

農作物中の残留有機リン系農薬の分析（その2） - 食品衛生法 迅速分析法（H9 衛化 43，44，45号）に準じた分析 -

Analysis of Organophosphorus Pesticides Residues in Agricultural Products by Method of Ministry of Health, Labour and Welfare(Part 2)

前報のアプリケーションニュースでは、告示法（厚生省告示第370号 規格基準D 各条(6)）に準じた有機リン系農薬の分析についてご紹介しました。この告示法は農薬に最適な分析方法が個別に指定されているもので、分析法の種類が多く、時間を要します。そのため多種類の農薬を効率よく分析するにはあまり適していません。簡便、迅速に多くの残留農薬を測定するためのスクリーニング分析法として、厚生労働省は平成9年に残留農薬迅速分析法(以下 迅速分析法)を通知しました。(平成9年、衛化43, 44, 45号)。この分析方法は多くの農作物、農薬に対して同じ分析方法を適用でき、前処理操作はGPC法により一部自動化されています。農薬は塩素系、リン系、窒素系等などグループごとにGC-ECD, GC-FPD, GC-FTDを用いて測定します。

迅速分析法によって、残留基準値のおおむね50%を越える濃度の残留農薬が検出された場合は、告示法による定量測定を行うことと記されていますのでご注意ください。

本アプリケーションニュースでは迅速分析法による有機リン系農薬の分析をご紹介します。

試料の前処理流れ図をFig.1に示しました。簡単に流れを説明すると、試料をアセトン抽出し、ケイソウ土カラムで酢酸エチル転用後、GPCクリーンアップを行い、シリカゲルミニカラム精製を行います。有機リン計については濃縮後、GC-FPDまたはGC-FTDにて分析を行います。カルバメート系農薬は、GPCクリーンアップ後の溶液を一部採取してそのまま、もしくは塩酸希釈して分析します。有機塩素系、ピレスロイド系農薬は、シリカゲル精製の後、フロリジルミニカラム精製を行い分析を行います。

Fig.2に0.1mg/L有機リン系農薬混合標準液のクロマトグラムを示しました。Fig.3にダイアジノン、クロロピリホス、EPNについて検量線（絶対検量線法0.1~1mg/L）を示しました。

Fig.4,5に各農薬が0.05 μg/gとなるように農薬添加したほうれん草、ニンジンのクロマトグラムを示しました。同じく各農薬が0.1 μg/gとなるように農薬添加した大豆、米のクロマトグラムを Fig.6, 7に示しました。大きな妨害成分も無く良好な分離を示しています。

T.Wada

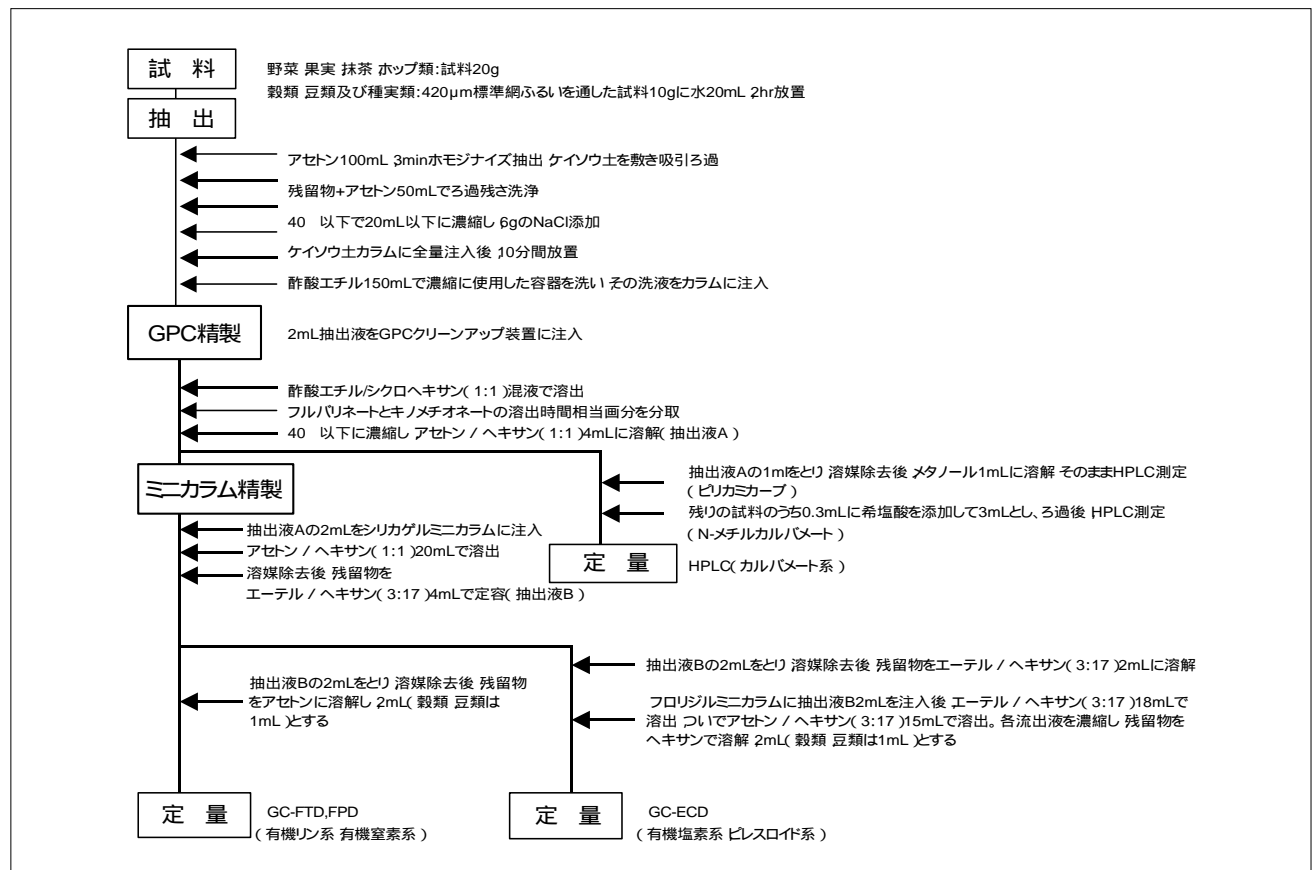


Fig.1 有機リン系農薬類の前処理
Pretreatment Procedure for Organophosphorus Pesticides in Fruits, Vegetables, Grains, Beans and Nuts

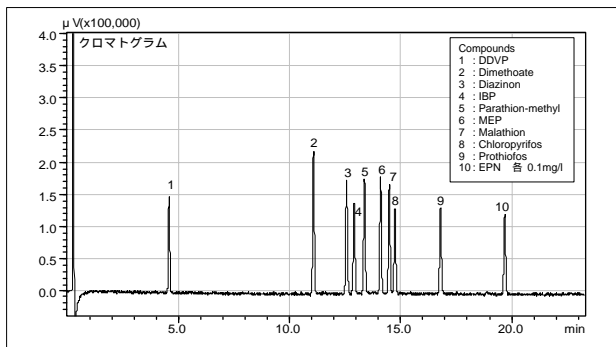


Fig.2 有機リン系農薬混合標準溶液のクロマトグラム (0.1mg/L)
Chromatogram of Organophosphorus Pesticides standard solution(0.1mg/L)

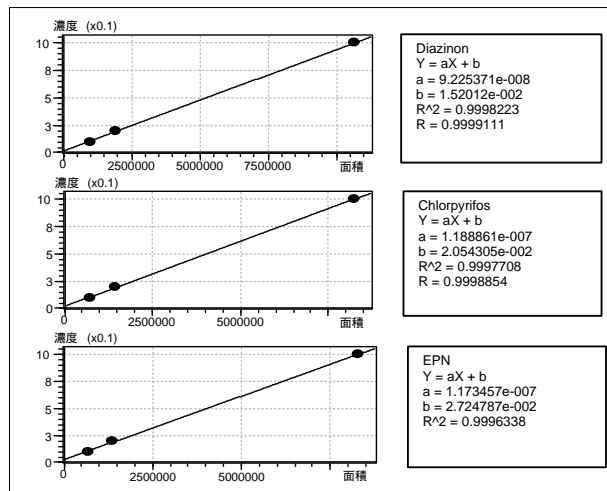


Fig.3 Diazinon, ChlorpyrifosとEPNの検量線 (0.1 ~ 1mg/L)
Calibration Curves of Diazinon, Chlorpyrifos and EPN(0.1 ~ 1mg/L)

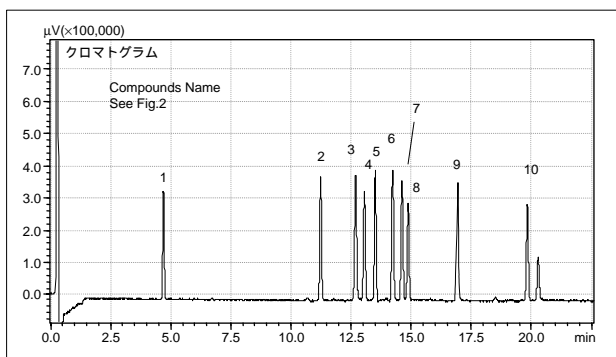


Fig.4 0.05 μg/g相当の農薬標準溶液を添加したホウレンソウ処理液のクロマトグラム
Chromatogram of Spinach Extract which added Pesticides standard solution(equivalent to 0.05 μg/g)

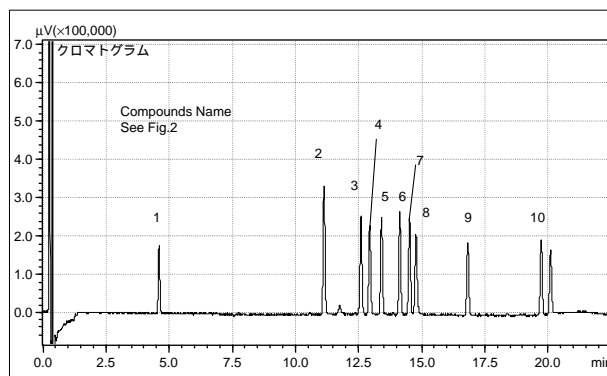


Fig.5 0.05 μg/g相当の農薬標準溶液を添加したニンジン処理液のクロマトグラム
Chromatogram of Carrot Extract which added Pesticides standard solution(equivalent to 0.05 μg/g)

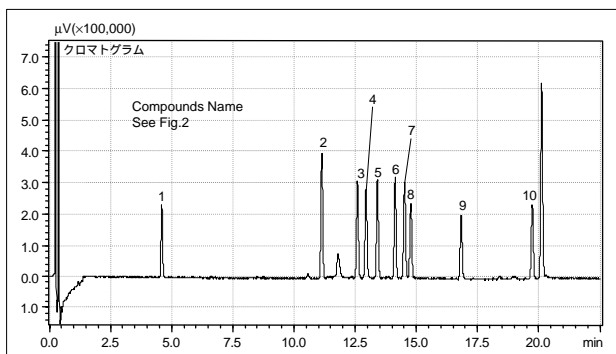


Fig.6 0.1 μg/g相当の農薬標準溶液を添加した大豆処理液のクロマトグラム
Chromatogram of Soy-beans Extract which added Pesticides standard solution(equivalent to 0.1 μg/g)

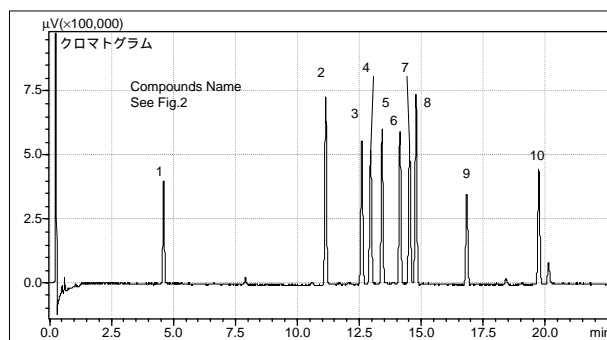


Fig.7 0.1 μg/g相当の農薬標準溶液を添加した米処理液のクロマトグラム
Chromatogram of Rice Extract which added Pesticides standard solution(equivalent to 0.1 μg/g)

参考文献

食品衛生小六法 平成15年版, 新日本法規出版, (2002)

Table 2 分析条件
Analytical Conditions

Model	: GC-2010AAF, FPD-2010, AOC-20i
Column	: Rtx-1 15m x 0.53mm I.D. df=1.5 μm
Column Temp.	: 80 (1min)-8 /min-250 (5min)
Carrier Gas	: He, 46kPa (16.5mL/min 120cm/s Constant Linear Velocity Mode)
Det.	: FPD-2010 (P Filter)
Inj.Temp.	: 230
Det.Temp.	: 280
Injection Method	: Splitless(1min)
Injection Volume	: 1 μL

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(075)813-1691

いろいろな分析アプリケーションニュース類は
<http://www.an.shimadzu.co.jp/support/support.htm>
でご覧いただけます。

会員情報提供サービス「Shim-Solutions Club」にご登録下さい。
<http://solutions.shimadzu.co.jp/>
いろいろな情報提供サービスが受けられます。