

残留農薬分析における農作物の試料採取

1 はじめに

農作物中の残留農薬については、人の健康に害を及ぼすことのないよう食品ごとに基準が設定され、その基準値を超えて残留する食品の販売・輸入などは、我が国では食品衛生法¹⁾により禁止されている。農作物の残留基準は、貿易上の障害とならぬよう国際的な調和が図られており、残留基準に関連した各種ガイドラインに試料採取方法が記述されている^{2)~4)}。農作物を対象とした残留農薬分析目的は多様であり、その試料採取時に考慮すべき要件も異なるが、本稿では、農薬の残留基準設定に資する圃場^{ほじょう}を含めた作物残留試験に関連した標準的な手法や、調査研究事例を紹介する。

2 最高残留濃度を推定するための圃場試験の例数

農作物に使用される農薬の残留基準を設定するためには、各製剤の使用方法における最高残留濃度を推定する必要がある。農作物中の残留農薬濃度は、気象条件、栽培方法、農作物の成長などの多様な変動要因の影響を受けるため、作物残留試験は農作物の生産量や栽培地域に応じて複数の圃場で実施される。経済協力開発機構(OECD)では、統計学的に信頼できる精度で残留基準を設定するには8例以上の残留データに基づくことを推奨している⁵⁾。農耕地が限られている我が国においても、主要な農作物に使用される農薬製剤を登録申請する際には、6例以上の残留データの提出が必要とされている⁶⁾。国内16圃場でホウレンソウ(3農薬)及びキャベツ(5農薬)で調査した残留濃度の最高濃度と最低濃度の変動幅は、それぞれ4~6倍及び5~11倍であった⁷⁾。そのため、最高残留濃度を推定する残留性調査では、農作物ごとに圃場例数が各種試験指針で定められている。

3 採取位置

残留基準は、人が一生涯、毎日摂取しても健康上の問題を生じない量に設定されるため、作物残留試験においては圃場を代表する分析試料を採取(収穫)する必要がある³⁾。野菜などは、偏りがないよう畑全体から、XやS字状に一定量の試料を採取する必要があり、通路周縁の偏った区域の試料を採取してはならない。同様に果樹では、採取が容易な位置の果実のみを採取することのないように、果樹の外~内側及び低~高層域から均等に試料を採取する⁸⁾。すなわち、圃場を代表する試料採取

は、偏りが生じないよう無作為に複数の位置から、複数個体の農作物を取り合わせる事が基本である。

4 採取量(個体数)

農薬は農作物全体に均一に残留するわけではないので、圃場を代表する分析値を得るためには、一定量以上の試料を採取する必要がある。作物残留試験では、代表的な作物ごとの採取量が示されており、小型農作物(玄米、大豆、ホウレンソウ、イチゴなど)では1kg以上、大型農作物(スイカ、キャベツなど)では5kg以上で、かつ、5個体以上と規定されている。国内に比較して広い農耕地を前提としたOECDの作物残留試験ガイドラインでは、採取条件が12個体以上(果樹は4樹以上を使用)と規定されている農作物もある⁸⁾。

試料採取時に注意すべきは、採取量だけでなく、一定の個体数の採取が必要なことである。我々の5種農作物(平均個体重量:ピーマン31g~キャベツ1330g)での個体別残留データ($n=130$)を用いた影響調査でも、採取個体数が多くなるに従い残留濃度の変動は明瞭に低減して真値に近づくことが確認された。また、残留農薬濃度に対する個体数の影響は、個体別の残留濃度の変動と平均個体重量の両方が、調査対象農作物の中で最も大きいキャベツで強く認められた⁹⁾。したがって、少ない個体数で相当の試料重量となり、試料採取、移送、均一化試料の調製などの作業負担が重い大型農作物ほど、試験指針に準じた個体数の採取が重要となる。

5 分析部位の取り扱い

人への健康影響を評価する残留農薬の分析部位は、人が食する可食部で良いとも考えられるが、農作物のどの部分を食べるかは、国や地域ごとの食文化により異なるため、可食部の国際的な共通定義は難しい。そこで、国際的にはナッツ類の外殻や、果梗^{かこう}(枝)、核果類の種子など、明らかに人が食さない(消化吸収されない)、あるいは均一化することが技術的に困難な硬質部位のみを除外した流通状態の農作物を分析部位と定義している³⁾⁴⁾。一方、我が国の残留基準の分析部位は、スイカやメロンなどでは可食部(果皮を除いた果肉など)とされ、諸外国での分析部位とは異なる農作物もあった。国内における登録申請用の作物残留試験は、果肉及び果皮の部位別分析が実施されている(果皮の試料量は少ないため、果実と果肉の分別分析とする場合が多い)。残留農薬濃度は、果肉と果皮で大きく異なるので、分別操作では果汁による相互汚染に十分注意する必要がある。

大根やカブなどの根菜類では、同一作物の残留基準が根部と葉部で別々に設定され、その値が大きく異なる場合が多い。そのため、採取した根菜類は、両者間の相互汚染の無いように、圃場で根部と葉部に分別して梱包し、分析機関に移送する。その際、採取株数を確認可能とするため、葉がばらばらにならないよう接合部分がわずかに葉部に含まれる程度に分別する。一方、市場では傷みやすい葉部が除かれて、主要な消費部位である根部に葉の基部が加わった状態で販売される場合も多い。茎葉散布された農薬の根部に対する残留濃度は、葉部と比較して極めて低濃度となるので、根部と葉部の分割は、両者の接合部分付近とする必要がある³⁾¹⁰⁾。また、付着土壌を除去する場合には、緩やかな流水で洗い流す程度とし、ブラシ等を用いて洗浄してはならない。

6 縮分操作

国際連合食糧農業機関のガイドラインでは分析精度に影響するため、採取試料の分割・縮分操作は行ってはならないと明示し、特にメロンやキャベツなどの大型農作物は、その影響が顕著であるとしている³⁾。一方、大型農作物は適当な大きさにカットして販売されることも多く、我が国のキャベツ及び白菜に対する残留基準の適用部位は「4個体をそれぞれ4等分し、各1等分を集めたもの」と規定されている。そして、複数の大型農作物は相応の体積及び重量となるため、その全量を分析場所へ移送し、均一化することは分析者に大きな負担となる。我々の調査では、個体形状が比較的均整な大型農作物（スイカおよびメロン）から作成した2組の縮分試料間の残留濃度の変動幅は、一定範囲（70～123%、 $n=18$ ）に収まっていた¹¹⁾。しかし、個体形状が歪な結球葉菜類（白菜や結球レタス）では、植穴処理剤での残留濃度の変動幅は72～120%（ $n=3$ ）であったが、それに比較して、茎葉散布剤の縮分試料間の残留濃度は大きく変動（27～178%、 $n=14$ ）していた⁵⁾¹²⁾。したがって、特に縮分操作を伴った大型結球葉菜類の分析結果は、縮分操作の影響を慎重に評価する必要がある。

7 まとめ

食品からの試料採取は、流通形態（規模）及び多様な加工調理過程に適切に対応しなくてはならないが、基本的には農作物と同様に調査対象を代表する十分な試料量（数）を偏りのないように採取することが重要である。また、残留農薬分析での秤取量（抽出される試料量）は10～20g程であり、適切にサンプリングした試料であっても、その全体を十分に均一化しなくては、正確な分析値を得られない点にも十分に注意する必要がある。最後に、各種規定は随時見直され改訂されるので、試験目的に応じた最新情報の詳細を確認して分析する必要がある。

文 献

- 1) 食品、添加物等の規格基準（昭和34年12月28日付け厚生省告示第370号）。
- 2) CAC/GL 33-1999, Recommended Methods of Sampling for the Determination of Pesticide Residues for Compliance with MRLs, The Codex Alimentarius Commission, Italy (1999).
- 3) FAO Plant Production and Protection Paper 197, Submission and Evaluation of Pesticide Residues Data for the Estimation of Maximum Residue Levels in Food and Feed, Italy (2009).
- 4) OECD Test Guideline for the Testing of Chemicals, No. 509, Crop Field Trial, OECD, France (2009).
- 5) ENV/JM/MONO, OECD MRL Calculator : Statistical White Paper, OECD, France (2011).
- 6) 農薬の登録申請に係る試験成績について（平成12年11月24日付け12農産第8147号農林水産省農産園芸局長通知）。
- 7) T. Yajima, M. Fujita, K. Kondo, K. Iijima, K. Sato, Y. Kato : *J. Pestic. Sci.*, **38**, 200 (2013).
- 8) Á. Ámbrus : *Pest Manag. Sci.*, **62**, 693 (2006).
- 9) M. Fujita, T. Yajima, K. Iijima, K. Sato : *J. Agric. Food Chem.*, **60**, 4457 (2012).
- 10) T. Yajima, M. Fujita, K. Iijima, K. Sato, Y. Kato : *J. Pestic. Sci.*, **42**, 119 (2017).
- 11) M. Fujita, T. Yajima, T. Nagata, N. Tomiyama, K. Iijima, K. Sato : *J. Pestic. Sci.*, **39**, 36 (2014).
- 12) M. Fujita, T. Yajima, N. Tomiyama, K. Iijima, K. Sato : *J. Pestic. Sci.*, **39**, 69 (2014).

〔一般財団法人残留農薬研究所 飯島和昭〕