

NMIJ が提供する食品中残留農薬分析の技能試験



大竹 貴光

おおたけ たかみつ
t-ootake@aist.go.jp
産業技術総合研究所
計量標準総合センター
物質計測標準研究部門
有機組成標準研究グループ
主任研究員

2006年入所以来、残留農薬分析用の食品標準物質や、有機汚染物質分析用の生体標準物質の開発、残留農薬分析のための技能試験に取り組んでいます。また、新規分析法に関する研究開発も行っています。

共同研究者
高津章子(産総研)、鎗田孝(茨城大学)

食品分析の信頼性を保証するためには、精度管理が必要です。そこで NMIJ では、認証標準物質の開発で培った技術を用いて、食品メーカーや受託分析機関などを対象に「食品中残留農薬分析の技能試験」を実施してきました。本技能試験は、他の技能試験と比較すると、特に試験試料と評価方法に特長があります。継続して参加することにより、複数の機関で分析結果が改善され、本技能試験の有効性を示すことができました。

はじめに

質の高い食品中の残留農薬分析は、食品の安全性確保に不可欠です。分析結果の質を評価するためには、技能試験 (Proficiency Testing, PT) は有効な手段のひとつです。PT は、ISO/IEC 17043: 2010 (JIS Q 17043: 2011) [1] において、「試験所間比較による、事前に決めた基準に照らしての参加者のパフォーマンスの評価」と定義されており、自分と他の試験所の試験結果を比較することで、自分の試験結果を客観的に評価し、信頼性を保証するための手段です。食品中の残留農薬分析は、食品メーカーや受託分析会社などで日々行われており、コーデックス規格における「食品の輸出入規制にかかわる試験所の能力評価に関するガイドライン (CAC/GL27-1997) [2]」では、試験所は適切な PT プログラムに参加することが要求されています。さらに、試験所の能力に関する要求事項を示す ISO/IEC 17025: 2017 [3] においても、結果の妥当性確保のために PT に参加する必要性が明記されています。食品中の残留農薬を対象とした PT は世界中で実施されています。そのような中、NMIJ では、2012 年から農薬濃度を求めるための PT を主宰しています。本 PT は、以下に述べるように、試験試料と参加機関の結果の評価方法に、他にはない特長があります。また、試験の後参加機関をサポートするため、フォローアップセミナーを実施していることも特長です。

試験試料の特徴

多くの PT の試験試料は、分析対象とする農薬が含まれていない食品 (ブランク試料) を準備し、そこに既知濃度の農薬を添加して調製しています。しかし、それでは日常的に試験所で分析している食品試料に含まれる農薬の状態とは違う (例えば吸着や浸透の度合いなど) ため、分析操作における、特に抽出での挙動も異なる可能性があり、抽出効率を正しく評価できないという欠点がありました。そこで NMIJ では、分析対象農薬があえて残留するように散

布して栽培した食品を原料として用い、試験試料の調製を行っています。これまで、玄米や大豆、玄麦などの PT 試料を調製してきましたが、調製した試料中の農薬濃度 (NMIJ の分析によって得られた結果) と、国内の残留基準値 (MRLs) を比較したところ、ほとんどの農薬に対して、試料中農薬濃度は MRLs の 1/2~1/10 となり、精度管理や妥当性確認に適した試験試料を提供できています。

参加機関の結果の評価方法と NMIJ の分析値 (参照値) の決定

本 PT では、2 種類の z スコアにより各参加機関の分析結果を評価するのが大きな特徴です。具体的には、参加機関の合意値 (X : 参加機関の分析結果のメジアン) に基づいた z スコア (z)、および NMIJ の分析値 (X_{NMIJ}) に基づいた z スコア (z_{NMIJ}) です。一例として、2018 年の PT における参加機関の z スコアの分布の一例を図 1 に示します。ここで z スコアとは、技能試験において参加機関の結果を評価するための手法のひとつです。一般的な PT では z スコア (z) のみで結果の評価を行っており、参加者の中での、自身の相対的な位置を知ることができますが、自らの z スコアが他の参加機関の技量に影響を受けるといった欠点があります。そこで、NMIJ の信頼性が高い分析値 X_{NMIJ} を参照値とし、それを基に算出した z スコア (z_{NMIJ}) による評価も行うことで、分析法の正確さ (真度) の評価に有効となると考えられます。

X_{NMIJ} は、国際単位系 (SI) に原理的にトレーサブルな、一次標準測定法のひとつである同位体希釈質量分析法 (IDMS) によって付与しました。本法は、認証標準物質の値付け分析にも用いています。IDMS を用いる際には、最適な前処理 (抽出・精製) や機器測定の前条件の検討・確立を行った上で分析値を提供しています。さらに、確立した分析技術が国際的な同等性を持つことを、国際比較 (各国の標準研究所間での分析技能の比較試験) に参加することで確認しています (図 2)。以上のような