

コーヒー豆の焙煎工程における農薬の挙動

誌名	食品衛生学雑誌
ISSN	00156426
著者名	坂本,勝志 西澤,秀男 眞鍋,昇
発行元	[日本食品衛生学会]
巻/号	53巻5号
掲載ページ	p. 233-236
発行年月	2012年10月

農林水産省 農林水産技術会議事務局筑波産学連携支援センター
Tsukuba Business-Academia Cooperation Support Center, Agriculture, Forestry and Fisheries Research Council
Secretariat



コーヒー豆の焙煎工程における農薬の挙動

(平成23年10月26日受理)

坂本勝志¹ 西澤秀男^{2,*} 眞鍋 昇³

Behavior of Pesticides in Coffee Beans during the Roasting Process

Katsushi SAKAMOTO¹, Hideo NISHIZAWA^{2,*} and Noboru MANABE³

¹Fukushima Analytical Center, Japan Ecotech Co., Ltd.:

4-286 Hiraishitakada, Nihonmatu-shi, Fukushima 964-0981, Japan;

²Quality Assurance Group, Japan Ecotech Co., Ltd.:

1-2-5 Nihonbashi, Chuo-ku, Tokyo 103-0027, Japan;

³Research Center for Food Safety, The University of Tokyo:

1-1-1 Yayoi, Bunkyo-ku, Tokyo 113-8657, Japan;

*Corresponding author

In Japan, maximum residue limits for pesticides (MRL) in coffee are set on green coffee beans, but not roasted coffee beans, although roasted beans are actually used to prepare coffee for drinking. Little is known about the behavior of pesticides during the roasting process. In the present study, we examined the changes in the concentration of pesticide (organochlorine: γ -BHC, chlordane and heptachlor) residues in coffee beans during the roasting process. We prepared green coffee beans spiked with these pesticides (0.2 and 1.0 $\mu\text{g/g}$), and the residue levels in the beans were measured before and after the roasting process. We determined the residual rate after the roasting process. γ -BHC was not detectable at all, and more than 90% of chlordane was lost after the roasting (3.1 and 5.1% of chlordane remained in the beans spiked with 0.2 and 1.0 $\mu\text{g/g}$ of chlordane, respectively). A low level of heptachlor (0.72%) was left in the coffee beans spiked with 1 $\mu\text{g/g}$ of heptachlor. Disappearance of γ -BHC during the roasting process may be due to the high vapor pressure of γ -BHC, while chlordane has a lower vapor pressure. We also examined the behavior of piperonyl butoxide and atrazine during the roasting process. Piperonyl butoxide behaved similarly to chlordane, but atrazine disappeared after the roasting process, because it is unstable to heat.

(Received October 26, 2011)

Key words: γ -BHC γ -HCH; ヘプタクロル heptachlor; クロルデン chlordane; アトラジン atrazine; ペロニルブトキシド piperonyl-butoxide; コーヒー豆 coffee bean; 焙煎工程 roast process

緒言

わが国において、コーヒーは1888年に初めて国民に提供されて以来消費量を増やし、2009年には世界で生産される量(約800万t)の約7.5%が日本に輸入され、年間1人当たりの消費量は331杯にのぼる。

2006年5月にポジティブリスト制が制定され、コーヒー生豆の基準値は17農薬から144農薬に増加し、その他は一律基準となった。また、8農薬については一律基準

より低い基準値が設定され、 γ -BHCについては0.002 ppmとなった。

2008年5月にエチオピア産コーヒー生豆から γ -BHC、ヘプタクロルおよびクロルデンが残留基準値(γ -BHCは0.002 ppm、ヘプタクロルおよびクロルデンは一律基準)を超えて検出され、命令検査となり、エチオピア産コーヒー生豆の上記有機塩素系農薬の残留により、日本では「モカ」が消えるといった話が広まった。

元来、われわれが飲用するコーヒーは、日本国内に輸入された生豆を焙煎し、それを熱湯でこし出したものである。生豆で残留基準値を超えていた場合でも、実際にわれわれの口の中に入る状態では減少あるいは逆に濃縮されている可能性がある。Cetinkayaら¹⁾は有機塩素系農薬の焙煎における挙動について報告しているが、焙煎工程での挙

* 連絡先: nishizawa-hideo@ecotech.co.jp

¹ 日本エコテック株式会社福島分析センター: 〒964-0981 福島県二本松市平石高田4-286

² 日本エコテック株式会社 信頼性保証G: 〒103-0027 東京都中央区日本橋1-2-5

³ 東京大学大学院農学生命科学研究科食の安全センター: 〒113-8657 東京都文京区弥生1-1-1

動に関する情報は少ない。

今回われわれはコーヒー生豆に γ -BHC, ヘプタクロル, クロルデンをはじめ, 以前に基準値を超えて検出されたあるいは検査中に検出頻度の高かったアトラジンおよびピペロニルブトキシドを添加し, 焙煎工程でこれらがどのように推移するのかを検討し, 若干の知見を得たので報告する。

実験方法

1. 試料および試薬

γ -BHC, ヘプタクロル, クロルデン (*trans*体および*cis*体), アトラジンおよびピペロニルブトキシドを林純薬工業(株)より購入し, 供した。アセトン, アセトニトリル, *n*-ヘキサンおよびトルエンは残留農薬試験用あるいは試薬特級品を使用した。塩化ナトリウムおよび無水硫酸ナトリウムは試薬特級品を用いた。多孔性ケイソウ土カラムおよびグラファイトカーボン-PSA二層カラム (300 mg+500 mg) はジーエルサイエンス社製を用いた。コーヒー生豆は(社)全日本コーヒー協会から入手した。

2. 装置および器具

コーヒー生豆の焙煎には熱風式焙煎機 ((株)荒川製作所製ジェットローストJB-5S) を用いた。コーヒー生豆および焙煎豆の粉碎には穀物試料粉碎用ミルサー (岩谷産業(株)製LM-2) を用いた。

GC/MS/MS (バリアン社製1200型四重極CP-380) にVF-5MS (ϕ : 0.25 mm, 長さ: 30 m, 膜厚: 0.25 μ m) を装着したもの, LC/MS/MSはHPLC (ヒューレットパカード社製HP-1100, カラムとして東ソー(株)製Tskgel TaQAを装着) にAPI2000 (AB Sciex社製) を連結したものをを用いた。

3. 農薬添加試料の調製と焙煎方法

3.1 0.2 μ g/g 添加生豆の調製

cis-クロルデン, *trans*-クロルデン各200 mg/L溶液を1 mLずつ採り, 20 mLにアセトンで定容した。ヘプタクロル, アトラジン, ピペロニルブトキシド, γ -BHCの各500 mg/L溶液を1 mLずつ採り, 25 mLにアセトンで定容した。上記2種の溶液を200 mL容量のビーカーに6 mLずつ採り, アセトンを加えて20 mLに定容した (A液)。

2 L容量のビーカーに生豆約500 gを加え, 薬さじでよく混合しながら, A液をディスポーザブルピペットで添加した。さらに薬さじで適宜混合しながら3時間乾燥した。この操作を2回行い, 1 kgの0.2 μ g/g農薬含有コーヒー生豆を調製した。

3.2 1.0 μ g/g 添加生豆の調製

200 mL容量のビーカーに*cis*-クロルデン, *trans*-クロルデン各200 mg/L溶液を3 mLずつ, ヘプタクロル, アトラジン, ピペロニルブトキシド, γ -BHCの各500 mg/L溶液を4 mLずつ採り, アセトンを加えて20 mLに定容した (B液)。2 L容量のビーカーに生豆約500 gを加え, 薬さ

じでよく混合しながら, B液をディスポーザブルピペットで添加した。以下, 同様に操作して1 kgの1 μ g/g農薬含有コーヒー生豆を調製した。

3.3 焙煎

3.1および3.2で調製した生豆500 gを熱風式焙煎機に入れ, 焙煎温度250 $^{\circ}$ Cで210秒間の焙煎を行った。焙煎した豆は室温まで冷却した後, 粉碎機で粒径が400 μ m以下になるまで粉碎した。

4. 熱湯抽出

3.3により得られた粉末10 gをビーカーに秤取し, 熱湯150 mLを加え, 30秒間攪拌した。これを直ちにろ過し, ろ液を150 mLに定容した。この20 mLを分取し, ろ液中に残存している農薬を下記の方法に従って測定した。

5. 測定方法

粉碎した分析用のコーヒー豆試料20 gあるいはろ液20 mLを秤量し, 200 mL容量の共栓付三角フラスコに移した。これにアセトニトリル50 mLを加え, 振とう機に装着して15分間振とうした。ろ紙を敷き, その上にハイフろスーパーセルを1 cmの厚さに敷いたブフナー漏斗で吸引ろ過した。ろ液を40 $^{\circ}$ C以下で減圧濃縮し, 濃縮液に塩化ナトリウム5 gを加えた。この溶液を多孔性ケイソウ土カラムに注入し10分放置した。次いで*n*-ヘキサン40 mLを多孔性ケイソウ土カラムに注入し, 溶出液を集めた。この操作を4回行い, 全量を合わせて200 mLに定容した。この20 mL (試料2 gあるいは液2 mLに相当) を濃縮乾固し, アセトニトリル-トルエン (3:1) 混液5 mLに溶解した。この全量をアセトニトリル-トルエン (3:1) 混液5 mLであらかじめコンディショニングしたグラファイトカーボン-PSA二層カラムに負荷し, 溶出液を全て集めた。これを濃縮乾固し, アセトン2 mL (9-プロモアントラセン0.05 mg/L含有) に溶解した。この1 mLを分取し, 濃縮乾固後, アセトニトリル-メタノール-蒸留水 (1:1:1) 混液を加えて5 mLに定容し, LC/MS/MSでアトラジンおよびピペロニルブトキシドの測定に供した。残ったアセトン溶液を用いてGC/MS/MSで γ -BHC, ヘプタクロルおよびクロルデンを測定した。

分析は2回試行で実施し, その平均値を記載した。 γ -BHCの定量下限は0.001 μ g/g, ヘプタクロル, クロルデン, ピペロニルブトキシドおよびアトラジンのそれはそれぞれ0.005 μ g/gであった。

5.1 GC-MS/MSの測定条件

GCの注入口の温度は250 $^{\circ}$ C, 検出器の温度は300 $^{\circ}$ C, 注入量は1 μ L, カラムオープンの温度条件は最初70 $^{\circ}$ C (1 min), 180 $^{\circ}$ Cまで30 $^{\circ}$ C/minで, 215 $^{\circ}$ Cまで4 $^{\circ}$ C/minさらに280 $^{\circ}$ Cまで30 $^{\circ}$ C/minで昇温し, キャリヤーガスとしてHeを15.0 psiで流した。イオン化はEI法で行い, 電圧は70 eVとした。 γ -BHC, ヘプタクロルおよびクロルデンのモニターイオンは γ -BHCが*m/z*: 145および*m/z*: 109, ヘプタクロルが*m/z*: 237および*m/z*: 235, *cis*-クロルデンが*m/z*: 266および*m/z*: 301, *trans*-クロルデンが*m/z*: 266

および m/z 301 とした。

5.2 LC-MS/MSの測定条件

移動相はアセトニトリルと0.01%ギ酸の混合液を用い、注入量は10 μL とした。注入後5分までアセトニトリル30%、0.01%ギ酸70%、その後5分までアセトニトリル90%、0.01%ギ酸10%までグラジエントを行った。カラム温度は40°C、流量は0.2 mL/minに設定した。イオン化はESI法で行い、イオンソース温度は700°C、イオンスプレー電圧は5,500 Vとした。ピペロニルブトキシドはプリカーサーイオンを m/z 356、プロダクトイオンを m/z 119、アトラジンはプリカーサーイオンを m/z 216、プロダクトイオンを m/z 174とした。

結果および考察

1. 抽出溶媒の検討と添加回収試験

はじめに、生豆を用いて抽出溶媒および精製法について検討した。 γ -BHC、ヘプタクロル、クロルデンおよびDDTが残留しているコーヒー生豆を厚生労働省通知の個別分析方法（定量はGC-MS/MS）と今回採用した方法で分析結果を比較した（Table 1）。個別分析法で使用した抽出溶媒はアセトンであり、このときの分析値を比較すると、アセトニトリルを用いて抽出した場合、 γ -BHCは98%、ヘプタクロルは101%、クロルデンは98%、DDTは108%の測定値が得られた。この結果から抽出溶媒として、アセトニトリルはアセトンとほぼ同等であることが明らかになった。そこで抽出溶媒としてアセトニトリルを用いることとし、その時の生豆および焙煎豆での5農薬の添加回収試験を行ったところ、生豆では80~103%、焙煎豆では77~100%で、いずれも良好な結果であった（Table 2）。

2. 焙煎工程での農薬の消失

コーヒー生豆に0.2および1.0 $\mu\text{g/g}$ を添加して通常用い

られる焙煎条件で焙煎した時の各試料中の濃度をTable 3にまとめた。0.2 $\mu\text{g/g}$ 添加区では0.16~0.22 $\mu\text{g/g}$ の範囲で検出され、1.0 $\mu\text{g/g}$ 添加区では0.82~1.1 $\mu\text{g/g}$ の範囲で検出され、添加量に対して80~110%であった。焙煎豆については0.2 $\mu\text{g/g}$ 添加区ではピペロニルブトキシドが0.008 $\mu\text{g/g}$ 、クロルデンが0.008 $\mu\text{g/g}$ 検出された。焙煎による水分などの減少（約16%）を考慮すると、豆中の残存率はピペロニルブトキシドおよびクロルデンはそれぞれ4.2および3.1%となった。一方、1.0 $\mu\text{g/g}$ 添加区ではヘプタクロルが0.007 $\mu\text{g/g}$ 、ピペロニルブトキシドが0.09 $\mu\text{g/g}$ 、クロルデンが0.06 $\mu\text{g/g}$ 検出された。焙煎による水分等の減少（約16%）を考慮すると、豆中の残存率はヘプタクロル、ピペロニルブトキシドおよびクロルデンはそれぞれ0.7、9.0および5.1%であった。 γ -BHCおよびアトラジンは焙煎豆では全く検出されず、残存率は1 $\mu\text{g/g}$ 添加区ではそれぞれ0.4および0.08%未満であった（ γ -BHCおよびアトラジンの定量限界がそれぞれ0.001および0.005 $\mu\text{g/g}$ ）。0.2および1.0 $\mu\text{g/g}$ 添加の場合、クロルデンおよびピペロニルブトキシドのみが焙煎工程を経ても豆中に残留したが、そのレベルは10%以下であった。一方、 γ -BHCおよびアトラジンは焙煎工程で速やかに消失したことから、たとえコーヒー生豆に1.0 $\mu\text{g/g}$ 残留していたとしても、焙煎することでコーヒーを飲料する人がこれら農薬を摂取することはないと考えられる。

3. 熱湯抽出による溶出

焙煎豆中に残留していたヘプタクロル、クロルデンおよびピペロニルブトキシドがすべて熱湯に抽出されたと仮定したときのコーヒー中の濃度は、それぞれ0.0093、0.08および0.12 $\mu\text{g/g}$ と計算される。しかし、1.0 $\mu\text{g/g}$ 添加したコーヒー生豆を焙煎したのを用いて熱湯抽出したところ、いずれの農薬も抽出液中の濃度は0.001 $\mu\text{g/g}$ 以下であ

Table 1. Comparison of extract solvents

($n=2$)

Compound	Detected concentration ($\mu\text{g/g}$)	
	Acetonitrile	Acetone
γ -BHC	0.222	0.226
Heptachlor	0.113	0.112
<i>trans</i> -Chlordane	0.038	0.039
<i>cis</i> -Chlordane	0.004	0.004

Table 2. Recovery test

($n=2$)

Compound	Spiked concentration ($\mu\text{g/g}$)	Recovery mean (%)	
		Green beans	Roasted beans
γ -BHC	0.002	90	92
Heptachlor	0.01	84	88
Chlordane	0.01	103	100
Piperonyl butoxide	0.01	82	77
Atrazine	0.01	83	85

Table 3. Residues of pesticides after the roasting process

($n=2$)

Compound	Concentration ($\mu\text{g/g}$)		Residual rate ²⁾ (%)
	Before roasting	After roasting	
(Spiked at 0.2 $\mu\text{g/g}$)			
γ -BHC	0.20	ND ¹⁾	<0.4
Heptachlor	0.16	ND	<2.4
Chlordane	0.22	0.008	3.1
Piperonyl butoxide	0.16	0.008	4.2
Atrazine	0.19	ND	<2.0
(Spiked at 1 $\mu\text{g/g}$)			
γ -BHC	1.1	ND	<0.1
Heptachlor	0.82	0.007	0.7
Chlordane	1.0	0.06	5.1
Piperonyl butoxide	0.84	0.09	9.0
Atrazine	0.94	ND	<0.4

¹⁾ Less than 0.005 $\mu\text{g/g}$ for heptachlor and atrazine, 0.001 $\mu\text{g/g}$ for γ -BHC

²⁾ Calculated as the concentration after roasting/before roasting \times (100 - weight decrease rate by roast (16%))

り、熱湯抽出により1/9~1/120以下になると推察された。

4. 考 察

今回検討した5種類の農薬は、焙煎することで90%以上がコーヒー豆から消失した。特に γ -BHCおよびアトラジンはコーヒー生豆中の濃度に関係なく焙煎工程ですべて消失した。ヘプタクロルは低濃度の場合は焙煎で消失したが、高濃度ではわずかに残留した。クロルデンおよびピペロニルブトキシドは焙煎工程で完全に消失することはなく、最大で10%程度残存した。しかし、これら農薬が残存した豆を用いてコーヒーをいれたところ、焙煎工程で残留していたヘプタクロル、クロルデンおよびピペロニルブトキシドは、コーヒー液中には検出されなかった。したがって、コーヒー生豆に0.1 $\mu\text{g/g}$ 残留した γ -BHC、アトラジン、ヘプタクロル、クロルデンおよびピペロニルブトキシドは、飲用するコーヒー液中からは検出されないことが示唆された。

1973年のJMPRで、 γ -BHCに関するレポートが提出され、貯蔵および調理のセクションで γ -BHCを含む白米を圧力炊飯器あるいは普通の釜で炊いたとき、55%が消失したと述べられている²⁾。ニンジンに残留した β -BHCは、ニンジンをゆでた場合、2分間で58%、5分間で66%減少した³⁾。また、BHCは分解することなく加熱気化する性質を利用して燻蒸剤として使用されたこと⁴⁾も考えると、 γ -BHCと α -BHCともに加熱することで消失（気化）と考えるのが妥当である。クロルデンあるいはヘプタクロルは貯蔵あるいは調理工程では比較的安定と言われていた^{5)~7)}が、今回の焙煎という高温処理で90%以上が消失することがわかった。 γ -BHC、クロルデンおよびヘプタクロルの蒸気圧はそれぞれ4.4 mPa (24°C)、1.3 mPa (25°C) および53 mPa (25°C) で、ピペロニルブトキシドのそれ(0.02 mPa (60°C))に比べると高い。焙煎により、ピペロニルブトキシドが有機塩素系殺虫剤に比べて消失率が低かったのは蒸気圧の影響も考えられる。アトラジンの蒸気圧は0.04 mPa (20°C) で有機塩素系農薬のそれに比べると低く、ピペロニルブトキシド同様、焙煎豆での残存が考

えられたが、実際には焙煎工程で消失した。これはアトラジンのMSDSに記載があるように、アトラジンは熱に不安定^{*1}で焙煎中に分解したためと考えられた。

焙煎工程後に残留したヘプタクロル、クロルデンおよびピペロニルブトキシドが熱湯抽出液中には検出されなかったが、これはヘプタクロル、クロルデンおよびピペロニルブトキシドのオクタノール・水分分配係数 ($\log P$) がそれぞれ、5.44、6.0および4.75と疎水性が高く、熱湯抽出液中に移行しにくかったためと考えられた。

5. 謝 辞

本実験を行うに際し、コーヒー生豆の提供および焙煎を行っていただいた全日本コーヒー協会の西野専務理事および関係各位の皆様に深く感謝いたします。

文 献

- 1) Cetinkaya, M., von Duszeln, J., Thiemann, W., Silwar, R. Organochlorine pesticide residues in raw and roasted coffee and their degradation during the roasting process. *Z. Lebensm. Unters. Forsch.*, **179**, 5-8 (1984).
- 2) Kanazawa, J. *Japan Pesticide Information*, **11**, 5-16 (1973).
- 3) 山田洋子, 佐藤 寛, 天川映子, 安田和男, 永山敏寛. にんじん中BHCの調理による消長”. *東京都健安研七年报*, **56**, 165-168 (2005).
- 4) 山本 亮. “第3章殺虫剤”. *農薬学*, 南江堂, (1966)
- 5) Saha, J. G., Stewart, W. W. A. Heptachlor, heptachlor epoxide, and chlordane residues in soil and rutabagas after soil and surface treatments with heptachlor. *Can. J. Plant Sci.*, **47**, 79-88 (1967).
- 6) Lichtenstein, E. P., Schulz, K. R. Residues of aldrin and heptachlor in soils and their translocation into various crops. *Agric. Food Chem.*, **13**, 57-62 (1965).
- 7) Gooding, C. M. B. Fate of chlorinated organic pesticide residues in the production of edible vegetable oils. *Chem. Industry*, **8**, 344 (1966).

*1 www.chemwdb.com/ChemWDB/DetailPDF.action;jsessionid...?id=832

PCRによるコムギ混合粉中のデュラム／普通コムギと普通コムギの識別法の開発 (報文, 英文)

松岡靖幸 荒見真一郎 佐藤恵美 原口浩幸
栗本洋一 今井伸二郎 田中啓子 真野潤一
古井 聡 橋田和美*

食衛誌 53(5), 195~202 (2012)

PCRを活用した4および6倍体と6倍体コムギとの識別法を開発した。A, BおよびDゲノムで構成される普通コムギは6倍体コムギに、AおよびBゲノムで構成されるデュラムコムギは4倍体コムギに分類される。SS II 遺伝子は各コムギA, BおよびDゲノムにコードされ、それらのDNA塩基配列はわずかに異なる。この差異を識別する2種の異なるプライマー対を設計した。プライマー対SS II ex7-U/LはSS II-A, B, Dに共通の配列を認識し、4および6倍体コムギDNAから114 bpのPCR増幅産物を生じた。一方、プライマー対SS II-D 1769U/1889LはSS II-D上の特異的な配列を認識し、6倍体コムギからのみ121 bpの増幅産物を生じた。コムギと他の穀物からなるコムギ混合物を本PCRに供したところ、4および6倍体コムギと6倍体コムギを効果的に識別することができた。以上のことから、本PCRは食品原料粉中の普通およびデュラムコムギの識別を可能とし、コムギの正確な表示に有用であることが示された。

* (独)農研機構 食品総合研究所

遺伝子組換えコムギ検知に有用な普通コムギおよびデュラムコムギの内在性遺伝子 (報文, 英文)

今井伸二郎 田中啓子 西辻泰之 菊池洋介
松岡靖幸 荒見真一郎 佐藤恵美 原口浩幸
栗本洋一 真野潤一 古井 聡 橋田和美*

食衛誌 53(5), 203~210 (2012)

遺伝子組換えコムギ検知法への適用を目指し、コムギの内在性遺伝子候補としてプロリンリッチプロテイン (PRP) 遺伝子の評価を行った。リアルタイムPCRにおいて、PRP遺伝子は普通コムギとデュラムコムギでのみ増幅が得られ、他の10作物では増幅産物が得られなかった。コムギの銘柄・品種間の比較では、増幅産物の大きさ、強度、Ct値がほぼ同等で、非特異的な増幅産物も見られなかったことから、コムギ間に反応性の差はないと考えられた。PRP遺伝子のコピー数は、1ハプロイドあたり1もしくは2コピーであり、検出限界は5ハプロイドゲノムコピーであった。以上、PRP遺伝子はPCRを利用した遺伝子組換えコムギ検知に有用な内在性遺伝子として利用可能と判断された。

* (独)農研機構 食品総合研究所

香辛料ナツメッグのアフラトキシンB群およびB, G群汚染と汚染原因菌について (報文)

岡野清志* 富田常義 大岡祐二 高井光弘
小瀬彩華 小塚暁子 池田奈緒子 坂田淳子
久米田裕子 中村信也 一戸正勝

食衛誌 53(5), 211~216 (2012)

アフラトキシンB群 (AF-B) に汚染した15試料とアフラトキシンB, G (AF-B, G) 両群により汚染した10試料の輸入インドネシア産ナツメッグについて、AF産生菌を分離し、そのAF産生能と分布を調べた。その結果、総AF汚染濃度が高い試料ではAF産生菌数 (CFU/g) が多く、低い試料ではAF産生菌数 (CFU/g) が少ない傾向があった ($r=0.752$)。ただし、分離菌株のYES液体培地におけるAF産生性をTLCおよびポストカラムフォトルケミカル反応によりHPLCで調べたところ、高濃度汚染の試料から分離された菌株が必ずしもAF産生能が高いとは限らなかった。AF-B, G群に汚染した3試料からAF-B, G群産生菌を分離した。これらの菌種は形態学的特徴、37°Cと42°Cにおける発育速度の相違、および遺伝学的解析に基づき、*A. nomius* と *A. bombycis* と同定された。農産物のAF-G汚染の原因菌としては *A. parasiticus* が注目されてきたが、今回の結果から、輸入インドネシア産ナツメッグにおいては *A. nomius* とその近縁種である *A. bombycis* がAF汚染の原因である可能性が示唆された。一方、AF-B群産生菌はすべて *A. flavus* と同定された。

* (財)マイコトキシン検査協会

LC-MS/MSによる畜産食品中のクロメプロップおよびクロメプロップ酸分析法の開発 (報文)

石井里枝* 高橋邦彦 戸谷和男
根本了 松田りえ子

食衛誌 53(5), 217~224 (2012)

LC-MS/MSを用いた畜産食品中のクロメプロップおよびその代謝物であるクロメプロップ酸の分析法を開発した。試料から塩酸酸性下、アセトン-*n*-ヘキサン混液中に抽出し、アセトニトリル-*n*-ヘキサン分配による脱脂操作後、SAXミニカラムとPSAミニカラムで精製した。10食品 (牛の筋肉、牛の脂肪、牛の肝臓、牛乳、ブリ、さけ、うなぎ、しじみ、鶏卵およびはちみつ (そば蜜)) を用いて、残留基準値濃度もしくは一律基準値濃度 (0.01 ppm) における添加回収試験を行った結果、真度はクロメプロップが81~97%、クロメプロップ酸が93~101%であった。併行精度はクロメプロップが2.1~14%、クロメプロップ酸が1.3~7.2%であった。また、本法による定量下限値はクロメプロップが0.002 mg/kg、クロメプロップ酸が0.00154 mg/kg (クロメプロップに換算すると0.002 mg/kg) であった。

* 埼玉県衛生研究所

腸球菌の微量液体希釈法を用いた薬剤感受性試験の検討 (報文)

橋本健志* 橋本亮 松崎学 関口好浩
橋本仁康 浅尾美由起 高木昌美
食衛誌 53(5), 225~232 (2012)

微量液体希釈法 (BMD法) は、臨床・検査標準協会 (CLSI) のガイドラインに規定された薬剤感受性試験法の1つである。現在、わが国の家畜衛生分野における薬剤耐性モニタリング体制 (JVARM) では、薬剤耐性指標細菌である腸球菌を対象とした試験において、寒天平板希釈培養法 (AD法) が採用されているが、本法は甚大な時間と労力を要する試験法であるため、より簡素で効率的な方法であるBMD法への移行が望まれている。そこで、腸球菌薬剤感受性試験へのBMD法の応用性を検討するため、両試験法の2倍希釈法にかかわるMIC値の相関性について比較検討を行った。14薬剤中、ノシヘブタイド (NHT) 以外の13薬剤で、両試験法のMIC値の濃度差、MIC₅₀ およびMIC₉₀ は良好な一致を示し、またMIC値分布に、薬剤濃度依存性が認められたことから、両試験法には良好な相関関係が認められた。

* 独立行政法人農林水産消費安全技術センター

コーヒー豆の焙煎工程における農薬の挙動 (ノート)

坂本勝志 西澤秀男* 眞鍋昇
食衛誌 53(5), 233~236 (2012)

コーヒーの残留基準値は生豆に設定されているが、実際には生豆を焙煎し、さらに熱湯で抽出したものを飲料としている。2008年5月にはエチオピア産コーヒー豆で γ -BHCが基準値 (0.002 ppm) 違反となり、現在も命令検査の状況である。しかし、加工してわれわれの口に入る場合の農薬の消長に関するデータは少ないので、 γ -BHC、クロルデン、ヘプタクロル、過去に検出事例のあったアトラジンおよびピペロニルブトキシドの焙煎工程での消長を調べた。コーヒー生豆での残留濃度を2濃度設定し、焙煎前後の濃度を測定して、焙煎工程後の残存率を求めた。 γ -BHCおよびアトラジンは、いずれの濃度でも焙煎により消失し、残存しなかった。一方、クロルデンおよびピペロニルブトキシドは2濃度とも焙煎工程後に残存が見られたが、90%以上は焙煎工程中に消失した。ヘプタクロルは高濃度で焙煎後に0.72%残存した。

* 日本エコテック株式会社