

Ⅱ．分担研究報告

令和6年度 食品衛生基準科学研究費補助金（食品安全科学研究事業）

分担研究報告書

課題1. 有害化学物質の分析法開発及び汚染実態調査

研究分担者 志田（齊藤）静夏 国立医薬品食品衛生研究所 食品部

研究要旨

国内に流通する食用昆虫に含まれる有害化学物質の汚染実態を把握することを目的に、有害元素及び農薬について以下の検討を行った。

[1]有害元素

カドミウム、ヒ素及び鉛はマイクロ波分解/ICP-MS 法、水銀は加熱気化型水銀分析計による総水銀分析法の性能評価試験を実施した後、国内に流通する食用昆虫 63 検体の汚染実態調査を行った。その結果、カドミウムは 47 検体で定量限界 (0.01 ppm) 以上検出され、中央値 0.02 ppm、最大値 6.88 ppm (スジアカクマゼミの幼虫: 乾燥品)、ヒ素は 59 検体で定量限界 (0.01 ppm) 以上検出され、中央値 0.07 ppm、最大値 17.45 ppm (カブトムシの成虫: 乾燥品)、鉛は 57 検体で定量限界 (0.01 ppm) 以上検出され、中央値 0.05 ppm、最大値 13.56 ppm (黒アリの卵: 乾燥品)、水銀は 56 検体で定量限界 (0.001 ppm) 以上検出され、中央値 0.004 ppm、最大値 0.963 ppm (カブトムシの成虫: 乾燥品) となり、一部の検体で高値を示した。ヒ素及び水銀は、化学形態により毒性が異なるため、高値を示した検体については化学形態別分析が必要であると考えられた。また、昆虫表面に有害元素を含む土壌粒子等が付着している可能性も否定できないため、今後、有害元素の分布や洗浄を十分に行った場合の低減効果などについて調査が必要と考えられた。

[2]農薬

昨年度確立した LC-MS/MS 及び GC-MS/MS を用いた農薬一斉分析法について、0.005 ppm で妥当性を確認した。その結果、マトリックス検量線法で定量した場合、検討対象農薬 (285 化合物) の 9 割以上で妥当性評価ガイドラインの目標値を満たした。確立した分析法を用いて国内に流通する食用昆虫 50 検体の汚染実態調査を行った。その結果、9 検体から定量限界 (一部の農薬を除き 0.005 ppm) 以上の農薬 (延べ 20 農薬) が検出された。このうち、カイコ (さなぎ) 3 検体及び黒アリ (卵) 1 検体において 0.01 ppm を超える農薬 (延べ 6 農薬) が検出された。ただし、いずれの検体も乾燥品であり、原材料の水分含量や加工方法等が不明であったため、一律基準を超過しているか否かについては判定できなかった。

研究協力者

鈴木美成 (国立医薬品食品衛生研究所食品部第四室長)

鍋師裕美 (国立医薬品食品衛生研究所食品部第二室長)

堤 智昭 (国立医薬品食品衛生研究所食品部長)

齋藤真希 (国立医薬品食品衛生研究所食品部非常勤職員)

A. 研究目的

近年、世界的な人口増加に伴い、従来の畜産業及び水産業のみでは、持続的に十分なタンパク質を供給することが困難になると予測されている。

このような状況下、昆虫は栄養価、生産効率及び環境負荷の各観点から、持続可能な代替タンパク源として注目を集めている。昆虫は一般にタンパク質含有量が高く、必須アミノ酸や、鉄、カルシウム、亜鉛などのミネラルを豊富に含み、高い栄養価を有するとされる。また、繁殖サイクルが短く、天候の影響を受けにくいから、安定した大量生産が可能である。さらに、家畜と比較して温室効果ガス及び水資源の使用量が少ないことから、環境負荷の低減にも寄与すると考えられている。

一方で、昆虫食の安全性に関する科学的知見は、未だ十分に蓄積されていない。国際連合食糧農業機関（FAO）の報告書「Looking at Edible Insects from a Food Safety Perspective」（2021 年）では、昆虫の養殖及び加工過程において適切な管理が行われない場合、有害化学物質及び微生物による汚染リスクが高まることが指摘されている。昆虫の飼育では、食品廃棄物及び農業廃棄物が飼料として利用される場合があり、飼料が汚染されていた場合には、有害物質が昆虫体内に蓄積する可能性が懸念される。また、昆虫は牛や豚とは異なり、丸ごと摂取されるため、収穫後に有害物質を除去することが困難であり、消費者が昆虫に蓄積した有害物質を直接摂取するリスクが高いと考えられる。

このような背景から、欧州連合（EU）をはじめとする諸外国では、昆虫食の安全性に関する評価や規制整備が進められている。しかしながら、我が国においては、国内に流通する食用昆虫製品に関する調査研究が極めて限られており、安全性に関する科学的データの蓄積が急務となっている。

以上を踏まえ、本研究では、日本国内に流通する食用昆虫製品を対象に、有害化学物質、すなわち有害元素、農薬及びダイオキシン類による汚染実態を明らかにすることを目的とする。昨年度は、

食用昆虫に含まれる有害元素、農薬及びダイオキシン類の分析法を確立した。本年度は、確立した分析法の性能評価を行うとともに、国内流通製品における有害元素及び農薬の汚染実態調査を実施した。

B. 研究方法

[1] 検体

有害元素の実態調査ではインターネットを介して購入した国内流通製品 63 検体（昨年度用いた検体を含む）を用いた（表 1）。農薬の実態調査ではインターネットを介して購入した国内流通製品 50 検体（昨年度用いた検体を含む）を用いた（表 2）。

[2] 試料調製

パウダー状の製品はよく混合後、そのまま分析に用いた。その他の検体は有姿状態で販売されていたため、粉碎装置 GM200（Verder Scientific 製）及び GM300（Verder Scientific 製）を用いて試料調製（均質化）したものを分析に用いた。なお、回転刃はチタンコーティングされたもの、容器はポリカーボネート製のものを使用した。調製した試料は分析まで -30℃ で保管した。

[3] 有害元素分析

I. カドミウム、ヒ素及び鉛

カドミウム（Cd）、ヒ素（As）及び鉛（Pb）の分析は以下のように行った。なお、内部標準元素にはインジウム（In）及びタリウム（Tl）を用いた。

1. 試薬及び試液

超純水は、Milli Q Element A10（Merck 製）により製造したもの（比抵抗 18.2 MΩ・cm）を使用した。硝酸（1.42、Ultrapur-100）、過酸化水素水（Ultrapure）は関東化学製を用いた。

混合標準溶液は SPEX CertiPrep 社製 XSTC-622 (10 mg/L) を使用した。インジウム (In) 及びタリウム (Tl) の標準原液はシグマアルドリッチ製 Trace CERT ICP 用を用いた。

インジウム (In) 及びタリウム (Tl) 混合内部標準溶液は、インジウム及びタリウムの濃度がそれぞれ 10 及び 0.5 µg/L になるように、各標準原液から適量分取し、硝酸 20 mL を加えた後、水で 200 mL に定容したものを用いた。

2. 装置

マイクロ波試料前処理装置は ETHOS One 及び ETHOS-TC (いずれも Milestone 製) を使用した。ICP-MS 装置は iCAP Q (Thermo Fisher Scientific 社製) を使用した。

3. 分析法

分解条件①: 分析用試料 0.5 g を石英製分解容器に量り採り、硝酸 5 mL 及び過酸化水素水 2 mL を加えた。これを、水 5 mL 及び過酸化水素水 2 mL を加えた TFM (変性ポリテトラフルオロエチレン) 製分解容器に入れ、マイクロ波試料前処理装置により分解した。加熱は以下のように行った。70°C まで 2 分間で昇温後、50°C まで 1 分間で降温し、その後 200°C まで 20 分間で昇温して 200°C で 10 分間保持した (総分解時間: 33 分間)

分解条件②: 分解条件①では分解が不十分であった試料 (表 1 の 3, 4, 5, 7, 8, 24, 27, 30, 38, 39, 45, 49, 51, 57, 60, 61, 62, 63) について、次のように行った。分析用試料 0.5 g を石英製分解容器に量り採り、硝酸 7 mL を加えた。これを、水 5 mL 及び過酸化水素水 2 mL を加えた TFM (変性ポリテトラフルオロエチレン) 製分解容器に入れ、マイクロ波試料前処理装置により分解した。分解は以下の加熱を 2 回繰り返した。70°C まで 2 分間で昇温後、50°C まで 1 分間で降温し、その後 240°C まで 20 分間で昇温して 240°C で 10 分間保持した (総分

解時間: 33 分間)。

分解後の溶液に混合内部標準溶液 0.5 mL を添加後、水で 50 mL に定容し、ICP-MS を用いて測定した。なお、分解容器を開封して希釈する作業は HEPA (High Efficiency Particulate Air) フィルターを搭載したクリーンブース [集塵効率 (0.3 µm 粒子): 99.97% 以上] 内で行った。

ICP-MS の測定条件は以下の通りである。なお、ICP-MS 測定に係る非金属製の容器・器具は約 5 mol/L の硝酸に 1 日以上浸漬させた後、超純水でよくすすぎ、HEPA フィルター搭載のクリーンブース内で乾燥させたものを用いた。

スプレーチャンバー: サイクロン型

コリジョンガス: ヘリウム (99.9999%)、4.9

mL/min

測定モード: KED (Kinetic Energy

Discrimination: 運動エネルギー弁別) モード

積分時間 (s): 0.1 (Cd、Pb、Tl) 0.3 (As、In)

チャンネル数: 1

スペース (u): 0.1

掃引数 (回): 10

繰り返し回数: 3 回

分析対象元素の測定質量電荷比 ^{75}As 、 ^{111}Cd 、 ^{208}Pb

内部標準元素の測定質量電荷比 ^{115}In (Cd、As)、 ^{205}Tl (Pb)

4. 性能評価

添加濃度 0.01 ppm で分析法の性能を評価した。ヒ素及び鉛はイエバエ (さなぎ: 冷凍品)、カドミウムはオオスズメバチ (さなぎ: 冷凍品) を用いた。無添加試料及び添加試料を 1 日 2 併行、5 日間分析し、各性能パラメータを求めた。なお、用いた試料に各元素が含まれていたため (定量限界未満)、無添加試料から得られた測定値の平均値を、対応する各添加試料から得られた測定値から差し引き、

測定結果を算出した。

II. 水銀

1. 試薬及び試液

硝酸(1.42, Ultrapur-100)及び L-システインはナカライテクス製を用いた。超純水は Milli Q Element A10 (Merck 製)により製造したもの(比抵抗 18.2 MΩ·cm)を使用した。原子吸光分析用 1000 mg/L 水銀標準原液は関東化学製のものを用いた。

100 mg/L L-システイン溶液は、L-システイン 100 mg を量り採り、水 800 mL 及び硝酸 2 mL を加え溶解後、水で 1000 mL に定容して調製した。

2. 分析法

水銀は加熱気化型水銀分析計 MA-3000(日本インスツルメンツ製)を用いて測定した。試料 100 mg をセラミック製サンプルボード(日本インスツルメンツ製)に精密に量り採り、測定に供した。水銀濃度が 0.01 ppm 未満の試料及び標準溶液の測定には低濃度用の吸光セル、0.01 ppm 以上の測定には高濃度用の吸光セルを用いた。試料は 150℃で 1 分乾燥後、250℃で 10 分間加熱し、さらに 800℃で 2 分間加熱した。検量線用標準溶液は 150℃で 1 分乾燥後、800℃で 2 分間加熱した。なお、サンプルボードは、約 5 mol/L 硝酸に 12 時間以上浸漬した後、水でよくすすぎ、使用する直前に 750℃で 3 時間加熱した。冷却後、加熱気化型水銀分析計により 850℃で 4 分間再加熱したものを使用した。

検量線用標準溶液は、水銀標準原液を 100 mg/L L-システイン溶液で適宜希釈して調製した。各検量線用標準溶液中の水銀量は、検体の濃度に応じて 0.025～5 ng、0.5～30 ng、10～70 ng、50～150 ng の 5～10 点とした。

3. 性能評価

添加濃度 0.001 及び 1 ppm で分析法の性能を

評価した。無添加試料及び添加試料を 1 日 2 併行、5 日間分析し、各性能パラメータを求めた。添加濃度 0.001 ppm ではイエバエ(幼虫:冷凍品)、添加濃度 1 ppm ではカイコ(幼虫:冷凍品)を用いた。なお、用いた試料に水銀が含まれていたため、無添加試料から得られた測定値の平均値を、対応する個々の添加試料から得られた測定値から差し引いて測定結果を算出した。

III. 農薬

LC-MS/MS で測定可能な農薬 144 化合物及び GC-MS/MS で測定可能な農薬 141 化合物を対象とした。

1. 試薬及び試液

アセトニトリル、アセトン及びヘキサンは関東化学製の残留農薬試験用、LC-MS/MS 測定に使用した水及びメタノールは関東化学製の LC/MS 用を用いた。試験溶液調製用の水は超高純度蒸留水精製装置 NZJ-2DSYW(藤原製作所製)で蒸留したものをを用いた。ろ紙はアドバンテック製の定量ろ紙 No.5A、ケイソウ土は富士フイルム和光純薬製のセライト 545 を用いた。酢酸アンモニウムは富士フイルム和光純薬製の特級を用いた。固相ミニカラムは InertSep AL-N/VRA-PR(400 mg/1600 mg)、InertSep VRA-PR(1600 mg) 及び InertSep K-solute(20 mL)(いずれもジーエルサイエンス製)を用いた。

2. 装置及び測定条件

2-1. LC-MS/MS

LC-MS/MS 装置は、Nexera X3(島津製作所製)及び Triple Quad 7500(Sciex 製)を使用し、以下の条件で測定した。

カラム InertSustain C18(内径 2.1 mm、長さ 100 mm、粒子径 2 µm、ジーエルサイエンス製)；カラム温度 40℃；注入量 2 µL；移動相 5

mmol/L 酢酸アンモニウム溶液 (A 液) 及び 5 mmol/L 酢酸アンモニウム・メタノール溶液 (B 液); 流速 0.3 mL/min; グラジエント条件 0 分 (A:B = 98:2) → 10 分 (A:B = 5:95) → 15 分 (A:B = 5:95) → 15.1 分 (A:B = 1:99) → 20 分 (A:B = 1:99) → 20.1 分 (A:B = 98:2); イオン化法 ESI(+) 及び ESI(-); イオンスプレー電圧 2500 V; ヒーター温度 350°C; カーテンガス 窒素、35 psi; ネブライザーガス ドライエアー、70 psi; ターボガス ドライエアー、70 psi; コリジョンガス 窒素、7; 測定モード 選択反応モニタリング (SRM)

2-2. GC-MS/MS

GC-MS/MS 装置は、ガスクロマトグラフ 7890 (Agilent Technologies 製) 及び質量分析計 Xevo TQ-XS (Waters 製) を使用し、以下の条件で測定した。

カラム DB-5ms (内径 0.25 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25 µm; Agilent Technologies 製); ガードカラム Rxi ガードカラム (フューズドシリカチューブ、内径 0.25 mm、長さ 2 m; Restek 製); カラム温度 50°C (1 min) – 25°C/min – 125°C (0 min) – 10°C/min – 300°C (10 min); キャリヤーガス 窒素; キャリヤーガス流量 1.5 mL/min; 注入方式 パルスドスプリットレス; 注入量 2 µL; 注入口温度 260°C; トランスファーライン温度 300°C; イオン源温度 150°C; イオン化モード 大気圧化学イオン化 (APCI) 法 ポジティブモード; コロナ電流 2 µA; コーンガス流量 270 L/h; AUX (auxiliary) ガス流量 300 L/h; メイクアップガス流量 300 mL/min; コリジョンガス アルゴン; 測定モード SRM

3. 試験溶液の調製

3-1. 抽出

1) 乾燥試料

試料 10.0 g に水 20 mL を加え、30 分間放置し

た。これにアセトン 100 mL を加え、ホモジナイザー Polytron PT 10-35 GT (Kinematica 製) を用いて約 1 分間ホモジナイズした後、ケイソウ土を約 1 cm の厚さに敷いたろ紙を用いて吸引ろ過した。残留物を採り、アセトン 50 mL を加え、約 1 分間ホモジナイズした後、吸引ろ過した。得られたろ液を合わせ、水 20 mL を加えた後、アセトンを加えて正確に 200 mL とした。

2) 冷凍試料

試料 20.0 g にアセトン 100 mL を加え、ホモジナイザーを用いて約 1 分間ホモジナイズした後、ケイソウ土を約 1 cm の厚さに敷いたろ紙を用いて吸引ろ過した。残留物を採り、アセトン 50 mL を加えて約 1 分間ホモジナイズした後、吸引ろ過した。得られたろ液を合わせ、アセトンを加えて正確に 200 mL とした。

3-2. 多孔性ケイソウ土カラム精製

抽出液 8 mL (乾燥試料は試料 0.4 g 相当、冷凍試料は 0.8 g 相当) を採り、エタノール 5 mL を加えた。これをエバポレーターで 0.5 mL 以下まで濃縮後、窒素気流下で溶媒を除去した。残渣をアセトニトリル飽和ヘキサン 3 mL に溶解して多孔性ケイソウ土カラム (InertSep K-solute Plus、5 mL 保持用、GL サイエンス製) に負荷し、5 分間放置後、ヘキサン飽和アセトニトリル 30 mL で溶出した。これをエバポレーターで濃縮後、窒素気流下で溶媒を除去し、残留物をアセトニトリル 1 mL に溶解した。

3-3. ミニカラム精製

1) LC-MS/MS 対象農薬

InertSep VRA-PR (1600 mg、GL サイエンス製) にアセトニトリル 5 mL を注入し、コンディショニングした。これに 3-2 で得られた溶液を注入した後、アセトニトリル 10 mL で溶出した。溶出液をエバポレーターで濃縮後、窒素気流下で溶媒を除去し、メタノール (乾燥試料の場合は 2 mL、冷凍試料の場合

合は 4 mL) に溶解して試験溶液とした。

2) GC-MS/MS 対象農薬

InertSep AL-N/VRA-PR (400 mg/1600 mg、GLサイエンス製) にアセトニトリル 5 mL を注入し、コンディショニングした。これに 3-2 で得られた溶液を注入した後、アセトニトリル 10 mL で溶出した。溶出液をエバポレーターで濃縮後、窒素気流下で溶媒を除去し、アセトン/ヘキサン(1:1) (乾燥試料の場合は 2 mL、冷凍試料の場合は 4 mL) に溶解して試験溶液とした。

4. 定量

4-1. 溶媒標準溶液を用いた絶対検量線法

0.00025、0.0005、0.00075、0.001、0.00125 及び 0.0015 µg/mL 濃度の溶媒標準溶液 (LC-MS/MS 用はメタノール、GC-MS/MS 用はアセトン/ヘキサン(1:1)) を LC-MS/MS または GC-MS/MS に注入し、検量線を作成した。各試験溶液を LC-MS/MS または GC-MS/MS に注入し、検量線から絶対検量線法により濃度を求めた。

4-2. マトリックス検量線法

ブランク試験溶液 100 µL を採り、窒素気流下で溶媒を除去後、0.00025、0.0005、0.00075、0.001、0.00125 及び 0.0015 µg/mL 濃度の溶媒標準溶液 (LC-MS/MS 用はメタノール、GC-MS/MS 用はアセトン/ヘキサン(1:1)) 100 µL を加えて溶解したものをマトリックス添加標準溶液とした。これらの溶液を LC-MS/MS または GC-MS/MS に注入し、検量線を作成した。各試験溶液を LC-MS/MS または GC-MS/MS に注入し、検量線から絶対検量線法により濃度を求めた。

4-3. 標準添加法

「3. 試験溶液の調製」で得られた溶液を用いて、標準添加法用の試験溶液 (無添加試験溶液、添加試験溶液 4 点) を調製した。作成した無添加試験溶液及び添加試験溶液を GC-MS/MS または

LC-MS/MS に注入し、添加濃度を横軸、ピーク面積を縦軸として、回帰線を作成した。無添加試験溶液から得られたピーク面積に相当する濃度は、回帰線と横軸との交点から算出した。

5. 妥当性評価

ヨーロッパエコオロギ (乾燥品) を用いて、添加濃度 0.005 ppm で確立した分析法の妥当性を評価した。「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ついて」(妥当性評価ガイドライン)¹⁾ に従い、1 日 2 併行、5 日間の枝分かれ実験を行い、各性能パラメータを求めた。定量は溶媒標準溶液を用いた絶対検量線法とマトリックス検量線法で行った。

6. 実態調査

確立した分析法を用いて国内に流通する食用昆虫 50 検体を分析した。定量は溶媒標準溶液を用いた絶対検量線法で行い、定量限界の 1/4 以上の濃度が検出された農薬については標準添加法を用いて定量値を算出した。

C. 研究結果及び考察

[1] 有害元素

1. 性能評価

①カドミウム、鉛及びヒ素

昨年度は、0.1 ppm におけるマイクロ波分解/ICP-MS 法の性能評価を実施した。本年度は、より低濃度での性能を評価するため、各元素の濃度が低い検体 (ヒ素及び鉛はイエバエ (さなぎ: 冷凍品)、カドミウムはオオスズメバチ (さなぎ: 冷凍品)) を用い、0.01 ppm において 1 日 2 併行、5 日間の添加回収試験を実施した。表 3 に本年度及び昨年度の性能評価結果を示す。いずれの元素においても、真度は 97~118%、併行精度及び室内精度は 6% 未満であった。これらの結果から、本分析法は 0.01 ppm までの分析において十分な精確さを

有しており、実態調査に適用可能な分析法であると判断された。

② 水銀

昨年度は、0.005 ppm 及び 0.2 ppm において、加熱気化型水銀分析計を用いた総水銀分析法の性能評価を実施した。本年度の調査検体について事前分析を行った結果、水銀濃度は 0.001 ppm 未満から 1 ppm の範囲であった。そのため、0.001 ppm 及び 1 ppm において分析法の性能評価を実施した。1 ppm における性能評価は、昨年度と同様にカイコ(幼虫:冷凍品)を用いて行った。一方、0.001 ppm の性能評価には、事前分析において水銀濃度が低かったイエバエ(幼虫:冷凍品)を使用した。表 4 に本年度及び昨年度の性能評価結果を示す。いずれの濃度においても、真度は 92～104%、併行精度及び室内精度はそれぞれ 3%未満及び 4%未満であった。これらの結果から、本分析法は 0.001～1 ppm の範囲において十分な精確さを有し、実態調査に適用可能な分析法であると考えられた。

2. 実態調査

性能評価を実施した分析法を用いて、国内で流通する食用昆虫 63 検体に含まれるカドミウム、ヒ素、鉛及び水銀濃度を分析した(表 5、表 6、図 1)。

① カドミウム濃度

カドミウムについては、スジアカクマゼミ(幼虫:乾燥品)で最大値 6.88 ppm、次いで黒アリ(卵:乾燥品)で 1.20 ppm が検出され、一部の検体では高濃度のカドミウムが含まれていることが確認された(図 2)。スジアカクマゼミ及び黒アリはいずれも乾燥品であるため、濃縮されたものと考えられる。セミのカドミウム蓄積に関する報告はないが、鉛等の重金属は体内に蓄積することが知られている²⁾。本調査では、餌や飼育(生育)環境等の情報は入手できなかったが、セミの幼虫は一般に地中で植物

の根から樹液を吸って生育することから、植物を介してカドミウムを摂取し、体内に蓄積した可能性が考えられた。また、アリは土壌や餌に含まれる金属を蓄積しやすいことが知られており³⁾、黒アリの高濃度検出も同様の要因によると考えられる。ただし、スジアカクマゼミ、黒アリともに、昆虫表面に高濃度のカドミウムを含む土壌粒子等が付着している可能性も否定できないため、今後、カドミウムの分布や洗浄を十分に行った場合の低減効果などについて調査が必要と考えられた。

我が国では、玄米及び精米に対して「カドミウムとして 0.4 ppm」の基準値(平成 22 年 4 月 8 日 食安発 0408 第 2 号)が設定されている。また、CODEX では種々の食品に対して 0.05～2 ppm(ナチュラルミネラルウォーターは 0.003 ppm)、EU では 0.01～3 ppm の基準値が設定されている。本調査で最も高濃度検出されたスジアカクマゼミ(幼虫:乾燥品、1 匹当たりの平均重量 1.37 g)は、これらの基準値を超過していた。食品安全委員会では、カドミウムの耐容週間摂取量を 7 µg/kg 体重/週と設定しており、体重 55 kg の成人が 1 日 6 匹摂取すると、この耐容週間摂取量に達する計算となる。なお、韓国では一部の昆虫が食用昆虫として認定されており、食用昆虫中のカドミウムに対して(乾燥重量で)0.1 ppm の基準値が設定されている。本調査では 7 検体で 0.1 ppm を超過していた(図 2)。

② ヒ素濃度

ヒ素については、我が国では農産物に対して 1.0～3.5 ppm の基準値が設定されている。また、CODEX では食塩や食用油脂等に対して総ヒ素として 0.1～0.5 ppm(ナチュラルミネラルウォーターは 0.01 ppm)、EU では食塩に対して総ヒ素として 0.5 ppm の基準値が設定されている。本調査では、15 検体が 0.5 ppm を超えていた。特に、カブトムシ(成

虫：乾燥品）で 17.45 ppm 及び 16.85 ppm、コガネムシ（成虫：乾燥品）で 3.28 ppm 及び 1.86 ppm、黒アリ（卵：乾燥品）で 5.45 ppm となり、高濃度検出された。カブトムシ、コガネムシ、黒アリはいずれも乾燥品であるため、濃縮されたものと考えられる。カブトムシ及びコガネムシと同じ甲虫目に属するキクイムシはヒ素を蓄積することが報告されており⁴⁾、カブトムシ及びコガネムシも同様に、餌や土壤等の環境中のヒ素を取り込み、蓄積したものと考えられた。また、黒アリについても、土壤や餌に含まれるヒ素を取り込み、体内に蓄積した可能性が考えられた。ただし、カブトムシ、コガネムシ、黒アリのいずれも、昆虫表面に高濃度のヒ素を含む土壤粒子等が付着している可能性が否定できないため、今後、ヒ素の分布や洗浄を十分に行った場合の低減効果などについて調査が必要と考えられた。

コオロギでは、海外産（タイまたはベトナム産：いずれも乾燥品）が <LOQ~0.13 ppm であったのに対し、国産（冷凍品及び乾燥品）は 0.17~1.32 ppm であり、国産の方が総ヒ素濃度が高い傾向が見られた。コオロギは養殖されたものと考えられ、検出されたヒ素は飼料由来と推察される。このため、国産の方がヒ素濃度の高い飼料を与えた可能性が示唆された。

ヒ素は化学形態により毒性が異なり、一般に、無機ヒ素化合物の方が有機ヒ素化合物（アルセノベタイン等）よりも毒性が高いとされている。また、韓国では食用昆虫に含まれる無機ヒ素化合物に対して（乾燥重量で）0.1 ppm の基準値が設定されている。このため、本調査でヒ素濃度が高値を示した検体については、化学形態別分析が必要であると考えられる。食品安全委員会によると、平均的な日本人の食事における総ヒ素の推定一日摂取量は 199 µg/日である⁵⁾。本調査で最大値を示したカブトムシ（成虫：乾燥品、1 匹当たりの平均重量 1.21 g）は

1 日 10 匹摂取すると、この推定一日摂取量に達する計算となった。

③ 鉛濃度

鉛については、我が国では農産物に対して 1.0~5.0 ppm の基準値が設定されている。また、CODEX では種々の食品に対して 0.01~1 ppm、EU では 0.01~3 ppm の基準値が設定されている。本調査で最も高濃度検出された黒アリ（卵：乾燥品）は 13.56 ppm となり、これらの基準値を超過していた（図 4-1 及び図 4-2）。本製品は乾燥品であるため、濃縮されたものと考えられる。黒アリは土壤や餌に含まれる鉛を取り込み、体内に蓄積した可能性のほか、高濃度の鉛を含む土壤粒子等が昆虫表面に付着している可能性が考えられるため、今後、鉛の分布や洗浄を十分に行った場合の低減効果などについても調査が必要と考えられた。韓国では食用昆虫に対して（乾燥重量で）0.1 ppm（カブトムシの幼虫とシラホシハナムグリの幼虫は 0.3 ppm）の基準値が設定されている。本調査では 13 検体で 0.1 ppm を超過していた（図 4-2）。

食品安全委員会の報告によると、平均的な日本人の食事における鉛の推定一日摂取量は 8.88 µg/日である⁶⁾。本調査で最大値を示した黒アリ（卵：乾燥品）を 1 週間に 1 製品（5 g）摂取すると、この推定一日摂取量に達する計算となった。

④ 水銀濃度

水銀については、我が国では魚介類に対して暫定的規制値「総水銀として 0.4 ppm」（昭和 48 年厚生省環乳第 99 号）が設定されている。また、EU では総水銀として 0.1~1 ppm の基準値が設定されている。本調査では、1 ppm を超える検体はなかったが（図 5）、我が国の魚介類の暫定的規制値（0.4 ppm）を上回るものが 4 検体（カブトムシ 2 検体、コガネムシ 2 検体）あった。最も高濃度検出されたのはカブトムシ（成虫：乾燥品）の 0.963 ppm で

あった。

コオロギについて、海外産(タイまたはベトナム産:いずれも乾燥品)と国産(冷凍品及び乾燥品)の総水銀濃度を比較すると、海外産は<LOQ~0.045 ppmであったのに対し、国産は0.023~0.180 ppm となり、ヒ素と同様に、国産の方が濃度が高い傾向が見られた。この結果から、国産の方が与えた飼料に含まれる総水銀濃度が高かった可能性が示唆された。

水銀もヒ素と同様に、化学形態により毒性が異なる。メチル水銀は魚介類に多く含まれ、特に妊娠中の女性が過剰摂取すると胎児の脳神経系に影響を与えることが知られている。このため、水銀についても化学形態別分析を行う必要があると考えられた。JECFA (FAO/WHO 合同食品添加物専門家会議)では、水銀の暫定耐容週間摂取量を(総水銀として)4 µg/kg 体重/週と設定している。本調査で最大値を示したカブトムシ(成虫:乾燥品、1匹当たりの平均重量 1.21 g)では、体重 55 kg の成人が 1 日 27 匹摂取すると、この耐容週間摂取量に達する計算となった。

⑤ 生育段階による濃度差

ツムギアリの成虫(冷凍品)と卵(缶詰)、カイコの成虫(冷凍品)とさなぎ(冷凍品)、スズメバチの成虫(冷凍品)とさなぎ(冷凍品)に含まれる各元素の濃度を比較した結果、生育段階による大きな差異は認められなかった(表 5)。ただし、サンプル数が少ないため、統計的な比較は困難であり、今後の調査が必要である。

以上の結果より、一部の食用昆虫製品において高濃度の有害元素が含まれていることが明らかとなった。ヒ素及び水銀は化学形態により毒性が異なるため、今後、化学形態別分析を行う必要があると考えられた。

[2] 農薬

1. 妥当性評価

昨年度、LC-MS/MS 及び GC-MS/MS を用いた農薬一斉分析法を開発し、0.01 ppm における妥当性を確認した。本年度は、確立した分析法の妥当性をより低濃度で評価するため、0.005 ppm において1日2併行、5日間の添加回収試験を実施した。試料には昨年度と同様に、ヨーロッパエコオロギ(乾燥品)を用いた。定量は、溶媒標準溶液により作成した絶対検量線法とマトリックス検量線法(マトリックス標準溶液により作成した絶対検量線法)で行った。

(1) 選択性

GC-MS/MS 対象農薬である esprocarb では 0.005 ppm に相当するピーク面積の 1/3 程度の妨害ピークが検出されたが、その他の農薬については選択性に問題はなかった。

(2) 真度、併行精度及び室内精度

真度、併行精度及び室内精度の結果を表 40 及び表 41、概要を図 6 に示す。マトリックス検量線法を用いた場合、添加濃度 0.005 ppm において妥当性評価ガイドラインの真度の目標値(70~120%)を満たした農薬は、GC-MS/MS 対象農薬で 141 化合物中 131 化合物(93%)、LC-MS/MS 対象農薬で 144 化合物中 137 化合物(95%)であった。添加濃度 0.01 ppm でのみ真度の目標値を満たした農薬は、GC-MS/MS 対象農薬の 5 化合物のみであった。一方、溶媒標準溶液により作成した絶対検量線を用いて定量した場合は、GC-MS/MS 対象農薬 126 化合物(89%)、LC-MS/MS 対象農薬 115 化合物(80%)で添加濃度 0.005 ppm において真度の目標値を満たした。添加濃度 0.01 ppm でのみ真度の目標値を満たした農薬は、GC-MS/MS 対象農薬 4 化合物、LC-MS/MS 対象農薬 1 化合物であった。併行精度及び室内精度は、真度の目

標値を満たしたすべての農薬において目標値(併行精度 RSD 25%未満、室内精度 RSD 30%未満)を満たした。

マトリックスの測定への影響を図 7 に示す。一部の農薬ではマトリックス標準溶液に対する溶媒標準溶液のピーク面積比が 0.80~1.20 の範囲を超えた。マトリックス検量線法では真度の目標値を満たしたが、溶媒標準溶液により作成した絶対検量線では目標値を満たさなかった農薬は測定におけるマトリックスの影響が原因と考えられた。しかしながら、多くの農薬ではマトリックスの影響は比較的小さく、本分析法は高い精製効果を有する分析法であると考えられた。

以上の結果から、一部のミニカラム等からの回収率が低い農薬やマトリックスの影響が大きい農薬を除き、開発した分析法は、いずれの検量線を用いた場合でも精確に定量できることが示された。

なお、マトリックス検量線法において真度が 70% 未満となった化合物のうち、acephate は InertSep VRA-PR 精製、bromopropylate、dimethylvinphos (E)、edifenphos 及び pyraclofos は InertSep AL-N/VRA-PR 精製、hexachlorobenzene はケイソウ土カラム精製、clofencet 及び propamocarb はケイソウ土カラム及び InertSep VRA-PR 精製における損失が、真度が低い主な原因と考えられた。

2. 実態調査

確立した分析法を用いて、国内で流通する食用昆虫 50 検体を分析した。前述のように、ヨーロッパエコオロギ(乾燥品)を用いた妥当性評価試験では、一部の農薬を除き、マトリックスの測定への影響は小さかった。しかしながら、昆虫の種類や加工の程度によってはマトリックスの影響を大きく受ける可能性がある。このため、本調査では溶媒標準溶液を用いて作成した絶対検量線法と標準添加法の両方で定量を行った。その結果、いずれの方法

を用いた場合も、50 検体中 9 検体(18%)から定量限界(一部の農薬を除き 0.005 ppm)以上の農薬(延べ 20 農薬)が検出された(表 9)。図 8 に標準添加法で得られた分析値と、溶媒標準溶液を用いた絶対検量線法で得られた分析値の関係を示した。検出された 20 農薬のうち 17 農薬については、標準添加法で得られた分析値に対する溶媒標準溶液を用いた絶対検量線法での分析値の比が 0.80~1.20 の範囲に収まっており、大部分の農薬ではマトリックスの影響が比較的小さいことが示された。しかし、カイコ(さなぎ)中の Ametryn 及び Chlorfenapyr では 1.22~1.38 の範囲にあり、マトリックスの影響がやや大きいことが確認された。検出された農薬のうち、carbaryl を除く農薬は、ヨーロッパエコオロギ(乾燥品)を用いた「5. 妥当性評価試験」においてマトリックスの影響をほとんど受けなかった。しかし、これらの結果を踏まえると、実態調査では溶媒標準溶液を用いた絶対検量線法で暫定的な定量値を求め、農薬が検出された場合には、標準添加法を用いてマトリックスの影響を補正した正確な分析値を求めるのがよいと考えられた。

現在、我が国では食用昆虫に対する農薬の基準値は設定されていないため、原材料に対して一律基準(0.01 ppm)が適用される。本調査ではカイコ(さなぎ)3 検体及び黒アリ(卵)1 検体において 0.01 ppm を超える農薬が延べ 6 農薬検出された(表 9)。しかし、これらはいずれも乾燥品であり、原材料の水分含量や加工方法等の情報を入手できなかったため、一律基準を超過しているか否かは判断できなかった。なお、黒アリは養殖であるか天然であるかは不明であったが、カイコは養殖と考えられ、検出された農薬は飼料(桑葉)由来と考えられた。

D. 結論

本研究では国内に流通する食用昆虫を対象に有害化学物質(有害元素及び農薬)の汚染実態を調査した。

[1]有害元素

カドミウム、ヒ素及び鉛についてはマイクロ波分解/ICP-MS 法、水銀については加熱気化型水銀分析計による総水銀分析法について性能評価試験を実施した後、国内に流通する食用昆虫 63 検体の汚染実態調査を行った。その結果、最大値はカドミウム 6.88 ppm、鉛 13.56 ppm、ヒ素 17.45 ppm、水銀 0.963 ppm となり、一部の検体で高値を示した。ヒ素及び水銀は化学形態により毒性が異なることが知られていることから、今後、本調査でヒ素及び水銀が高濃度で検出された検体について化学形態別分析を行う予定である。

[2]農薬

昨年度確立した LC-MS/MS 及び GC-MS/MS を用いた農薬一斉分析法について、0.005 ppm において妥当性を確認した後、食用昆虫 50 検体の汚染実態調査を行った。その結果、9 検体から定量限界(一部の農薬を除き 0.005 ppm)以上の農薬(延べ 20 農薬)が検出された。このうち、4 検体において 0.01 ppm を超える農薬(延べ 6 農薬)が検出された。ただし、いずれの検体も乾燥品であり、原材料の水分含量や加工方法が不明であったため、一律基準を超過しているか否かについては判断できなかった。

E. 参考文献

- 1) 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ついて、厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知(平成 19 年 11 月 15 日、食安発第 1115001 号)(平成 22 年 12 月 24 日一部改正、食安発 1224 第 1 号)
- 2) G.R. Robinson, P.L. Sibrell, C.J. Boughton, L.H.

Yang. Influence of soil chemistry on metal and bioessential element concentrations in nymphal and adult periodical cicadas (*Magicicada spp.*). Science of The Total Environment, 374 (2–3), 367-378 (2007).

3) M. Okrutniak, I. M. Grześ. Accumulation of metals in *Lasius niger*: Implications for using ants as bioindicators. Environmental Pollution, 268, Part A, 115824 (2021).

4) C. A. Morrissey, C. A. Albert, P. L. Dods, W. R. Cullen, V. W.-M. Lai, J. E. Elliott. Arsenic Accumulation in Bark Beetles and Forest Birds Occupying Mountain Pine Beetle Infested Stands Treated with Monosodium Methanearsonate. Environ. Sci. Technol. 41(4), 1494–1500 (2007).

5) 食品安全委員会. 化学物質・汚染物質評価書「食品中のヒ素」. 2013 年 12 月

6) 食品安全委員会. 評価書「鉛」. 2021 年 6 月

F. 研究発表

1. 論文発表

なし

2. 学会発表

1) Shizuka Saito-Shida, Maki Saito, Tomoaki Tsutsumi: Multi-residue methods for pesticides in edible insects by LC-MS/MS and GC-MS/MS. 15th European Pesticide Residue Workshop(令和 6 年 9 月 24 日、スイス・チューリッヒ)

2) 志田(齊藤)静夏、齋藤真希、小林奈穂、張本雅恵、鈴木美成、堤智昭: 食用昆虫に含まれる水銀、カドミウム、鉛及びヒ素分析の検討、日本食品衛生学会第 120 回学術講演会(令和 6 年 11 月 7 日、愛知)

- 3) 張天齊、高附巧、鍋師裕美、志田(齊藤)静夏、
堤智昭:食用昆虫に含まれるダイオキシン類の分
析法の検討、日本食品衛生学会第 120 回学術講
演会(令和 6 年 11 月 7 日、愛知)
- 4) 志田(齊藤)静夏、齋藤真希、小林奈穂、堤智
昭:食用昆虫に含まれる農薬の一斉分析法の開
発及び実態調査、第 41 回農薬環境科学・第 47 回
農薬残留分析合同研究会(令和 6 年 11 月 11 日、
徳島)

G. 知的財産権の出願・登録状況

なし

表 1 有害元素の検討に用いた食用昆虫

	分類 (目)	分類 (科)	昆虫	成長段階	乾燥・冷凍・缶詰	姿・パウダー	味付け	原産国
1	カメムシ	カメムシ	カメムシ	成虫	乾燥	姿	-	タイ
2	カメムシ	コオイムシ	タガメ	成虫 (メス)	乾燥	姿	-	タイ
3	カメムシ	コオイムシ	タガメ	成虫 (メス)	乾燥	姿	-	タイ
4	カメムシ	セミ	スジアカクマゼミ	幼虫	乾燥	姿	-	タイ
5	カメムシ	セミ	セミ	成虫	乾燥	姿	菜種油、ブラックペッパー、塩、ゴマ油	タイ
6	コウチュウ	コガネムシ	カブトムシ	成虫 (オス)	乾燥	姿	-	タイ
7	コウチュウ	コガネムシ	カブトムシ	成虫 (オス・メス)	乾燥	姿	-	タイ
8	コウチュウ	コガネムシ	コガネムシ	成虫	乾燥	姿	-	タイ
9	コウチュウ	コガネムシ	コガネムシ	成虫	乾燥	姿	塩	タイ
10	コウチュウ	ゴミムシダマシ	チャイロコメノゴミムシダマシ (ミルワーム)	幼虫	乾燥	姿	-	タイ
11	コウチュウ	ゴミムシダマシ	ツヤケシオオゴミムシダマシ	幼虫	乾燥	姿	-	タイ
12	コウチュウ	ゴミムシダマシ	ツヤケシオオゴミムシダマシ (スーパーワーム)	幼虫	冷凍	姿	-	日本
13	コウチュウ	ゾウムシ	ヤシオオオサゾウムシ (サゴワーム)	幼虫	乾燥	姿	塩	タイ
14	コウチュウ	ゾウムシ	ヤシオオオサゾウムシ (サゴワーム)	幼虫	乾燥	姿	塩	タイ
15	チョウ	カイコガ	カイコ	さなぎ	乾燥	パウダー	-	タイ
16	チョウ	カイコガ	カイコ	さなぎ	乾燥	姿	塩	タイ
17	チョウ	カイコガ	カイコ	さなぎ	乾燥	姿	-	タイ
18	チョウ	カイコガ	カイコ	さなぎ	冷凍	姿	-	日本
19	チョウ	カイコガ	カイコ	成虫	冷凍	姿	-	日本
20	チョウ	カイコガ	カイコ	幼虫	乾燥	パウダー	-	タイ
21	チョウ	カイコガ	カイコ	幼虫	乾燥	姿	塩	タイ
22	チョウ	カイコガ	カイコ	幼虫	冷凍	姿	-	日本
23	チョウ	ツトガ	タケツトガ (バンブーワーム)	幼虫	乾燥	姿	-	タイ
24	チョウ	ツトガ	タケツトガ (バンブーワーム)	幼虫	乾燥	姿	塩	タイ
25	ハエ	イエバエ	イエバエ	さなぎ	冷凍	姿	-	日本
26	ハエ	イエバエ	イエバエ	幼虫	冷凍	姿	-	日本
27	ハチ	アリ	ツムギアリ	成虫	乾燥	姿	塩	タイ
28	ハチ	アリ	ツムギアリ	成虫	冷凍	姿	-	タイ
29	ハチ	アリ	ツムギアリ	卵	缶詰	姿	塩	タイ
30	ハチ	アリ	黒アリ	卵	乾燥	姿	-	タイ
31	ハチ	スズメバチ	オオスズメバチ	さなぎ	冷凍	姿	-	日本
32	ハチ	スズメバチ	オオスズメバチ	成虫	乾燥	姿	塩	日本
33	ハチ	スズメバチ	オオスズメバチ	幼虫	冷凍	姿	-	日本
34	ハチ	スズメバチ	キイロスズメバチ	さなぎ	冷凍	姿	-	日本
35	ハチ	スズメバチ	キイロスズメバチ	成虫	冷凍	姿	-	日本
36	ハチ	スズメバチ	コガタスズメバチ	さなぎ	冷凍	姿	-	日本
37	ハチ	スズメバチ	コガタスズメバチ	成虫	冷凍	姿	-	日本
38	バッタ	ケラ	オケラ	成虫	乾燥	姿	-	タイ
39	バッタ	ケラ	オケラ	成虫	冷凍	姿	-	タイ
40	バッタ	コオロギ	ジャマイカンコオロギ	成虫	乾燥	姿	-	タイ
41	バッタ	コオロギ	ジャマイカンフィールドコオロギ	成虫	乾燥	パウダー	-	タイ
42	バッタ	コオロギ	ジャマイカンフィールドコオロギ	成虫	乾燥	パウダー	-	タイ
43	バッタ	コオロギ	ジャマイカンフィールドコオロギ	成虫	乾燥	パウダー	-	タイ
44	バッタ	コオロギ	タイワンオオコオロギ	成虫	乾燥	パウダー	-	タイ
45	バッタ	コオロギ	タイワンオオコオロギ	成虫	乾燥	姿	塩	タイ
46	バッタ	コオロギ	フタホシコオロギ	成虫	乾燥	姿	-	タイ
47	バッタ	コオロギ	フタホシコオロギ	成虫	乾燥	パウダー	-	タイ
48	バッタ	コオロギ	フタホシコオロギ	成虫	乾燥	姿	塩	タイ
49	バッタ	コオロギ	フタホシコオロギ	成虫	乾燥	パウダー	-	日本
50	バッタ	コオロギ	フタホシコオロギ	成虫	冷凍	姿	-	日本
51	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	乾燥	姿	-	タイ
52	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	乾燥	パウダー	-	タイ
53	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	乾燥	パウダー	-	タイ
54	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	乾燥	姿	塩	タイ
55	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	乾燥	姿	塩	タイ
56	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	乾燥	パウダー	-	タイ
57	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	乾燥	パウダー	-	日本
58	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	乾燥	パウダー	-	ベトナム
59	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	冷凍	姿	-	日本
60	バッタ	バッタ	イナゴ	成虫	乾燥	姿	塩	タイ
61	バッタ	バッタ	コバネイナゴ	成虫	乾燥	パウダー	-	タイ
62	バッタ	バッタ	トノサマバッタ	成虫	乾燥	パウダー	-	タイ
63	バッタ	バッタ	ワタリバッタ	成虫	乾燥	姿	-	タイ

表2 農薬の検討に用いた食用昆虫

	分類 (目)	分類 (科)	昆虫	成長段階	乾燥・冷凍・缶詰	姿・パウダー	味付け	原産国
1	カメムシ	カメムシ	カメムシ	成虫	乾燥	姿	-	タイ
2	カメムシ	コオイムシ	タガメ	成虫 (メス)	乾燥	姿	-	タイ
3	カメムシ	セミ	スジアカクマゼミ	幼虫	乾燥	姿	-	タイ
4	コウチュウ	コガネムシ	カブトムシ	成虫 (オス)	乾燥	姿	-	タイ
5	コウチュウ	コガネムシ	コガネムシ	成虫	乾燥	姿	-	タイ
6	コウチュウ	ゴミムシダマシ	チャイロコメノゴミムシダマシ (ミルワーム)	幼虫	乾燥	姿	-	タイ
7	コウチュウ	ゴミムシダマシ	ツヤケシオオゴミムシダマシ	幼虫	乾燥	姿	-	タイ
8	コウチュウ	ゴミムシダマシ	ツヤケシオオゴミムシダマシ (スーパーワーム)	幼虫	冷凍	姿	-	日本
9	コウチュウ	ゾウムシ	ヤシオオオサゾウムシ (サゴワーム)	幼虫	乾燥	姿	塩	タイ
10	チョウ	カイコガ	カイコ	さなぎ	乾燥	パウダー	-	タイ
11	チョウ	カイコガ	カイコ	さなぎ	乾燥	姿	塩	タイ
12	チョウ	カイコガ	カイコ	さなぎ	乾燥	姿	-	タイ
13	チョウ	カイコガ	カイコ	さなぎ	冷凍	姿	-	日本
14	チョウ	カイコガ	カイコ	成虫	冷凍	姿	-	日本
15	チョウ	カイコガ	カイコ	幼虫	乾燥	パウダー	-	タイ
16	チョウ	カイコガ	カイコ	幼虫	冷凍	姿	-	日本
17	チョウ	ツツガ	タケツツガ (パンブーワーム)	幼虫	乾燥	姿	-	タイ
18	ハエ	イエバエ	イエバエ	さなぎ	冷凍	姿	-	日本
19	ハエ	イエバエ	イエバエ	幼虫	冷凍	姿	-	日本
20	ハチ	アリ	ツムギアリ	成虫	冷凍	姿	-	タイ
21	ハチ	アリ	ツムギアリ	卵	缶詰	姿	塩	タイ
22	ハチ	アリ	黒アリ	卵	乾燥	姿	-	タイ
23	ハチ	スズメバチ	オオスズメバチ	さなぎ	冷凍	姿	-	日本
24	ハチ	スズメバチ	オオスズメバチ	幼虫	冷凍	姿	-	日本
25	ハチ	スズメバチ	キイロスズメバチ	さなぎ	冷凍	姿	-	日本
26	ハチ	スズメバチ	キイロスズメバチ	成虫	冷凍	姿	-	日本
27	ハチ	スズメバチ	コガタスズメバチ	さなぎ	冷凍	姿	-	日本
28	ハチ	スズメバチ	コガタスズメバチ	成虫	冷凍	姿	-	日本
29	バッタ	ケラ	オケラ	成虫	乾燥	姿	-	タイ
30	バッタ	ケラ	オケラ	成虫	冷凍	姿	-	タイ
31	バッタ	コオロギ	ジャマイカンコオロギ	成虫	乾燥	姿	-	タイ
32	バッタ	コオロギ	ジャマイカンフィールドコオロギ	成虫	乾燥	パウダー	-	タイ
33	バッタ	コオロギ	ジャマイカンフィールドコオロギ	成虫	乾燥	パウダー	-	タイ
34	バッタ	コオロギ	ジャマイカンフィールドコオロギ	成虫	乾燥	パウダー	-	タイ
35	バッタ	コオロギ	タイワンオオコオロギ	成虫	乾燥	パウダー	-	タイ
36	バッタ	コオロギ	フタホシコオロギ	成虫	乾燥	姿	-	タイ
37	バッタ	コオロギ	フタホシコオロギ	成虫	乾燥	パウダー	-	タイ
38	バッタ	コオロギ	フタホシコオロギ	成虫	乾燥	パウダー	-	日本
39	バッタ	コオロギ	フタホシコオロギ	成虫	冷凍	姿	-	日本
40	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	乾燥	姿	-	タイ
41	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	乾燥	パウダー	-	タイ
42	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	乾燥	パウダー	-	タイ
43	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	乾燥	姿	塩	タイ
44	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	乾燥	パウダー	-	タイ
45	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	乾燥	パウダー	-	ベトナム
46	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	冷凍	姿	-	日本
47	バッタ	バッタ	イナゴ	成虫	乾燥	姿	塩	タイ
48	バッタ	バッタ	コバネイナゴ	成虫	乾燥	パウダー	-	タイ
49	バッタ	バッタ	トノサマバッタ	成虫	乾燥	パウダー	-	タイ
50	バッタ	バッタ	ワタリバッタ	成虫	乾燥	姿	-	タイ

表 3 カドミウム、ヒ素、鉛の性能評価結果

	添加濃度 (ppm)	真度 (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)
カドミウム	0.1*	98	2.8	3.0
	0.01	105	1.6	4.1
ヒ素	0.1*	105	2.2	3.5
	0.01	118	4.2	4.2
鉛	0.1*	97	5.1	5.1
	0.01	99	1.2	4.1

*令和 5 年度の結果を示した

表 4 水銀の性能評価結果

添加濃度 (ppm)	真度 (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)
0.001	96	2.0	3.4
0.005*	104	0.8	3.5
0.2*	97	2.5	2.5
1	92	2.9	3.5

*令和 5 年度の結果を示した

表 5 カドミウム、ヒ素、鉛及び水銀濃度

	分類 (目)	分類 (科)	昆虫	成長段階	乾燥・冷凍・缶詰	原産国	分析値 (ppm) *			
							カドミウム	ヒ素	鉛	水銀
1	カメムシ	カメムシ	カメムシ	成虫	乾燥	タイ	0.20	0.01	0.03	0.002
2	カメムシ	コオイムシ	タガメ	成虫 (メス)	乾燥	タイ	<LOQ	0.10	0.06	0.240
3	カメムシ	コオイムシ	タガメ	成虫 (メス)	乾燥	タイ	<LOQ	0.22	0.15	0.284
4	カメムシ	セミ	スジアカクマゼミ	幼虫	乾燥	タイ	6.88	0.16	0.36	0.010
5	カメムシ	セミ	セミ	成虫	乾燥	タイ	0.30	0.06	0.06	0.005
6	コウチュウ	コガネムシ	カブトムシ	成虫 (オス)	乾燥	タイ	<LOQ	17.45	0.05	0.963
7	コウチュウ	コガネムシ	カブトムシ	成虫 (オス・メス)	乾燥	タイ	<LOQ	16.85	0.04	0.883
8	コウチュウ	コガネムシ	コガネムシ	成虫	乾燥	タイ	<LOQ	1.86	0.08	0.563
9	コウチュウ	コガネムシ	コガネムシ	成虫	乾燥	タイ	0.01	3.28	0.78	0.441
10	コウチュウ	ゴミムシダマシ	チャイロコメノゴミムシダマシ (ミルワーム)	幼虫	乾燥	タイ	0.14	0.11	0.02	0.002
11	コウチュウ	ゴミムシダマシ	ツヤケシオオゴミムシダマシ	幼虫	乾燥	タイ	0.03	0.04	<LOQ	<LOQ
12	コウチュウ	ゴミムシダマシ	ツヤケシオオゴミムシダマシ (スーパーワーム)	幼虫	冷凍	日本	0.02	0.07	0.01	0.003
13	コウチュウ	ゾウムシ	ヤシオオオサゾウムシ (サゴワーム)	幼虫	乾燥	タイ	0.03	1.01	0.68	<LOQ
14	コウチュウ	ゾウムシ	ヤシオオオサゾウムシ (サゴワーム)	幼虫	乾燥	タイ	0.03	1.11	0.62	0.001
15	チョウ	カイコガ	カイコ	さなぎ	乾燥	タイ	0.05	0.53	0.07	0.005
16	チョウ	カイコガ	カイコ	さなぎ	乾燥	タイ	0.05	0.60	0.07	0.005
17	チョウ	カイコガ	カイコ	さなぎ	乾燥	タイ	0.03	0.86	0.05	0.003
18	チョウ	カイコガ	カイコ	さなぎ	冷凍	日本	<LOQ	0.02	<LOQ	<LOQ
19	チョウ	カイコガ	カイコ	成虫	冷凍	日本	0.06	0.08	<LOQ	0.001
20	チョウ	カイコガ	カイコ	幼虫	乾燥	タイ	0.04	0.96	0.08	0.005
21	チョウ	カイコガ	カイコ	幼虫	乾燥	タイ	0.04	0.61	0.07	0.005
22	チョウ	カイコガ	カイコ	幼虫	冷凍	日本	<LOQ	0.02	0.04	<LOQ
23	チョウ	ツトガ	タケツトガ (パンプーワーム)	幼虫	乾燥	タイ	0.01	<LOQ	0.04	0.001
24	チョウ	ツトガ	タケツトガ (パンプーワーム)	幼虫	乾燥	タイ	<LOQ	0.01	0.04	0.002
25	ハエ	イエバエ	イエバエ	さなぎ	冷凍	日本	0.02	<LOQ	<LOQ	<LOQ
26	ハエ	イエバエ	イエバエ	幼虫	冷凍	日本	0.10	<LOQ	<LOQ	<LOQ
27	ハチ	アリ	ツムギアリ	成虫	乾燥	タイ	0.26	0.16	0.07	0.014
28	ハチ	アリ	ツムギアリ	成虫	冷凍	タイ	0.02	0.02	0.03	0.003
29	ハチ	アリ	ツムギアリ	卵	缶詰	タイ	<LOQ	0.01	0.06	0.003
30	ハチ	アリ	黒アリ	卵	乾燥	タイ	1.20	5.45	13.56	0.072
31	ハチ	スズメバチ	オオスズメバチ	さなぎ	冷凍	日本	<LOQ	0.06	0.01	0.010
32	ハチ	スズメバチ	オオスズメバチ	成虫	乾燥	日本	<LOQ	0.30	0.09	0.029
33	ハチ	スズメバチ	オオスズメバチ	幼虫	冷凍	日本	0.03	0.19	0.05	0.008
34	ハチ	スズメバチ	キイロスズメバチ	さなぎ	冷凍	日本	0.03	0.02	0.02	0.012
35	ハチ	スズメバチ	キイロスズメバチ	成虫	冷凍	日本	0.03	0.08	0.10	0.016
36	ハチ	スズメバチ	コガタスズメバチ	さなぎ	冷凍	日本	0.02	0.13	0.02	0.012
37	ハチ	スズメバチ	コガタスズメバチ	成虫	冷凍	日本	0.03	0.33	0.19	0.014
38	バッタ	ケラ	オケラ	成虫	乾燥	タイ	0.01	0.15	0.40	0.068
39	バッタ	ケラ	オケラ	成虫	冷凍	タイ	<LOQ	0.02	0.12	0.015
40	バッタ	コオロギ	ジャマイカンコオロギ	成虫	乾燥	タイ	0.02	0.04	0.05	0.002
41	バッタ	コオロギ	ジャマイカンフィールドコオロギ	成虫	乾燥	タイ	0.02	0.04	0.04	0.004
42	バッタ	コオロギ	ジャマイカンフィールドコオロギ	成虫	乾燥	タイ	0.02	0.04	0.04	0.003
43	バッタ	コオロギ	ジャマイカンフィールドコオロギ	成虫	乾燥	タイ	0.02	0.03	0.03	0.002
44	バッタ	コオロギ	タイワンオオコオロギ	成虫	乾燥	タイ	0.02	0.03	0.04	0.002
45	バッタ	コオロギ	タイワンオオコオロギ	成虫	乾燥	タイ	0.34	0.13	0.58	0.045
46	バッタ	コオロギ	フタホシコオロギ	成虫	乾燥	タイ	0.02	0.05	0.05	0.007
47	バッタ	コオロギ	フタホシコオロギ	成虫	乾燥	タイ	0.02	0.09	0.05	0.005
48	バッタ	コオロギ	フタホシコオロギ	成虫	乾燥	タイ	0.02	0.04	0.11	0.003
49	バッタ	コオロギ	フタホシコオロギ	成虫	乾燥	日本	0.08	0.98	0.02	0.068
50	バッタ	コオロギ	フタホシコオロギ	成虫	冷凍	日本	0.01	1.22	<LOQ	0.147
51	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	乾燥	タイ	0.01	0.02	0.07	0.001
52	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	乾燥	タイ	0.01	0.03	0.15	0.002
53	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	乾燥	タイ	0.01	0.05	0.06	0.003
54	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	乾燥	タイ	0.02	0.04	0.08	0.003
55	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	乾燥	タイ	0.01	0.03	0.05	0.003
56	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	乾燥	タイ	0.03	0.04	0.03	0.003
57	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	乾燥	日本	0.06	0.17	0.02	0.023
58	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	乾燥	ベトナム	<LOQ	<LOQ	0.03	<LOQ
59	バッタ	コオロギ	ヨーロッパイエコオロギ	成虫	冷凍	日本	0.01	1.32	0.01	0.180
60	バッタ	バッタ	イナゴ	成虫	乾燥	タイ	0.01	0.02	0.03	0.003
61	バッタ	バッタ	コパネイナゴ	成虫	乾燥	タイ	<LOQ	0.03	0.07	0.004
62	バッタ	バッタ	トノサマバッタ	成虫	乾燥	タイ	<LOQ	0.04	0.06	0.004
63	バッタ	バッタ	ワタリバッタ	成虫	乾燥	タイ	<LOQ	0.08	0.08	0.004

*LOQ は 0.01 ppm(水銀は 0.001 ppm)

表 6 中央値、90 パーセンタイル値、最大値

		LOQ ¹ 未満 の 検体数	LOQ ¹ 以上 の 検体数	中央値 ² (ppm)	90 パーセン タイル値 ² (ppm)	最大値 (ppm)
カドミウム		16	47	0.02	0.18	6.88
	乾燥	11	35	0.02	0.27	6.88
	冷凍・缶詰	5	12	0.02	0.07	0.10
ヒ素		4	59	0.07	1.28	17.45
	乾燥	2	44	0.09	2.29	17.45
	冷凍・缶詰	2	15	0.06	1.24	1.32
鉛		6	57	0.05	0.38	13.56
	乾燥	1	45	0.06	0.60	13.56
	冷凍・缶詰	5	12	0.02	0.13	0.19
水銀		7	56	0.004	0.216	0.963
	乾燥	3	43	0.004	0.331	0.963
	冷凍・缶詰	4	13	0.008	0.153	0.180

¹ 水銀 0.001 ppm, その他 0.01 ppm² LOQ 未満は LOQ/2 として計算した

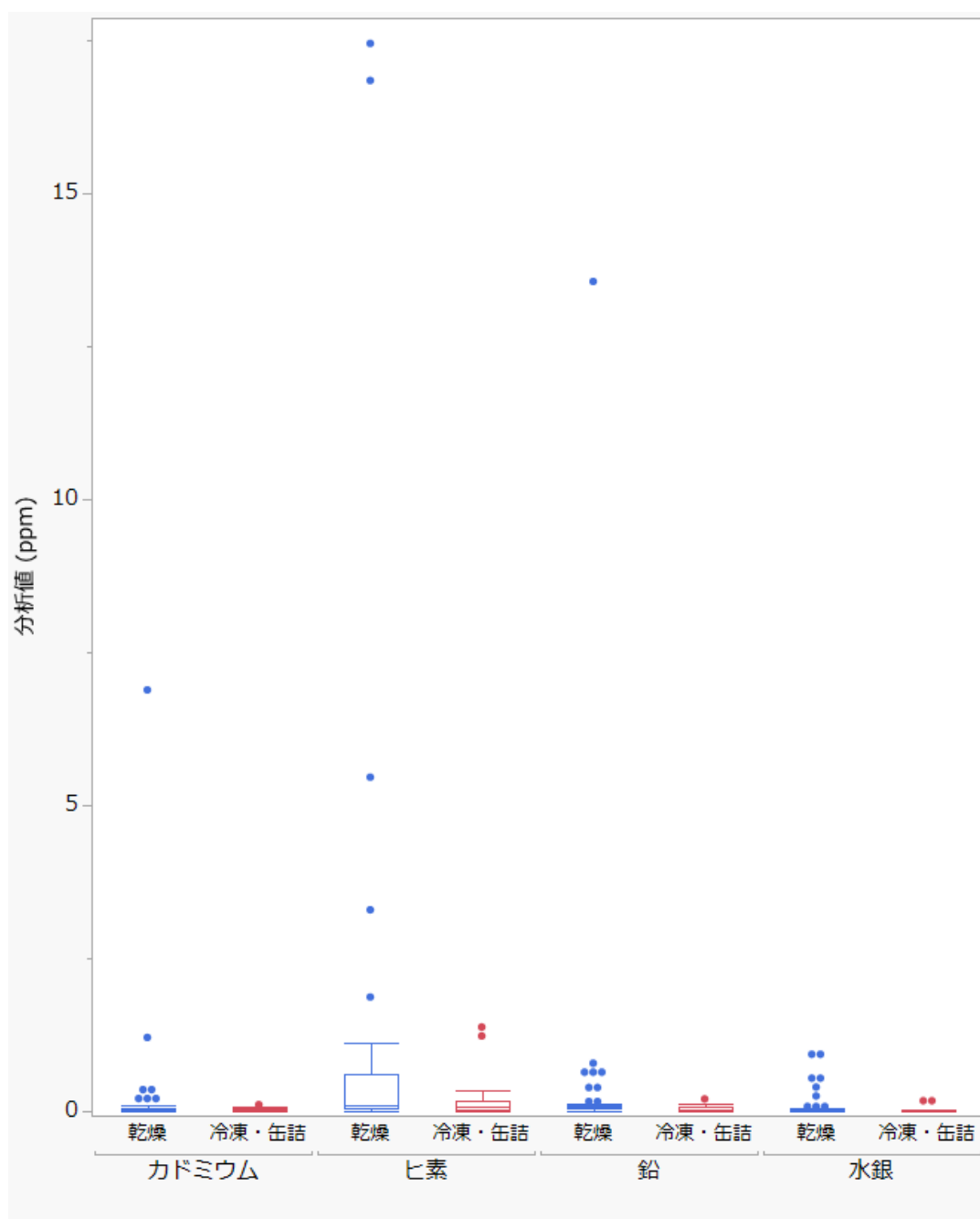


図 1 有害元素の実態調査結果の概要

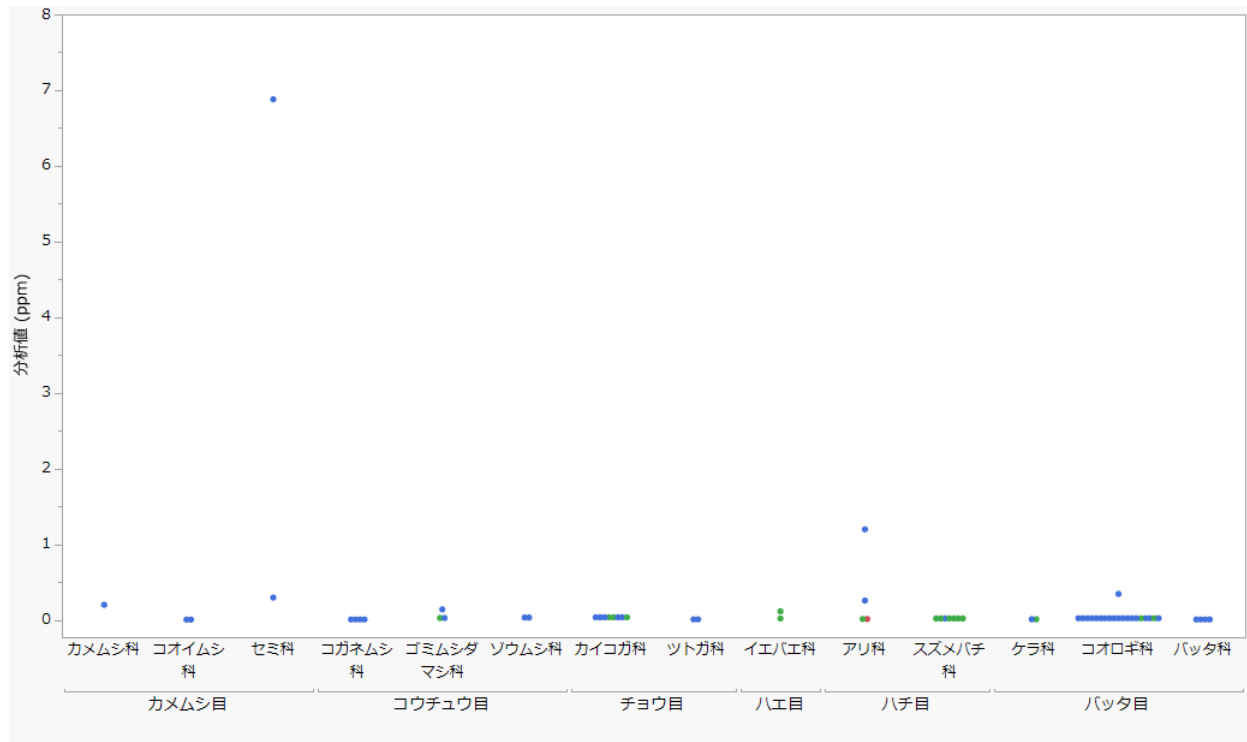


図 2 食用昆虫に含まれるカドミウム濃度 (ppm)

青: 乾燥品、緑: 冷凍品、赤: 缶詰

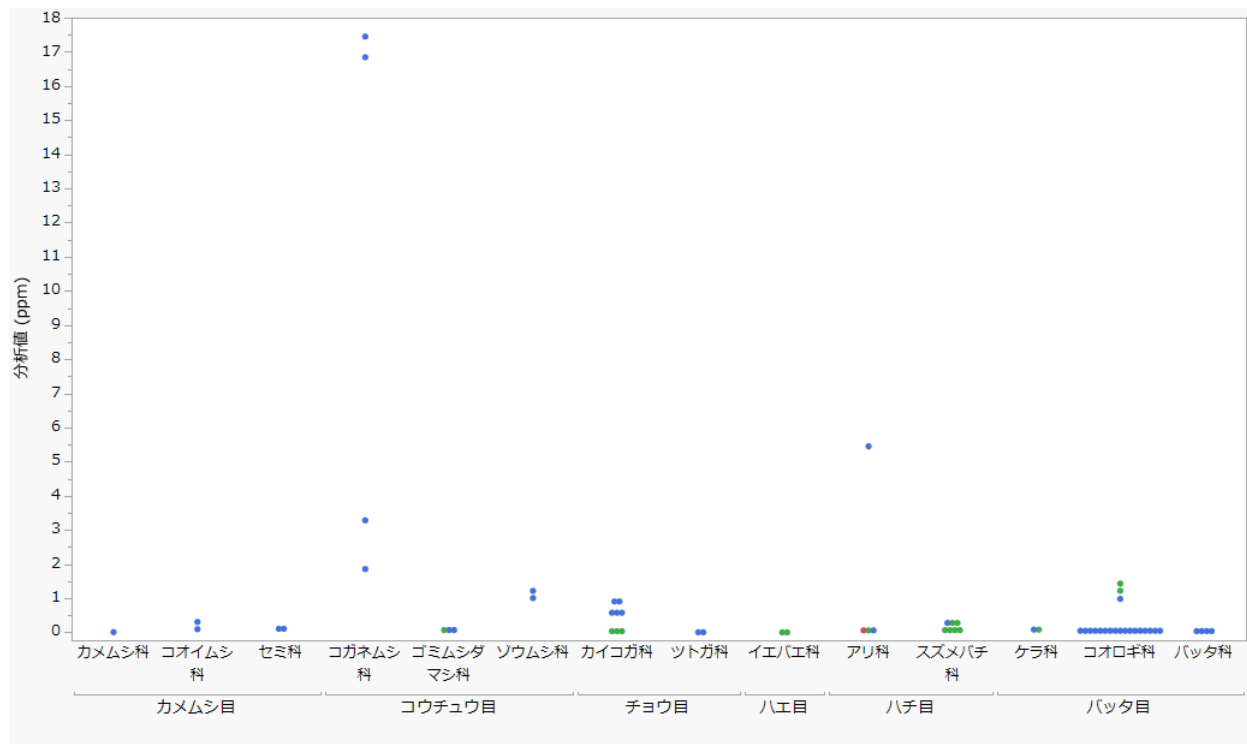


図 3 食用昆虫に含まれる総ヒ素濃度 (ppm)

青: 乾燥品、緑: 冷凍品、赤: 缶詰

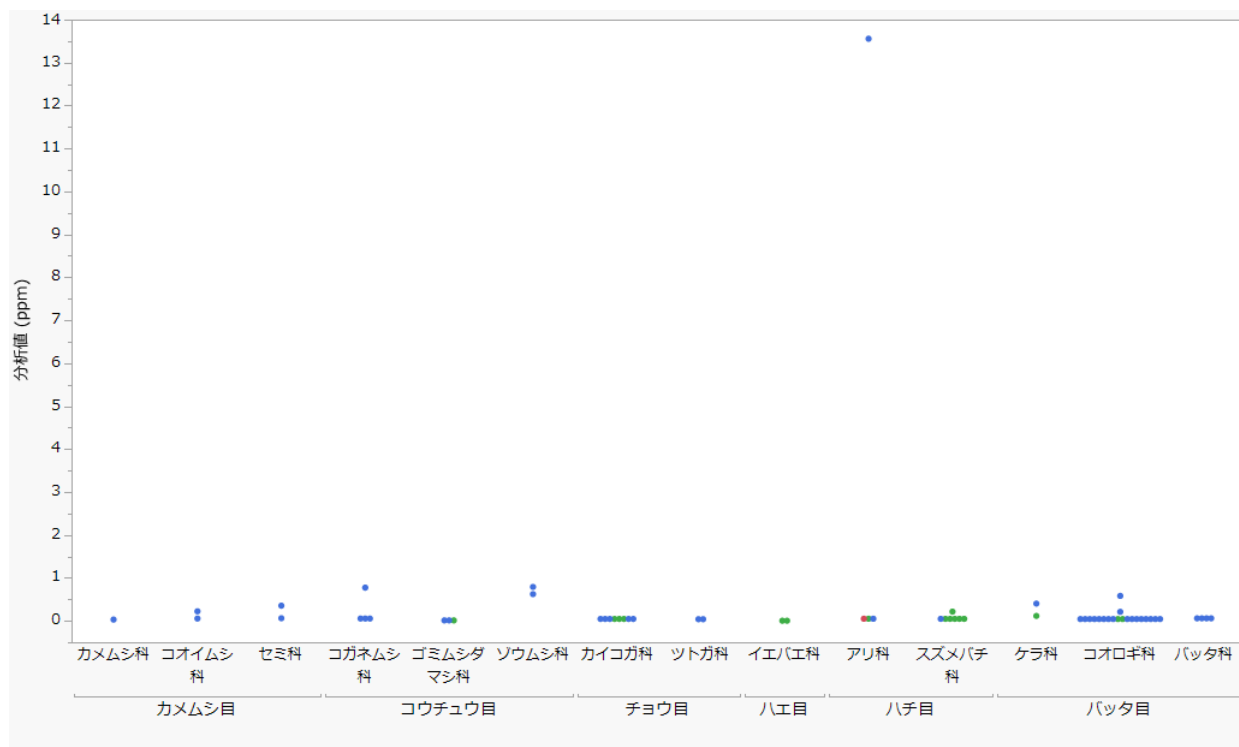


図 4-1 食用昆虫に含まれる鉛濃度 (ppm)

青: 乾燥品、緑: 冷凍品、赤: 缶詰

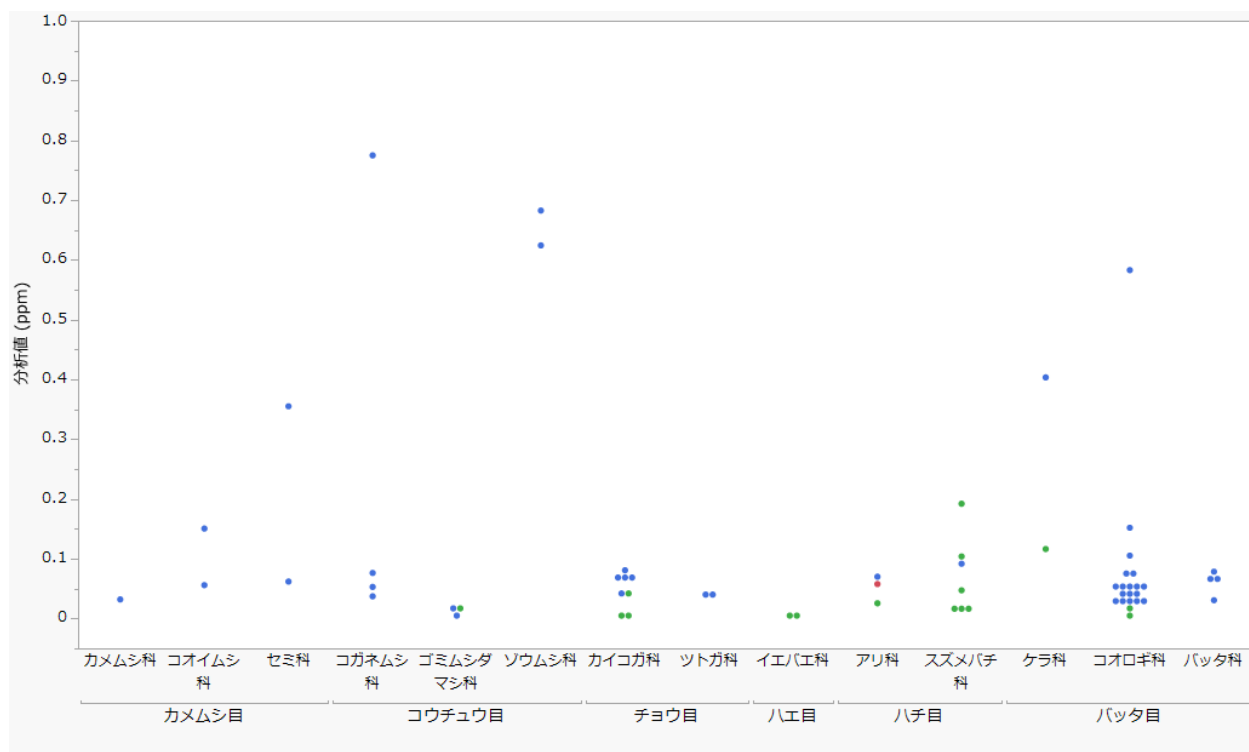


図 4-2 食用昆虫に含まれる鉛濃度 (ppm) (0～1 ppm を拡大)

青: 乾燥品、緑: 冷凍品、赤: 缶詰

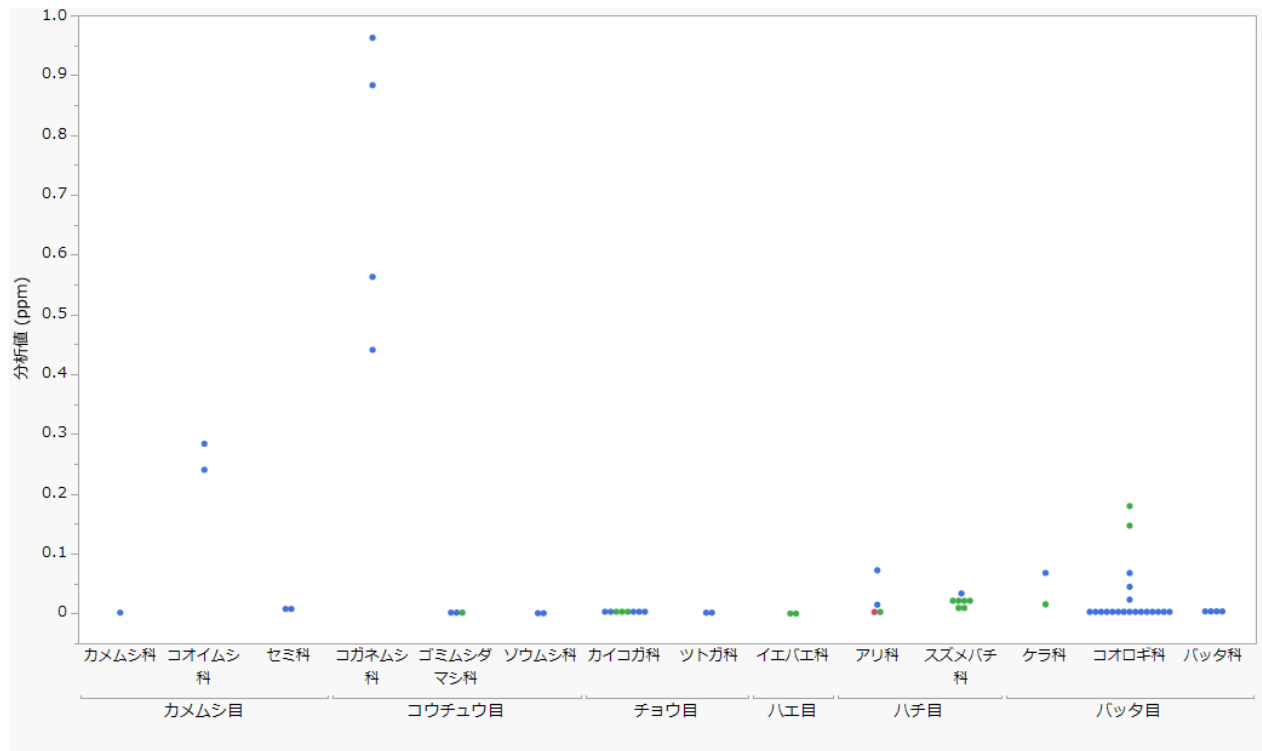


図 5 食用昆虫に含まれる総水銀濃度 (ppm)

青:乾燥品、緑:冷凍品、赤:缶詰

表 7 GC-MS/MS による農薬一斉分析法の妥当性評価試験結果(マトリックス検量線法)

	0.01 ppm			0.005 ppm		
	真度 (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)	真度 (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)
Acetochlor	93	3.4	4.9	89	2.7	4.1
Acrinathrin	94	3.5	4.8	86	2.1	6.1
Alachlor	96	1.7	3.8	91	3.0	3.7
Aldrin	80	4.8	5.0	69	2.9	4.4
Ametryn	96	2.5	6.3	84	3.4	7.4
Atrazine	83	6.3	6.3	72	3.5	8.0
Azinphos methyl	91	3.5	6.4	84	1.2	8.6
Azoxystrobin	93	4.1	4.8	87	1.7	5.2
Benalaxyl	97	3.2	4.9	90	2.5	2.9
Benfluralin	89	3.7	4.7	83	1.7	2.6
Benfuresate	94	2.5	5.0	89	2.8	3.5
Benoxacor	94	3.7	3.7	89	2.8	3.5
α -BHC	86	3.3	3.3	82	0.6	3.3
β -BHC	96	4.4	4.4	89	2.4	5.5
γ -BHC	90	4.2	4.2	84	1.6	2.5
δ -BHC	94	4.0	5.7	90	4.4	15.3
Bifenoxy	96	4.4	4.9	92	2.9	4.8
Bifenthrin	93	4.4	5.6	83	3.3	3.7
Bromobutide	92	5.6	6.0	87	2.4	3.2
Bromopropylate	29	23.5	35.9	43	10.1	17.3
Bupirimate	96	1.4	3.0	89	3.5	3.5
Buprofezin	95	5.2	5.2	90	4.3	7.1
Butachlor	95	2.1	4.0	89	2.9	4.1
Butamifos	97	5.1	5.8	91	2.5	3.1
Cadusafos	90	3.3	5.7	82	1.7	2.5
Cafenstrole	91	5.1	6.6	95	3.6	5.9
Chlordane (<i>cis</i>)	93	4.2	5.0	84	3.0	4.0
Chlordane (<i>trans</i>)	96	3.9	5.1	85	2.3	2.8
Chlorfenapyr	92	8.6	8.7	91	8.9	16.9
Chlorfenvinphos (<i>E</i>)	82	5.0	6.0	84	1.5	2.2
Chlorfenvinphos (<i>Z</i>)	89	6.3	6.3	86	3.6	3.6
Chlorpropham	93	3.2	3.7	87	2.1	2.4
Chlorpyrifos	91	4.2	4.4	85	3.1	4.5
Chlorpyrifos methyl	89	3.1	5.6	84	4.0	8.0
Chlorthal dimethyl	92	5.5	5.9	89	3.6	3.6
Clomazone	90	5.2	5.2	81	4.7	4.7
Cyanazine	93	3.8	4.3	82	3.0	8.2
Cyfluthrin	96	2.8	4.4	94	5.1	6.1
Cyhalothrin	96	2.4	3.8	93	2.3	3.1
Cypermethrin	85	4.6	8.3	62	5.7	11.5
Cyprodinil	95	4.2	4.2	87	2.2	3.8
p,p' -DDD	95	2.7	5.6	89	1.5	3.8
p,p' -DDE	92	5.7	6.1	80	3.5	3.5
o,p' -DDT	93	5.2	5.4	84	3.3	4.2
p,p' -DDT	93	6.7	6.7	88	2.4	2.8
Deltamethrin	105	1.6	3.6	101	4.7	13.5
Diazinon	79	6.2	12.1	86	2.2	3.3
Dichloran	90	4.4	5.3	87	2.1	2.1
Dieldrin	93	10.7	12.5	88	10.1	17.5
Diflufenican	95	2.5	4.7	89	3.8	3.8
Dimethametryn	94	7.4	8.5	86	5.3	6.0
Dimethenamid	94	5.9	6.8	86	4.1	4.1
Dimethoate	89	1.7	2.9	85	3.7	3.7
Dimethylvinphos (<i>E</i>)	47	6.5	10.7	60	5.4	8.6
Dimethylvinphos (<i>Z</i>)	62	4.9	8.6	72	4.3	8.2
Disulfoton	91	3.2	3.4	87	3.9	4.2
Edifenphos	26	10.3	13.5	39	2.9	10.7
α -Endosulfan	89	13.6	15.5	62	14.7	24.4
β -Endosulfan	93	3.1	4.9	87	3.3	3.7
Endrin	93	3.9	4.2	87	3.4	3.4
EPN	94	5.1	6.2	92	5.3	5.9
Esprocarb	79	7.7	9.0	50*	11.0	11.0
Ethion	97	4.4	5.6	90	2.5	4.2
Ethoprophos	84	6.6	7.0	82	2.0	2.8
Etofenprox	95	4.7	5.1	93	2.2	6.7
Etoxazole	96	4.8	4.9	90	3.8	4.9
Fenarimol	62	11.6	13.2	75	4.5	9.1
Fenitrothion	93	4.0	4.4	89	2.0	2.8
Fenoxanil	95	2.8	3.6	86	2.2	4.7
Fenpropathrin	98	4.7	5.9	93	2.4	6.8
Fenpropimorph	79	4.9	7.3	63	3.9	4.1
Fenvalerate	94	3.6	3.7	95	2.1	6.4
Fipronil	95	6.0	7.1	89	3.4	5.6
Flamprop methyl	97	5.3	5.4	89	2.8	3.1
Flucythrinate	98	4.4	5.3	95	3.0	5.8

	0.01 ppm			0.005 ppm		
	真度 (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)	真度 (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)
Fludioxonil	95	3.1	3.5	90	3.7	4.9
Fluquinconazole	94	4.4	4.7	91	2.4	4.7
Flutolanil	89	4.3	4.3	72	3.0	4.0
Fluvalinate	103	2.6	4.5	94	2.1	5.5
Fthalide	78	5.4	5.4	77	1.9	3.5
Heptachlor	86	6.2	6.2	79	5.0	5.0
Heptachlor endo-epoxide	92	6.4	6.4	87	2.9	3.9
Heptachlor exo-epoxide	92	8.3	8.3	85	4.0	4.0
Hexachlorobenzene	61	8.9	8.9	49	5.4	6.0
Indoxacarb	92	4.4	5.5	90	2.3	4.7
Iprobenfos	97	2.6	6.5	87	3.9	3.9
Isofenphos	93	4.3	4.4	90	3.2	3.5
Isofenphos oxon	85	6.5	8.1	80	2.7	5.0
Isoprothiolane	95	1.6	2.8	90	3.2	3.2
Isoxathion	93	3.9	5.1	90	1.9	3.6
Kresoxim methyl	95	5.1	5.1	93	2.4	4.7
Malathion	77	6.8	7.9	75	4.9	4.9
Mefenacet	93	4.2	6.4	83	4.9	4.9
Mefenpyr diethyl	96	3.7	3.8	92	2.0	3.7
Mepronil	98	3.4	5.3	90	2.2	3.4
Metalaxyl	94	4.7	6.7	87	4.1	4.7
Methidathion	95	6.8	6.8	87	2.6	3.6
Methoxychlor	95	2.7	4.8	93	2.2	5.6
Metolachlor	94	6.4	7.5	87	2.1	2.7
Oxadiazon	94	4.8	4.8	89	3.1	4.6
Parathion	92	3.8	3.8	90	2.5	2.7
Parathion methyl	93	3.7	3.9	88	3.2	3.2
Penconazole	78	5.9	5.9	83	4.1	4.1
Pendimethalin	94	2.9	4.8	88	3.2	4.2
Permethrin	92	2.7	5.0	76	2.2	5.9
Phenothrin	96	4.5	5.3	88	3.8	4.5
Phenthoate	96	5.8	5.8	87	5.8	5.8
Phosalone	94	4.0	5.1	92	2.6	4.6
Phosmet	82	5.3	6.9	81	4.4	7.6
Piperonyl butoxide	96	5.4	5.4	92	2.9	3.7
Pirimiphos methyl	95	4.8	7.2	92	2.0	3.0
Procymidone	95	2.6	2.8	89	0.9	3.3
Propoxur	95	5.7	9.5	83	6.3	8.8
Propyzamide	94	5.8	7.1	87	3.5	4.9
Prothiofos	90	7.5	7.5	80	6.6	6.8
Pyraclofos	56	6.2	7.8	66	2.6	5.6
Pyraflufen ethyl	95	2.7	2.9	89	2.4	3.1
Pyributicarb	97	7.6	9.0	91	1.0	6.0
Pyridaben	96	2.8	5.1	88	1.5	5.1
Pyrimethanil	95	3.6	4.8	82	3.6	5.8
Pyriminobac methyl (<i>E</i>)	94	3.7	5.0	89	3.5	3.5
Pyriminobac methyl (<i>Z</i>)	97	5.0	5.4	93	3.6	4.4
Pyriproxyfen	94	2.7	7.1	90	3.4	3.4
Quinalphos	95	4.5	5.5	88	2.4	3.2
Quinoxifen	97	2.9	3.9	89	1.7	3.1
Quintozene	83	2.6	3.0	77	0.6	3.0
Silaflufen	97	3.7	5.0	88	1.4	5.0
Tebufenpyrad	97	4.5	6.4	94	2.1	3.1
Tefluthrin	91	4.8	6.0	85	3.0	3.0
Terbufos	87	3.8	5.3	83	2.0	2.3
Tetradifon	95	2.0	3.6	92	1.0	4.9
Thenylchlor	90	5.7	5.7	86	0.8	3.2
Thiobencarb	94	2.7	2.7	88	3.0	4.7
Tolclofos methyl	90	6.4	8.0	84	2.9	5.2
Triadimefon	92	4.9	7.2	87	2.4	3.5
Triallate	87	6.8	13.7	76	3.9	5.3
Triazophos	94	4.3	4.3	89	2.3	3.1
Tribuphos	84	6.4	9.0	78	6.7	8.9
Trifloxystrobin	95	5.8	6.8	90	2.4	2.4
Trifluralin	89	2.7	3.3	83	1.8	3.6
Vinclozolin	90	4.2	5.1	88	2.2	3.6

表 8 LC-MS/MS による農薬一斉分析法の妥当性評価試験結果(マトリックス検量線法)

	0.01 ppm			0.005 ppm		
	真度 (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)	真度 (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)
Acephate	11	38.8	77.9	44	9.6	18.4
Acetamiprid	78	4.2	4.8	77	3.7	5.2
Anilofos	100	1.8	3.5	93	3.0	6.7
Azamethiphos	77	1.5	19.0	82	3.3	9.6
Bendiocarb	98	7.9	16.3	90	16.5	16.5
Benzofenap	96	3.3	3.3	89	4.9	4.9
Bitertanol	105	6.4	8.6	87	10.0	10.0
Boscalid	96	4.4	4.6	88	2.6	5.3
Bromacil	66	10.1	10.3	55	11.1	14.0
Butafenacil	98	2.4	2.6	90	1.2	4.6
Carbaryl	94	7.3	11.7	86	12.1	12.1
Carbendazim	87	3.5	7.5	77	9.7	10.4
Carbofuran	100	5.3	9.7	92	7.5	7.5
Carboxin	86	4.3	4.4	84	2.6	2.6
Carpropamid	98	2.9	4.6	91	4.7	4.8
Chlorfluazuron	96	4.9	4.9	90	4.9	10.3
Chloridazon	75	5.7	6.9	74	3.3	4.6
Chloroxuron	98	5.2	5.2	88	3.8	4.6
Chromafenozide	100	9.7	9.7	85	5.7	5.7
Clofencet	0	0.0	-	4	0.0	43.2
Clofentezine	65	10.0	15.9	66	10.0	20.4
Clomeprop	94	4.0	5.2	86	6.7	7.9
Cloquintocet mexyl	101	1.7	4.4	93	2.8	3.1
Clothianidin	72	8.1	9.7	72	4.6	5.6
Coumaphos	100	6.0	6.0	90	2.9	3.3
Cumyluron	98	3.3	3.3	89	2.0	2.8
Cyazofamid	95	3.7	3.7	94	3.2	3.5
Cyflufenamid	99	3.1	3.8	90	3.7	4.6
Cymoxanil	81	5.0	14.7	83	15.2	19.1
Cyproconazole	99	1.7	3.1	87	2.7	3.7
Daimuron	99	3.6	3.6	89	4.3	4.3
Demeton-S-methyl sulfoxide	77	5.3	9.4	79	3.3	5.0
Diclotophos	85	4.9	9.1	85	4.3	4.5
Difenoconazole	97	1.6	5.5	87	3.3	4.1
Diflubenzuron	98	3.9	3.9	94	9.3	9.3
Dimethirimol	89	3.4	3.4	77	4.3	8.4
Dimethomorph	93	1.4	2.7	86	2.2	4.6
Dinotefuran	55	11.6	26.8	69	10.2	14.1
Diuron	93	2.6	2.9	85	1.6	2.4
Epoxiconazole	96	2.1	3.4	91	12.9	12.9
Ethiofencarb	95	9.7	13.4	83	16.4	25.6
Ethiprole	92	7.7	8.2	85	9.5	9.5
Etobenzanid	99	3.2	5.4	92	6.8	6.8
Fenamidone	101	3.3	3.5	91	2.2	4.6
Fenamiphos	99	3.4	4.3	92	3.3	6.1
Fenbuconazole	96	3.0	4.7	89	3.4	4.8
Fenobucarb	100	5.5	9.6	87	7.1	10.3
Fenoxaprop ethyl	94	5.6	6.3	90	6.0	6.0
Fenoxycarb	102	2.3	4.2	92	2.2	3.8
Fenpyroximate (E)	87	8.9	14.3	85	4.5	6.4
Fenpyroximate (Z)	104	3.0	11.4	93	6.5	6.8
Fensulfothion	95	3.1	4.4	87	4.0	5.1
Ferimzone	96	2.6	3.4	90	2.8	3.2
Fluacrypyrim	103	3.4	10.5	91	10.1	10.1
Fluazifop-butyl	96	4.6	6.3	91	3.6	3.6
Fluazinam	88	5.9	16.8	81	13.4	16.0
Flufenacet	100	2.5	4.3	90	0.9	3.5
Flufenoxuron	114	12.4	17.9	98	14.4	14.4
Fluridone	91	3.7	3.7	83	3.0	4.2
Flusilazole	101	1.9	3.1	92	2.8	3.7
Fosthiazate	98	1.9	4.5	88	2.5	3.5
Furametpyr	95	2.9	3.3	90	2.0	2.8
Furathiocarb	80	6.6	11.5	81	5.0	7.0
Hexaconazole	97	1.6	4.0	91	3.3	3.3
Hexaflumuron	93	18.4	18.4	84	11.8	14.9
Hexazinone	91	4.2	4.2	86	3.7	4.0
Hexythiazox	91	5.9	9.4	87	12.1	12.1
3-Hydroxycarbofuran	82	3.6	5.8	79	3.7	4.7
Imazalil	95	6.6	6.6	87	6.3	7.6
imazamethabenz methyl	94	4.3	4.4	85	2.8	4.1
Imibenconazole	105	3.5	6.0	102	7.4	14.8
Imidacloprid	73	6.9	9.1	72	3.7	6.0
Indanofan	98	3.4	5.8	94	4.5	9.0
Iprovalicarb	100	2.4	3.1	92	4.0	4.3
Isoprocarb	96	6.3	6.3	90	7.9	8.7
Isoxathion oxon	92	4.0	4.0	88	2.0	2.5
Lactofen	95	6.4	9.3	88	1.7	3.7
Lenacil	97	3.4	3.7	90	3.0	3.2
Linuron	100	4.1	5.7	92	2.2	3.1
Lufenuron	112	4.9	8.5	99	12.9	20.9
Mandipropamid	94	2.3	2.6	82	4.7	5.9
Mepaniprim	96	3.2	3.2	92	4.1	4.3
Metconazole	99	3.2	3.3	91	4.0	4.0
Methabenzthiazuron	98	2.0	3.0	93	1.0	3.6
Methamidophos	64	7.1	10.6	71	1.9	9.0
Methiocarb	101	4.5	8.1	93	6.4	8.0
Methoxyfenozide	99	8.9	16.8	88	6.8	7.5
Mevinphos	89	7.5	13.8	79	8.9	8.9
Monocrotophos	77	7.9	10.2	83	2.9	6.2
Monolinuron	98	3.1	3.5	91	3.2	4.7
Myclobutanil	97	3.1	4.5	90	4.2	4.2
2-(1-Naphthyl)acetamide	92	2.4	2.6	86	3.3	3.7
Naproanilide	100	2.8	4.0	92	1.5	1.6
Napropamide	98	3.6	3.6	92	3.6	5.2
Norflurazon	94	2.1	2.4	88	2.9	5.1
Novaluron	107	8.0	9.1	99	6.7	14.6
Omethoate	70	8.5	14.5	75	6.1	7.5
Oryzalin	101	8.2	15.0	103	10.7	10.7
Oxadixyl	87	2.8	3.5	85	3.1	5.8
Oxamyl	67	12.8	17.1	75	8.0	11.5
Oxaziclomefone	101	7.4	8.7	91	0.8	3.5
Paclobutrazol	98	2.5	2.5	92	4.9	4.9
Pencycuron	98	3.2	3.2	92	5.2	6.0
Phenmedipham	87	2.8	6.9	83	4.2	4.8
Phosphamidon	94	3.9	7.3	87	2.6	4.7
Phoxim	94	4.8	10.5	97	4.1	10.6
Pirimicarb	98	2.6	2.7	91	5.5	5.5
Pretilachlor	99	2.2	3.3	89	2.4	3.5
Prochloraz	99	4.3	4.9	89	5.7	5.7
Profenofos	94	3.0	4.6	88	4.9	4.9
Prometryn	100	3.8	3.8	92	3.7	4.6
Propamocarb	14	13.6	16.3	11	0.9	34.7
Propaquizafop	93	5.4	5.5	83	1.8	5.3
Propetamphos	96	12.5	13.0	87	10.6	22.2
Propiconazole	95	4.8	6.8	87	2.1	2.2
Pyraclostrobin	94	1.4	2.7	86	6.5	6.5
Pyridalid	94	5.0	5.0	89	3.6	6.9
Pyroquilon	89	3.7	5.1	79	3.2	3.6
Quinoclamine	90	3.0	4.6	86	3.4	4.2
Quizalofop ethyl	94	2.1	3.0	88	3.6	3.8
Simazine	98	3.3	3.5	92	3.7	8.5
Simeconazole	97	2.2	4.3	90	7.2	8.0
Simetryn	98	2.3	2.6	91	2.6	4.3
Spinosyn A	95	10.2	18.0	80	5.1	5.1
Spinosyn D	95	5.1	12.1	81	4.7	4.7
Tebuconazole	97	2.6	2.9	90	3.6	3.6
Tebufozide	101	18.5	18.5	95	6.3	15.6
Tebuthiuron	96	3.8	4.5	90	2.4	3.0
Teflubenzuron	107	3.0	6.5	100	8.7	8.8
Tetrachlorvinphos	91	7.4	9.8	91	8.7	10.2
Tetraconazole	97	4.6	5.6	93	4.8	5.0
Thiabendazole	86	3.9	4.7	84	3.6	4.0
Thiacloprid	78	5.1	6.6	76	2.9	4.9
Thiamethoxam	60	8.9	8.9	67	4.1	10.3
Thifluzamide	104	5.7	6.7	94	11.9	12.9
Tolfenpyrad	98	2.7	3.8	91	3.6	3.6
Triadimenol	98	2.8	4.3	95	6.9	7.6
Tricyclazole	83	3.7	6.7	80	3.0	4.0
Triflumizole	100	3.6	7.3	92	3.8	3.8
Triflumizole metabolite	94	5.0	6.7	91	7.3	7.3
Triflumuron	104	5.1	12.0	101	8.3	11.8
Triticonazole	96	3.9	5.2	92	3.2	4.5
XMC	92	9.6	9.6	88	19.5	23.4

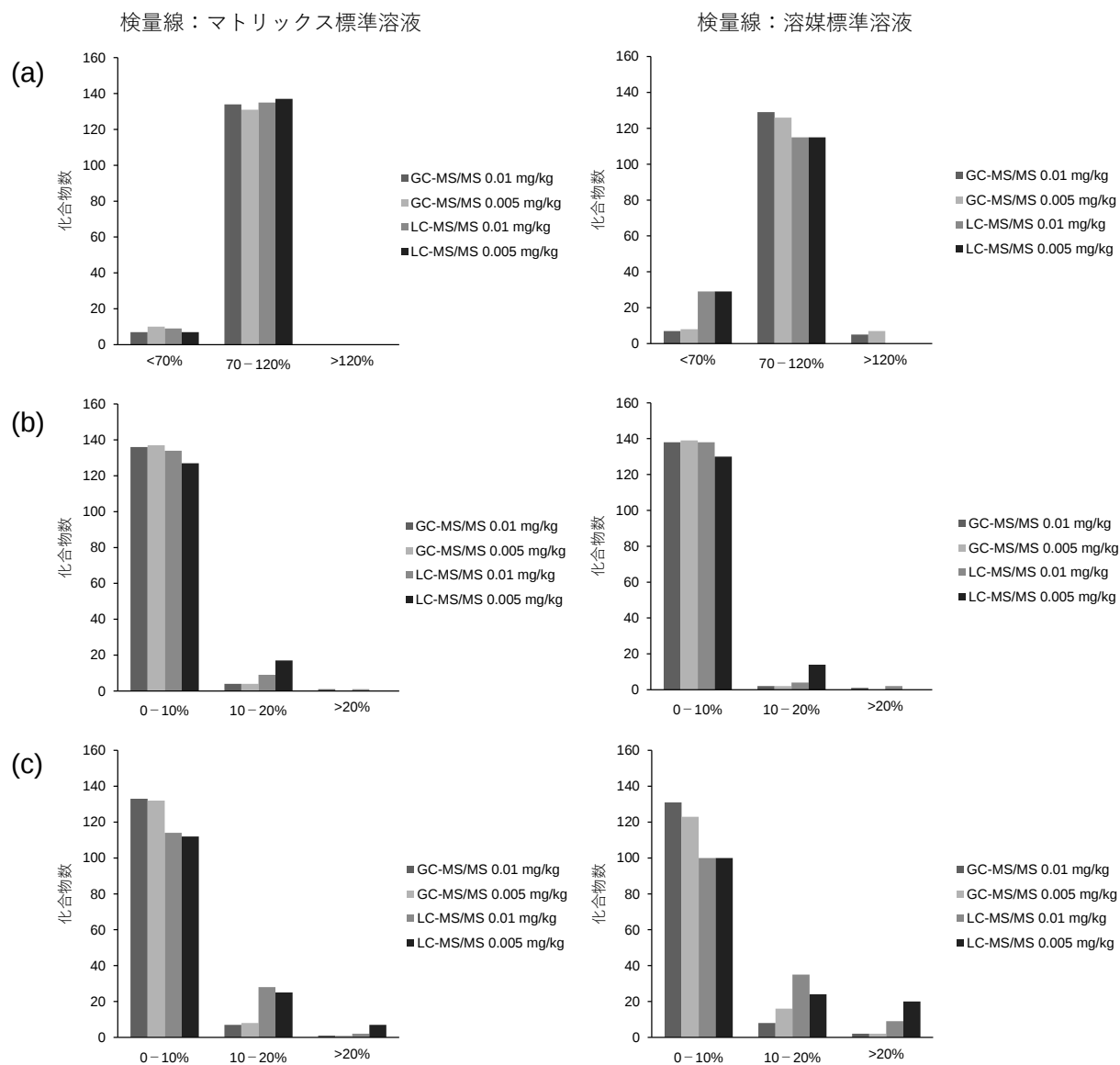


図 6 妥当性評価試験結果の概要

(a) 真度、(b) 併行精度、(c) 室内精度

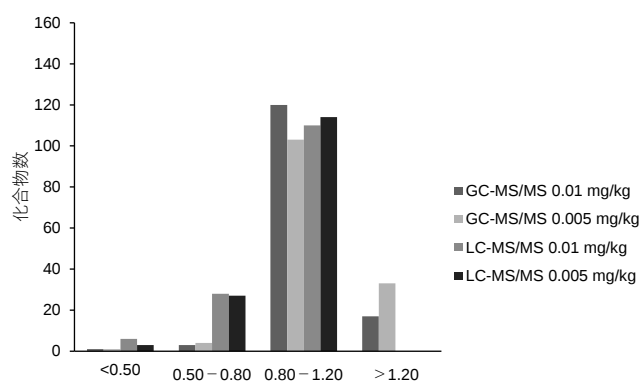


図 7 マトリックスの影響*

*マトリックス標準溶液に対する溶媒標準溶液のピーク面積比

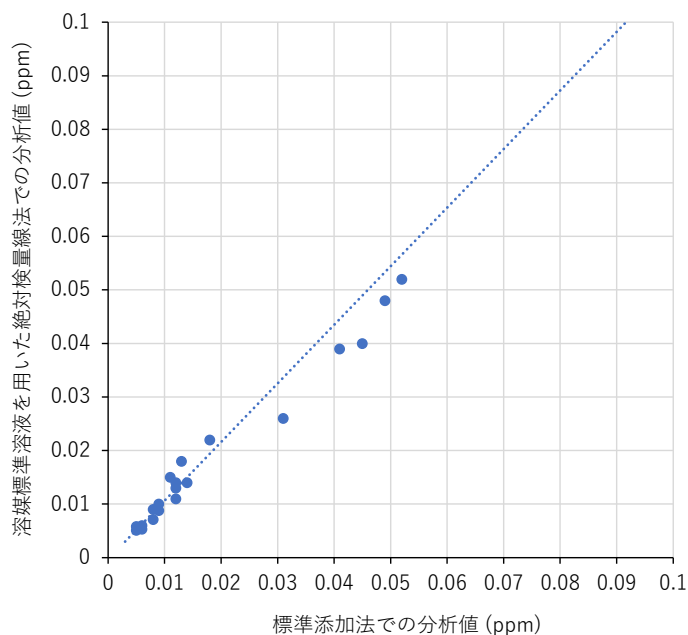


図 8 標準添加法及び溶媒標準溶液を用いた絶対検量線法で求めた分析値の比較

表 9 定量限界¹以上農薬が検出された検体及びその分析値²

昆虫	原産国	パウダー/姿	味付け	乾燥/冷凍	農薬	分析値 (mg/kg)
イナゴ (成虫)	タイ	姿	食塩	乾燥	Carbaryl	0.006
カイコ(さなぎ)	タイ	姿	無	乾燥	Ametryn	0.05
					Chlorfenapyr	0.04
					Atrazine	0.006
カイコ (さなぎ)	タイ	パウダー	無	乾燥	Ametryn	0.01
					Chlorfenapyr	0.02
					Cyfluthrin	0.005
カイコ (さなぎ)	タイ	パウダー	無	乾燥	Ametryn	0.01
					Chlorfenapyr	0.01
カイコ (さなぎ)	タイ	姿	食塩	乾燥	Ametryn	0.05
					Atrazine	0.008
					Chlorfenapyr	0.03
キイロスズメバチ (成虫)	日本	姿	無	冷凍	Cyfluthrin	0.01
					Phenothrin	0.009
黒アリ (卵)	タイ	姿	無	乾燥	Chlorpyrifos	0.005
					Mefenacet	0.01
					Permethrin	0.01
					Piperonyl butoxide	0.05
コガタスズメバチ (成虫)	日本	姿	無	冷凍	Silafluofen	0.009
トノサマバッタ (成虫)	タイ	姿	無	乾燥	Paclobutrazol	0.008

¹ 0.005 ppm

² 標準添加法で求めた分析値