

令和元年度（第14回）秋田県健康環境センター研究発表会抄録

食品衛生対策事業

畜水産物中の残留動物用医薬品一斉分析法の開発と行政検査の結果について

宇賀神理奈 松淵亜希子 古井真理子 藤井愛実
 珍田尚俊 今野祿朗*¹ 天明さおり*² 櫻庭香織*³

1. はじめに

動物用医薬品は、家畜等の畜水産物を病気や寄生虫から守るために使用されている。しかし、過剰に薬剤を使用した場合、畜産物への残留による健康被害が懸念されることから、食品衛生法により、数 ppb レベルの厳しい基準が設けられている。また、2006年より施行されたポジティブリスト制度によって、評価すべき医薬品数が増加したため、高精度かつ網羅的な一斉分析法が必要となった。加えて、信頼性の高い分析結果であることを保証するため、バリデーション（妥当性評価）を行い、精度確認をすることが必須となっている。

当所では、HPLC、LC-MS/MS を用いて動物用医薬品の検査を行ってきた。2012年度から2014年度にかけては、新規一斉分析法の検討を行い、7食品を対象とした妥当性評価試験を行っている¹⁾。また、この新規一斉分析法を用いて2014年度より食品中の残留動物用医薬品の検査を実施してきた。今回は、新規一斉分析法の検討内容と妥当性評価試験の結果について、また、これらの検討結果をもとに2014年度から2018年度に行った新規一斉分析法による行政検査の結果について報告する。

2. 方法

2.1 新規一斉分析法について

従来の前処理法をもとに、抽出方法と精製方法について検討を行った。抽出方法は、抽出効率を上げ、操作を簡便にするために、抽出溶媒と容器を変更した。精製方法は、脂質の精製効果を上げるため、精製溶媒と固相カラムを変更した。対象医薬品は115項目とした。

2.2 妥当性評価試験について

厚生労働省通知のガイドライン^{2,3)}に従い、各

動物用医薬品の添加回収試験を実施した。試料は、代表的な食品：鶏肉、豚肉、牛肉、さけ、鶏卵、牛乳、はちみつの7種類である。添加濃度は2濃度（0.01ppm及び0.04ppm）、分析者3名が2濃度添加試料を1日2試行、2日間分析で行った。評価基準は、2濃度において真度（回収率70～120%）、併行精度（0.01ppm：25%未満、0.04ppm：15%未満）、室内精度（0.01ppm：30%未満、0.04ppm：20%未満）を満たした場合のみ適合とした。また、妨害ピークの有無、定量限界、検量線の精度についても確認した。

3. 結果及び考察

前処理法において、抽出方法と精製方法の検討を行った結果、抽出工程を省力化することができ、高沸点化合物の回収率が向上するなど、より簡便で高精度な一斉分析法を構築することが出来た（図1-1、図1-2）。

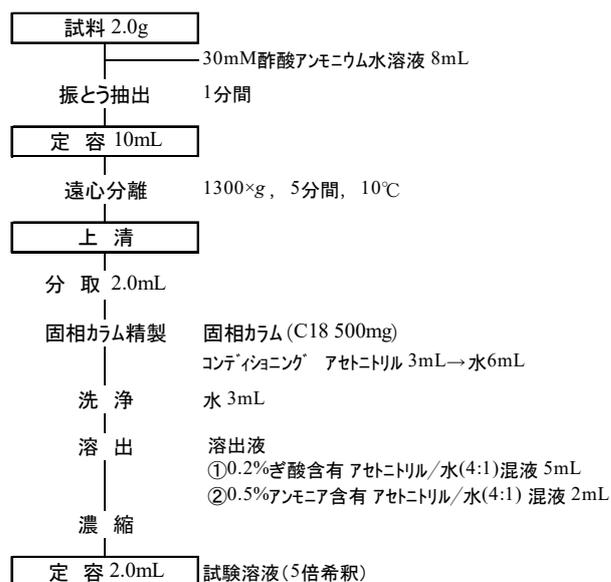


図1-1 はちみつの前処理フロー

*¹ 生活衛生課、*² 秋田地域振興局福祉環境部、*³ 仙北地域振興局福祉環境部

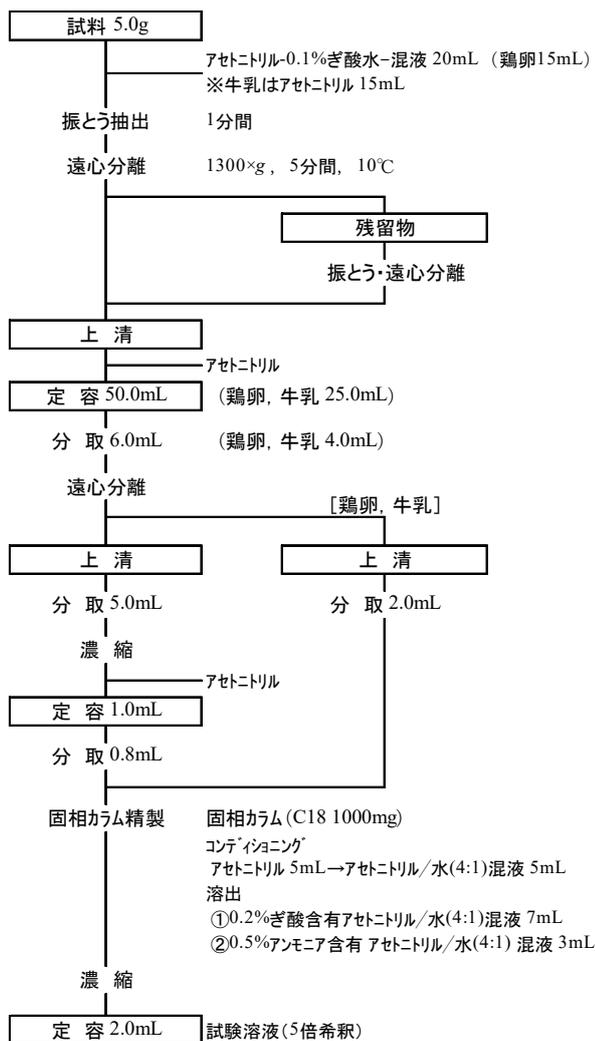


図1-2 鶏肉・豚肉・牛肉・さけ・鶏卵・牛乳の前処理フロー

この分析法について、妥当性評価試験を行った結果、7食品において評価基準に適合した動物用医薬品は、115項目中の8割以上となった(図2)。よって、本法は残留動物用医薬品の一斉分析法として有用であると考えられる。



図2 妥当性評価試験結果

4. 行政検査の結果について

2014年度から2018年度の5年間で、県内に流

通していた食品6種類2811件について、前述の新規一斉分析法を用いて残留動物用医薬品の検査を行った。評価可能な医薬品は、食品ごとの妥当性評価が適合し、行政検査と同時に行った添加回収試験の回収率及び精度が良好であった成分とした。

検査の結果、全ての検体において基準値違反、定量下限値以上の検出はなかった(表1)。

表1 行政検査の結果

検査年度	食品名	件数	結果
2014	牛乳	273	定量下限値未満
	鶏卵	380	定量下限値未満
2015	豚肉	352	定量下限値未満
	鶏卵	364	定量下限値未満
2016	豚肉	272	定量下限値未満
	はちみつ	490	定量下限値未満
2017	鶏肉	344	定量下限値未満
	牛肉	336	定量下限値未満

5. まとめ

残留動物用医薬品の検査について、新規一斉分析法を検討し、妥当性評価試験を実施した。評価基準に適合した動物用医薬品の割合は、牛乳、はちみつで9割以上、その他食品で8割以上と良好な結果であり、本法は効率的かつ高精度な一斉分析法として有用と考えられた。

この新規一斉分析法を用いた過去5年間の行政検査では、基準値違反はなく、検出された動物用医薬品もないことから、県内で流通している畜水産物は、動物用医薬品が適切に使用されていると思われた。

今後は、妥当性評価試験で不適合だった残りの医薬品についての改善策や、他の食品について検討し、行政検査に活かしたいと考えている。さらに、動物用医薬品に加え、飼料添加物や畜水産物に含まれる農薬等の成分分析についても検討していく必要がある。

参考文献

- 1) 松淵亜希子, 他: 秋田県健康環境センター年報, 10, 2014, 59-66.
- 2) 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, 平成19年11月15日, 食安発第115001号.
- 3) 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の一部改正について, 平成22年12月24日, 食安発第1124第1号.