとんどは微細な粒子まで粉碎されており、特定部位の沈殿等もないことから、種々の試料調製機を用いて均質な調製試料が得られるものと考えられた。

D. 結論

国内の残留農薬等の検査において国際的に採用されている検査部位を導入することは、輸出入の際の係争を回避する点から非常に重要である。この導入に伴う検査部位変更が、試料調製や試験操作、検査結果に及ぼす影響を明らかにするとともに、問題点への対処法を提案することにより、検査部位変更後の国内及び輸出入における残留農薬等の検査及び基準値判

定の円滑な対応が可能となる。

研究初年度である令和元年度(2019 年度)は、検討対象食品について検査部位変更前後の試料を調製し、調製した試料の状態や粒子の大きさなどを比較、考察することにより、検査部位の変更が調製試料の均質性に及ぼす影響について検討した。その結果、種子や果皮等が含まれることにより変更前の検査部位とは若干均質性が異なるものの、調製試料のほとんどは微細な粒子まで粉碎されており、特定部位の沈殿等もないことから、種々の試料調製機を用いて均質な調製試料が得られるものと考えられた。

2020 年度は、検査部位の変更に伴い調製試

料中に含まれる果皮や種子等のマトリックスが分析値に及ぼす影響の有無や程度について調査する予定である。

E. 研究発表

1. 論文発表

なし

2. 学会発表

なし

F. 知的財産権の出願・登録状況

なし

表 1 調製試料中の粒子の大きさと重量

	粒子の大きさ	重量(g)					
		試料調製機A		試料調製機B		試料調製機C	
		変更前	変更後	変更前	変更後	変更前	変更後
みかん	2.0 mm <	0.31	0.28	0.56	0.02	0.02	0.02
	1.4 mm - 2.0 mm	0.09	0.42	0.11	0.07	0.02	0.02
	1.0 mm - 1.4 mm	0.03	0.44	0.08	0.26	0.02	0.03
	0.71 mm - 1.0 mm	0.09	0.55	0.08	0.53	0.04	0.12
	0.5 mm - 0.71 mm	0.04	0.39	0.08	0.41	0.07	0.42
メロン	2.0 mm <	0.66	0.35	0.44	0.28	0	0
	1.4 mm - 2.0 mm	0.32	0.34	0.16	0.06	0	0
	1.0 mm - 1.4 mm	0.24	0.98	0.10	0.23	0.03	0.03
	0.71 mm - 1.0 mm	0.31	1.55	0.16	0.97	0.18	0.32
	0.5 mm - 0.71 mm	0.25	0.28	0.12	0.26	0.17	0.32
キウイ	2.0 mm <	0.01	0.59	0.03	0.01	0	0
	1.4 mm - 2.0 mm	0.27	0.47	0.24	0.30	0	0
	1.0 mm - 1.4 mm	1.86	1.61	1.84	2.54	0	0.03
	0.71 mm - 1.0 mm	0.07	0.14	0.12	0.48	0.03	0.19
	0.5 mm - 0.71 mm	0.08	0.09	0.11	0.29	0.05	0.31
すいか	2.0 mm <	0.20	0.06	0.33	0.07	0	0
	1.4 mm - 2.0 mm	0	0.12	0	0.11	0	0
	1.0 mm - 1.4 mm	0	0.27	0	0.15	0.05	0
	0.71 mm - 1.0 mm	0	0.20	0	0.25	0.05	0.02
	0.5 mm - 0.71 mm	0.02	0.08	0.02	0.28	0.16	0.03
もも	2.0 mm <	0	0.41	0	1.35	0	0.02
	1.4 mm - 2.0 mm	0	0.18	0	0.23	0	0.30
	1.0 mm - 1.4 mm	0.02	0.22	0	0.16	0	0.41
	0.71 mm - 1.0 mm	0.11	0.18	0	0.13	0	0.36
	0.5 mm - 0.71 mm	0.10	0.16	0.01	0.11	0	0.27

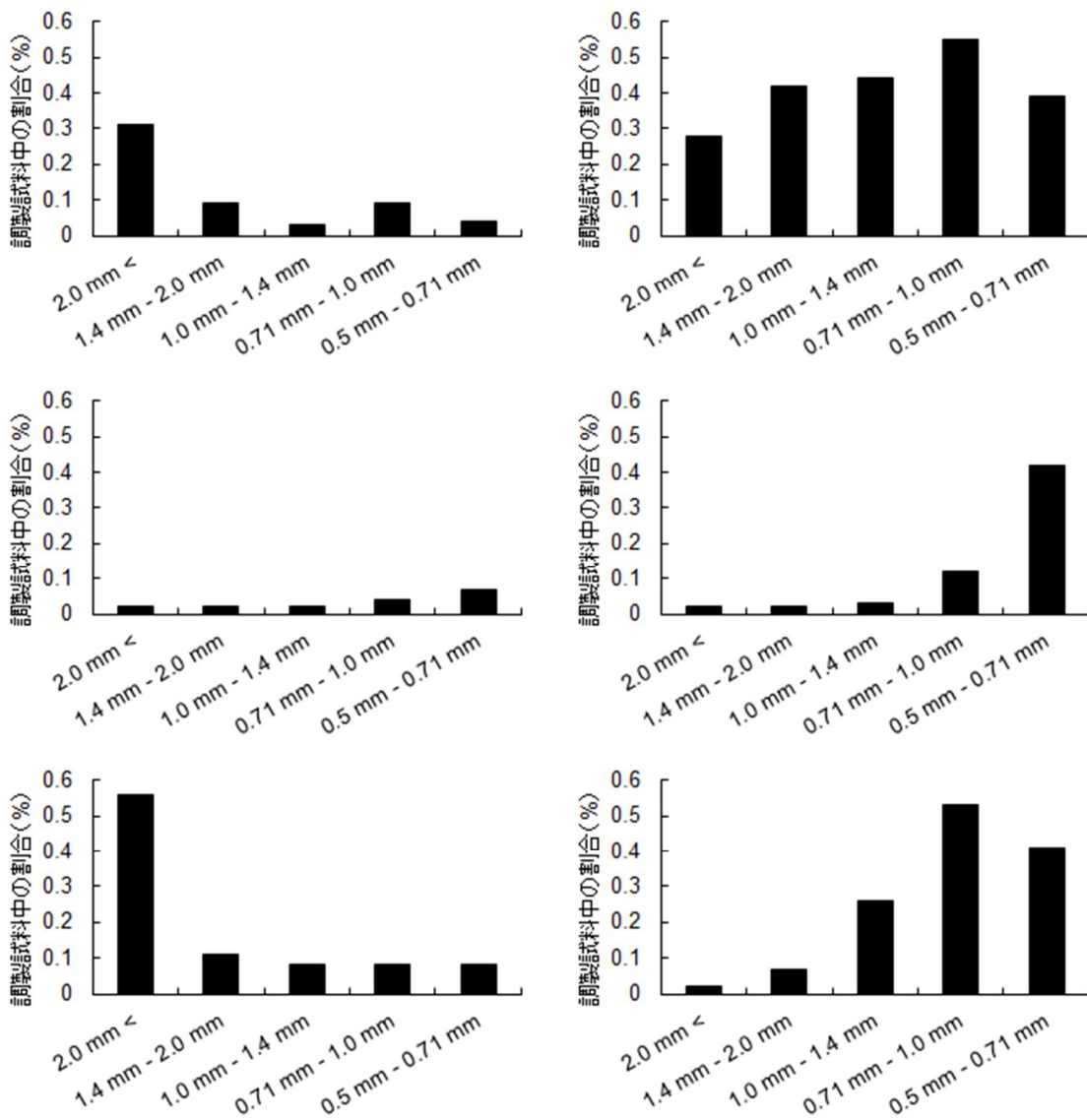


図 1-1 みかんにおける調製試料中の粒子の割合

左列: 検査部位変更前、右列: 検査部位変更後

上段: 試料調製機 A、中段: 試料調製機 B、下段: 試料調製機 C

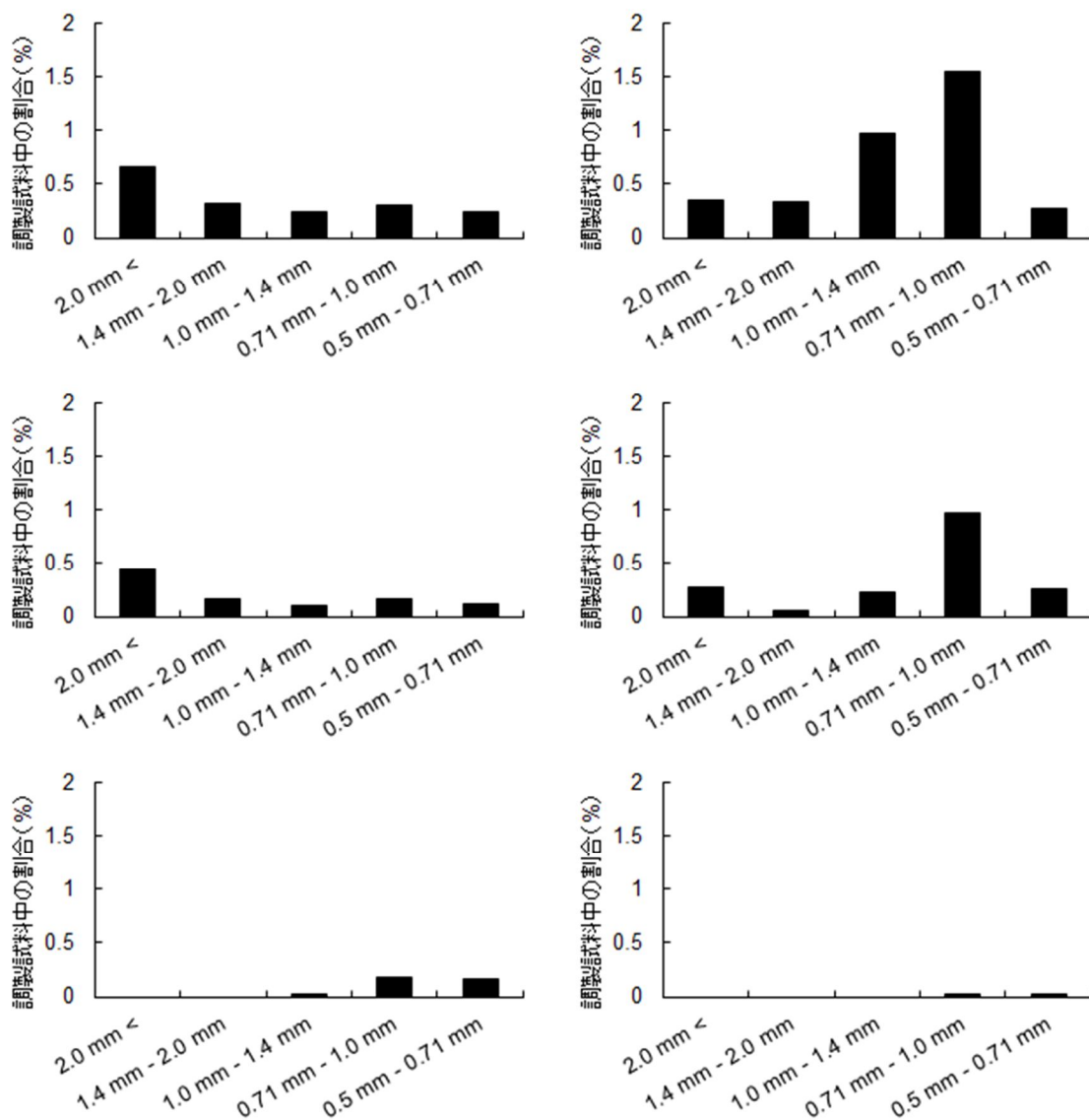


図 1-2 メロンにおける調製試料中の粒子の割合

左列:検査部位変更前、右列:検査部位変更後

上段:試料調製機 A、中段:試料調製機 B、下段:試料調製機 C

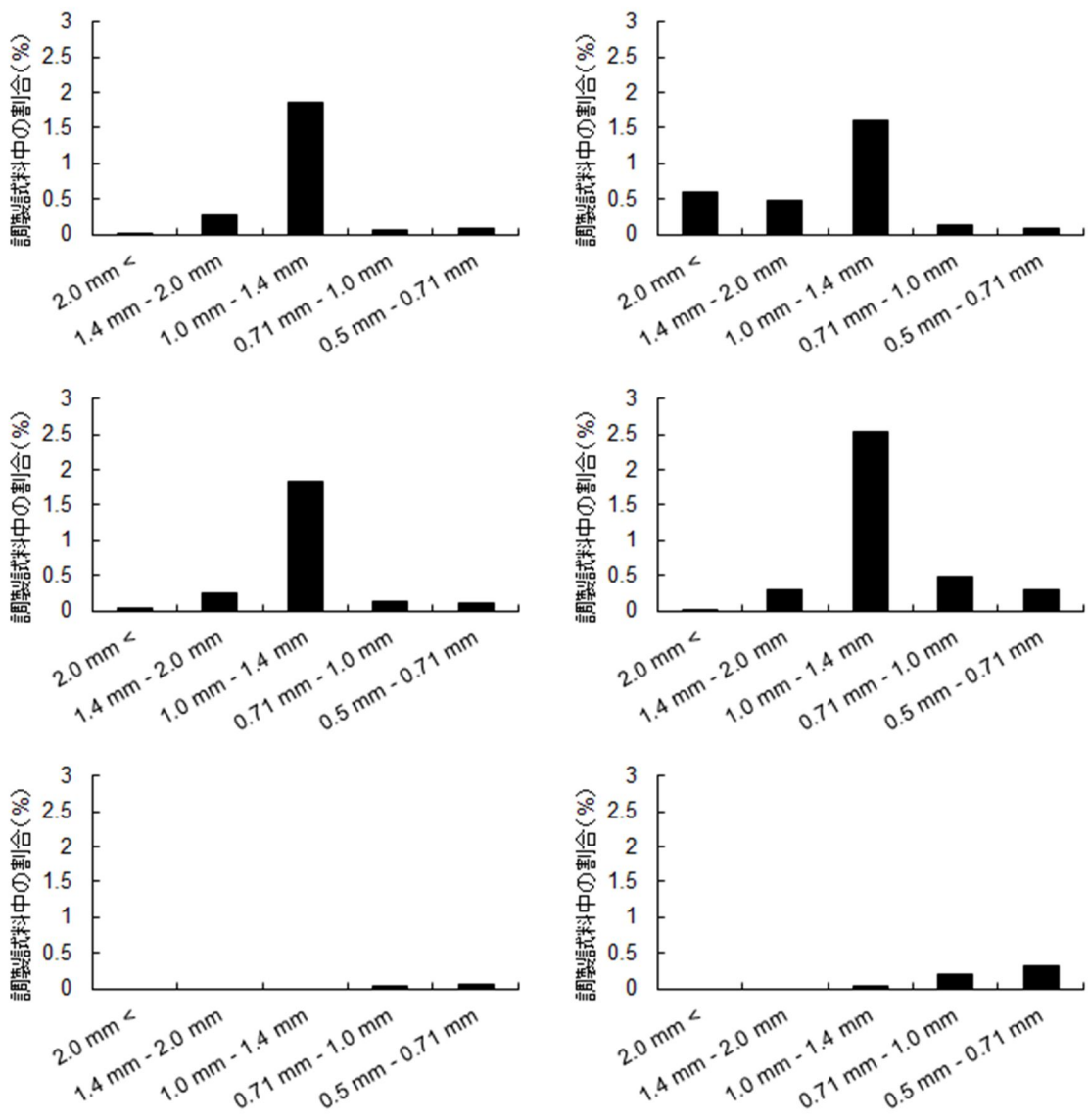


図 1-3 キウィーにおける調製試料中の粒子の割合
 左列:検査部位変更前、右列:検査部位変更後
 上段:試料調製機 A、中段:試料調製機 B、下段:試料調製機 C

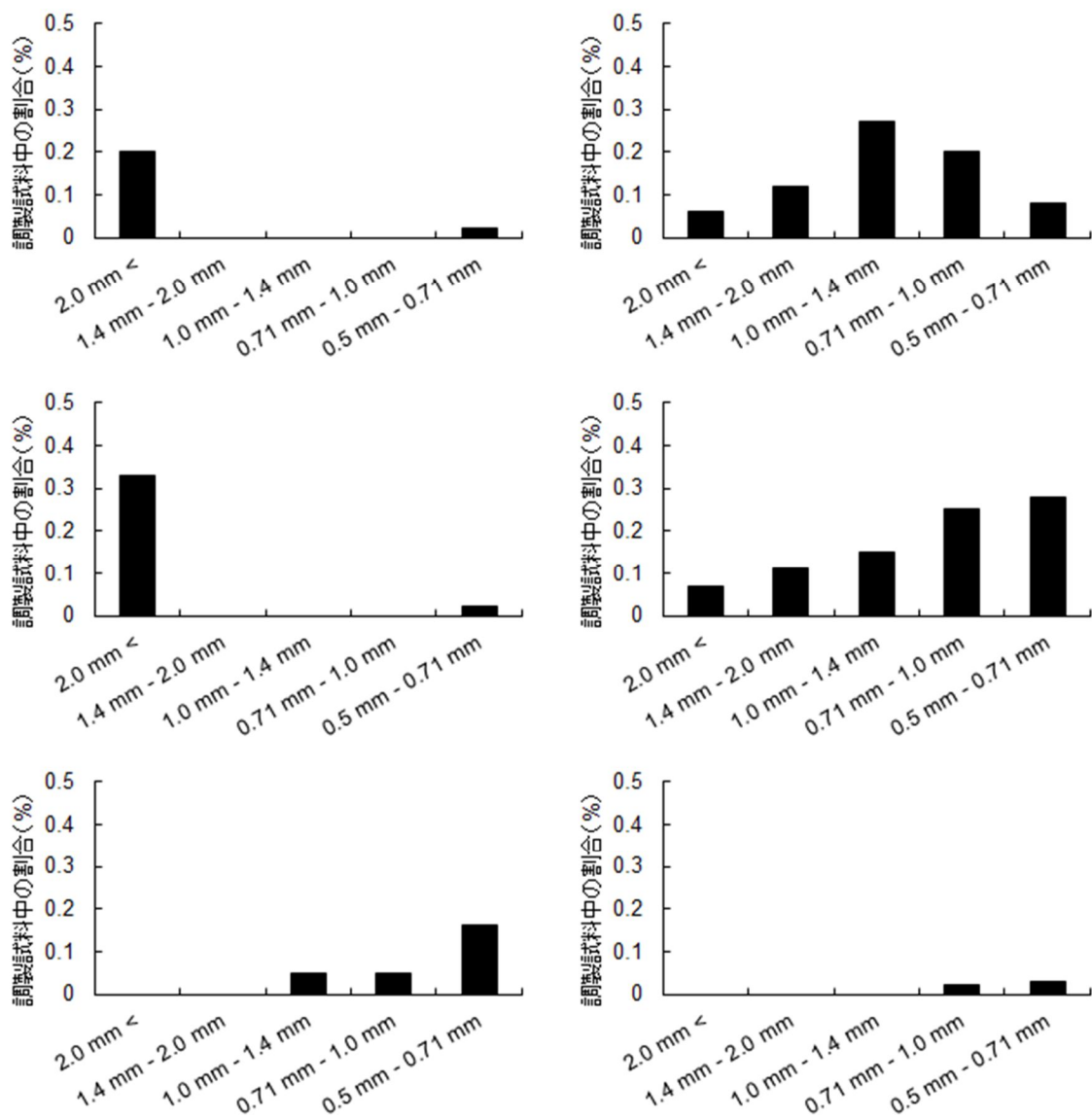


図 1-4 すいかにおける調製試料中の粒子の割合

左列:検査部位変更前、右列:検査部位変更後

上段:試料調製機 A、中段:試料調製機 B、下段:試料調製機 C

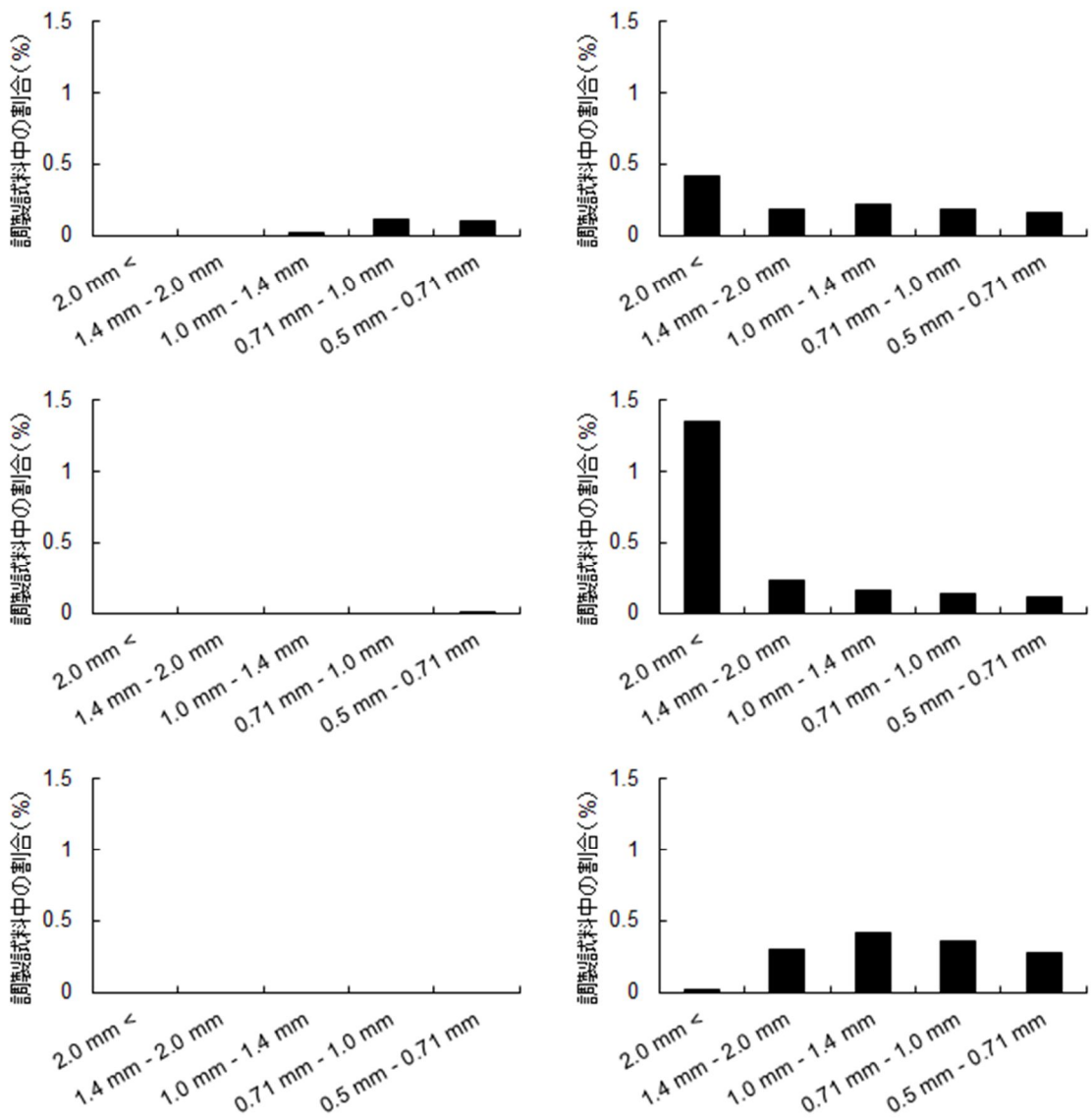


図 1-5 ももにおける調製試料中の粒子の割合

左列:検査部位変更前、右列:検査部位変更後

上段:試料調製機 A、中段:試料調製機 B、下段:試料調製機 C