

リレー随筆：残留農薬研究の現場から(4)

## 愛媛県における残留農薬検査の取り組み

愛媛県農林水産研究所 <sup>はざま</sup> 健 <sup>けん</sup> 二 <sup>じ</sup>

### はじめに

無登録農薬問題を発端とした2002年の農薬取締法改正を機に、愛媛県では、農業団体などの関係機関と一体となって適正な農薬の使用を推進し、県産農産物の安全性を確保する取り組みを実施することになりました。

農薬の安全かつ適正な使用は、基本的には農薬使用基準に基づき、その使用履歴を正確に記帳した記録簿によって確認されますが、愛媛県では、さらに、これらの作業が適正に行われていることを担保するため、抽出した検体について残留農薬の検査も併せて実施することとしました。これを受け当研究所では、2003年より年間約450検体の県内農産物の残留農薬分析を実施しています。

### I 残留農薬調査事業

#### 1 調査体制

愛媛県では、2002年より生産者や生産者団体等と連携し、愛媛県農薬適正使用推進協議会(事務局：県農産園芸課)を設置し、農薬の適正使用のための各種対策に取り組んでいます。

当研究所で行う残留農薬調査もその一つで、農薬の使用や残留農薬の情報把握体制の整備、農薬適正使用の徹底を組合せて、農薬適正使用管理システムを確立し、県産農産物の安全性確保を図るための一翼を担っています。

具体的な調査の流れは図のとおりです。推進協議会で決定された実施計画に基づき当研究所が分析調査を行います。結果は直ちに県庁担当課および農業団体に報告され、関係者や団体に報告・事後指導を行います。これらの結果は県のホームページ上にも公開され、概要を見ることが出来ます(図-1)。

#### 2 調査対象

調査対象は、県内で生産され食用として消費者に販売される農産物です。

分析品目は、愛媛県を代表するミカンなどの柑橘類から、野菜、コメ等、産地ごとに生産している農産物をほぼ網羅するように計画しています。年度始めに、年間計

画を策定し、年間約450検体を調査しています。なかには、愛媛県特別栽培農産物等認証制度により認証された農産物の分析も含まれています。

2009年度の搬入農産物は、柑橘王国愛媛らしく、柑橘類の搬入件数が多くなっています(図-2)。

#### 3 研究所における分析調査体制

2003年度に、ガスクロマトグラフ質量分析計(GC-MS)と液体クロマトグラフ質量分析計(LC-MS)が導入されました。これら機器を活用し、多成分一斉分析法によって農作物の残留農薬分析を実施しています。

##### (1) 検体の搬入

おおむね出荷前10日の農産物に、使用した農薬を記載した送付票を同封して、毎週火曜日に研究所へ搬入することとしています。搬入方法は様々ですが、宅配によるものがほとんどです。

分析前に、同封された送付票の農薬使用記録で、農薬使用基準を満たしているかを確認しています。

##### (2) 分析～報告

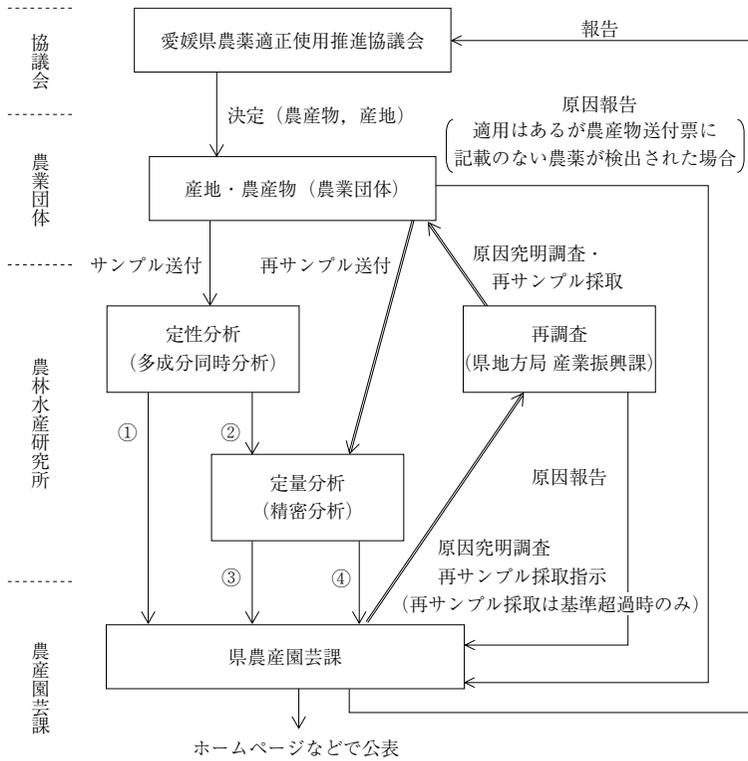
搬入された検体は、まず、スクリーニング(定性分析)を行います。この段階で、問題が生じた場合、再分析や再調査を実施し、残留基準値を超える恐れがないか定量分析によって確認します。基準値を超える場合は、県庁担当課を通じて関係機関へ連絡し、出荷を自粛するなどの措置を講じることとしています(図-1)。

### II 研究所における分析法の検討

当初、多成分一斉分析は、抽出・精製に4日以上を要し、機器分析、解析、報告書作成を含めると10日以上の期間が必要でした。これに対し、生産現場からは、より早い報告を求められたため、時間短縮ができる分析手法を検討しました(図-3)。

#### 1 抽出

従来の前処理法は、図-3に示すように、抽出・ろ過・液々分配・脱水・ろ過といった各段階にそれぞれ三角フラスコ・分液ロート・なす型フラスコ等のガラス器具を大量に使用し操作も煩雑でした。これを改良し、固相抽出にかけるまでの処理を50ml遠心沈殿管に変更し、検体・抽出溶剤・ヘキサン・pH調整剤・脱水剤を一度に加えて振とうし、遠心分離を行うことにより、固



【分析結果】

- 定性分析
  - ①基準値以下の場合および無登録農薬並びに適用がない農薬が検出されない場合
  - ②①以外の場合
- 定量分析
  - ③基準値以下の場合および無登録農薬並びに適用がない農薬が検出されない場合
  - ④③以外の場合

④の場合、原因究明調査を実施するとともに、出荷自粛など必要な措置を講じ、基準値超過の場合は再分析を行う。

①の場合で、当該農産物に適用はあるが農産物送付票に記載のない農薬が検出された場合（基準値内）、報告を受けた農業団体は、原因究明のための調査を実施し、農産園芸課に報告する。

図-1 愛媛県における農産物残留農薬調査体制

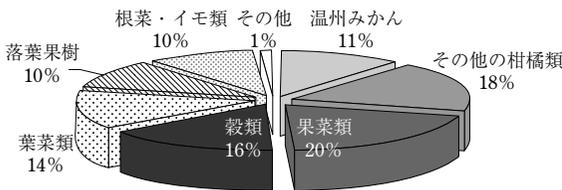


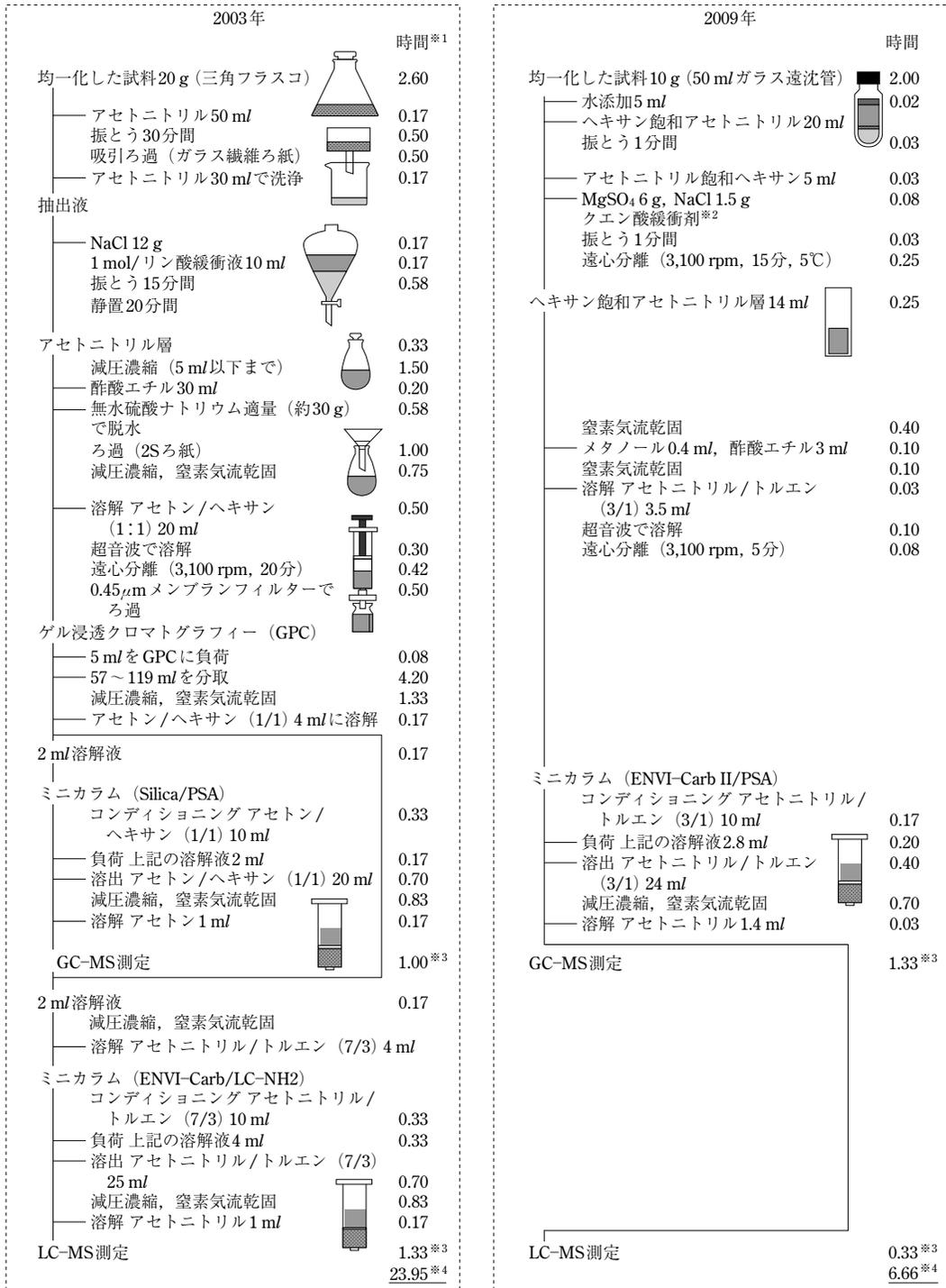
図-2 2009年度搬入検体

形物の除去と液々分配が一度に行えるようにしました。これにより、時間を要する濃縮操作も6回から2回に削減され、有機溶剤の使用量も大幅に削減できました。

さらに、1検体ずつ処理していた濃縮作業を、多検体濃縮装置を利用し24検体を同時に処理することで、時間を短縮しました（毛利ら、2006）。

2 精製

当初、脂質・色素除去のためにゲル浸透クロマトグラフィー（GPC）を利用していましたが、1検体に25分を要し、分析時間削減のネックとなっていました。そこで、脂質は液々分配や固相抽出カラム（PSA）で、色素は固相抽出カラム（活性炭）で除去するように改良することでGPC操作をなくし、処理時間を短縮させました。また、GC-MS分析用とLC-MS分析用にそれぞれ別



\*1 単位：時間/10試料・二人役  
 \*2 C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>Na<sub>3</sub>O<sub>7</sub>·2H<sub>2</sub>O 1.5 g, NaOCOCH<sub>2</sub>C(OH)(COOH)CH<sub>2</sub>COONa·1.5H<sub>2</sub>O 0.75 g  
 \*3 測定機器の維持管理にかかわる時間および測定時間(夜間)を除く  
 \*4 報告書の作成, 器具の洗浄は含まない

図-3 前処理フローの比較

種類の固相抽出カラムで処理を行っていたものを、ひとつのミニカラムで精製が行えるように改良、さらにカラムを検討し、多層ミニカラムを採用することで、時間短縮とより高い精製ができるようになりました。

それでも夾雑物が多い農産物を分析することで機器の汚れが問題となっていたため、緩衝剤の変更や手順の改善を行うことで、より高い精製ができるようになりました。

これらの検討の結果、10検体二人役で前処理にかかる時間は、23.95時間から6.66時間に短縮され、10検体当たりのコストも約6割削減することができました(図-3)。

### 3 分析成分

2006年に施行されたポジティブリスト制度に対応するため、より多くの農薬を分析することが求められてきました。そこで、分析法の検討と併せて、分析成分の追加検討を行いました。

この結果、当初の115成分から、2008年には431成分まで分析可能成分数は増加しています(図-4)。

### 4 機器分析手法

2003年当初、農薬の一斉分析はGC-MSが主流で、LC-MSで分析可能な成分は限られていました。そこで、分離カラムや溶媒グラジェントを検討し、より極性の高い成分も分析できるように改良しました。

同様に、GC-MSにおいても機器の時間的感度変動や注入口・カラムへの吸着・分解等の課題がありました。そこで、内部標準物質を利用して感度補正、プログラム昇温注入法(PTV)および分析成分保護剤(アラナイトプロテクタント)を導入して、分析精度の向上を図っています(毛利ら, 2008)。

## III 結果の活用と今後の課題

### 1 調査結果の活用

分析調査した結果は、県庁担当課を通じて関係者に報告されます。また、当研究所では、農薬適正使用講習会で結果の集計を発表し、生産者、指導員に農薬の残留状況の実態を知らせ、農薬適正使用の重要性を訴えています。

なお、基準値と比較すると低い濃度ですが、送付票に記載されていない成分が検出されることもあります。今年度は、その原因を調査しており、送付票への記載漏れ(記帳からの転記ミス)や他の作物に使用した農薬が防除器具の洗浄不足などが原因で検出されたこと等を確認しています。これらの事例を現場の生産者や組織に返すことにより、農薬の適正使用の重要性を再確認するきっかけになればと期待しています。

### 2 今後の課題

これまで、前処理から機器分析までの工程は効率化さ

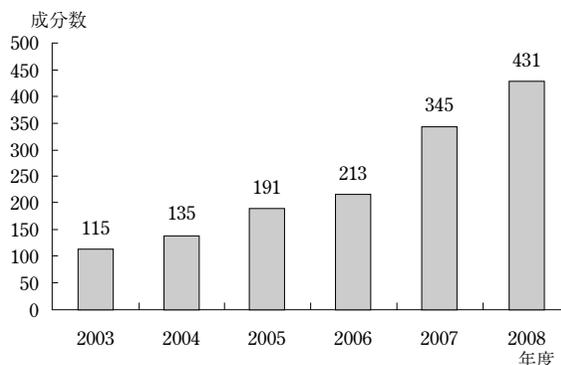


図-4 分析成分数の推移

注) 試料中の夾雑物などの影響により、作物ごとに分析できる成分数は異なります。

れ、コストも大幅に低減されました。しかし、様々な課題が残されています。

現在の調査では、県内で使用されている農薬成分のすべてを分析できているわけではありません。県内で使用されている主要な農薬成分をすべて分析できるよう、今後検討していく必要があります。あわせて、生産者・団体からは分析点数をさらに増やしてほしいとの要望もあり、より効率的な手法の検討が必要となっています。

また、分析に使用しているGC-MSやLC-MSなどの機器は、年間を通しての使用頻度と年数経過により、部品交換や故障も増加しており、その更新が課題となっています。

さらなる精度向上を目指すため、GLP制度に準拠した体制づくりも課題のひとつです。

## おわりに

農薬の適正使用は、農産物の安全性の確保および農業生産の安定のみならず、県民の健康および生活環境の保全の観点からも極めて重要です。さらに、農薬の適正使用、農薬の飛散低減対策、地域や関係機関・団体の連携協力体制の強化が一層求められています。

当研究所では、今後とも分析精度の向上、分析成分数拡大を図りながら、県内農産物の残留農薬分析に取り組んでいきたいと考えています。

最後に、執筆にあたりご指導いただいた毛利幸喜氏(前農林水産研究所主任研究員、現中予地方局産業振興課専門員)および森重陽子主任研究員に厚くお礼を申し上げます。

### 引用文献

- 1) 毛利幸喜ら(2006): 愛媛県農業試験場研究 第40号, 10~16.
- 2) ———ら(2008): 近畿中国四国農業研究 第13号, 3~8.