

食品中 *N*-メチルカルバメート系農薬の分析Analysis of *N*-Methylcarbamate Pesticides in Foods

N-メチルカルバメート系農薬は殺虫剤や除草剤として広く利用されていますが、その食品への残留分析については、ポストカラム蛍光誘導体化HPLC法が用いられます。

この方法は、分析カラムで分離された*N*-メチルカルバメート系農薬に水酸化ナトリウム溶液を加えてメチルアミンを生成させ、さらにこのメチルアミンを*o*-フタルアルデ

ヒド (OPA) と反応させることにより生成する蛍光誘導体を高感度に検出する方法です。

ここでは、Prominenceカルバメート分析システムによる食品中の*N*-メチルカルバメート系農薬の分析例をご紹介します。

T.Yamaguchi

N-メチルカルバメート系農薬10成分の分離Separation of 10 *N*-Methylcarbamate Pesticides

Fig.1に、*N*-メチルカルバメート系農薬10成分 (アルジカルブ、エチオフェンカルブ、オキサミル、カルバリル、フェノブカルブ、ベンダイオカルブ、メソミル、メチオカルブ、メチオカルブスルホキシド、メチオカルブスルホン) 標準混合液 (各0.5 mg/L, 1 mmol/L塩酸溶液) 10 μLを注入したクロマトグラムを示します。ここでは、Table 1に示す独自の分析条件により分析を行いました。

なお、メチオカルブスルホキシドおよびメチオカルブスルホンはメチオカルブの代謝物 (酸化体) であり、検出された場合にはメチオカルブに換算して総量を求めます。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

[Separation]	
Column	: Shim-pack FC-ODS (75 mmL. × 4.6mmI.D.)
Mobile Phase	: A) Water B) Methanol
Time Program	: B.conc 14 % (0-4 min) → 40 % (10 min) → 45 % (17 min) → 50 % (20-26 min) → 14 % (26.01-35 min)
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Column Temp.:	50 °C
Injection Vol.	: 10 μL
[Detection]	
Reagent 1	: 50 mmol/L NaOH
Flow Rate	: 0.5 mL/min
Temperature	: 100 °C
Reagent 2	: 120 mmol/L Sodium borate buffer solution (pH9) containing 0.25 mmol/L OPA and 0.25 mmol/L 3-mercaptopyruvic acid
Flow Rate	: 0.5 mL/min
Temperature	: 50 °C
Detection	: RF-10Axi. (Ex=340 nm, Em=445 nm)

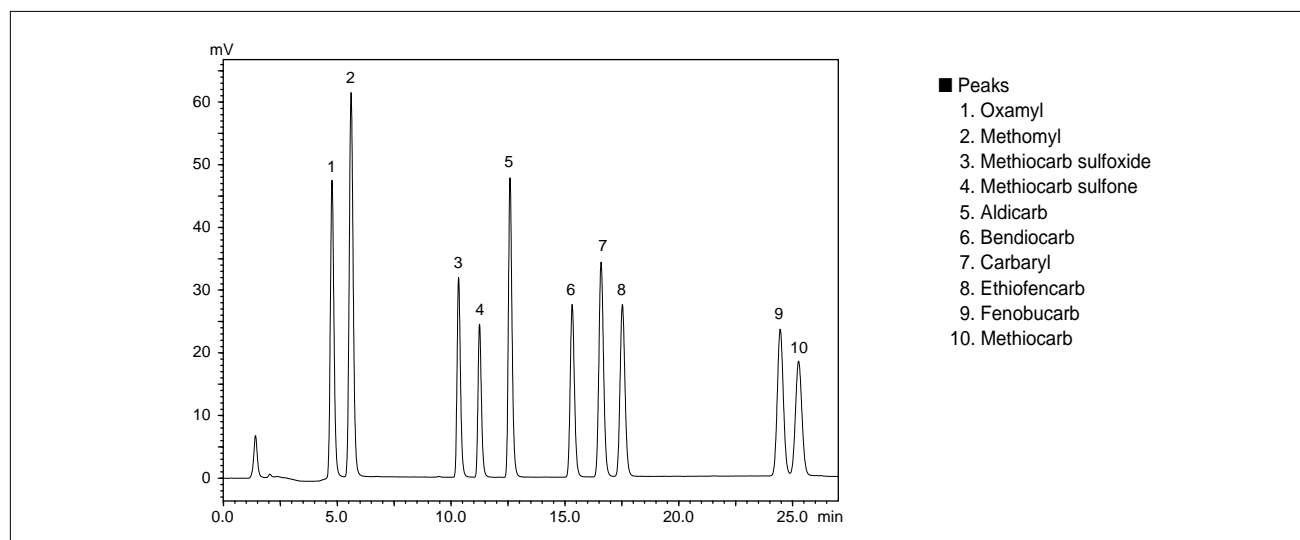


Fig.1 *N*-メチルカルバメート系農薬標準10成分のクロマトグラム (各0.5 mg/L 10 μL注入)
Chromatogram of a Standard Mixture of 10 *N*-Methylcarbamate Pesticides (0.5 mg/L each, 10 μL injection)

食品中N-メチルカルバメート系農薬の分析

Determination of N-Methylcarbamate Pesticides in Foods

本システムをモモおよびタマネギの分析に応用しました。

市販モモおよびタマネギは、Fig.2の前処理方法¹⁾に従って前処理を行い、10 µLを注入しました。Fig.3は、その分析結果です。（分析条件はTable 1と同じ）

いずれの試料からも農薬が検出されませんでしたので、前処理最終溶液にN-メチルカルバメート系農薬10成分を各成分0.1 mg/Lとなるように標準添加した分析結果を各クロマトグラムの上段に示しました。

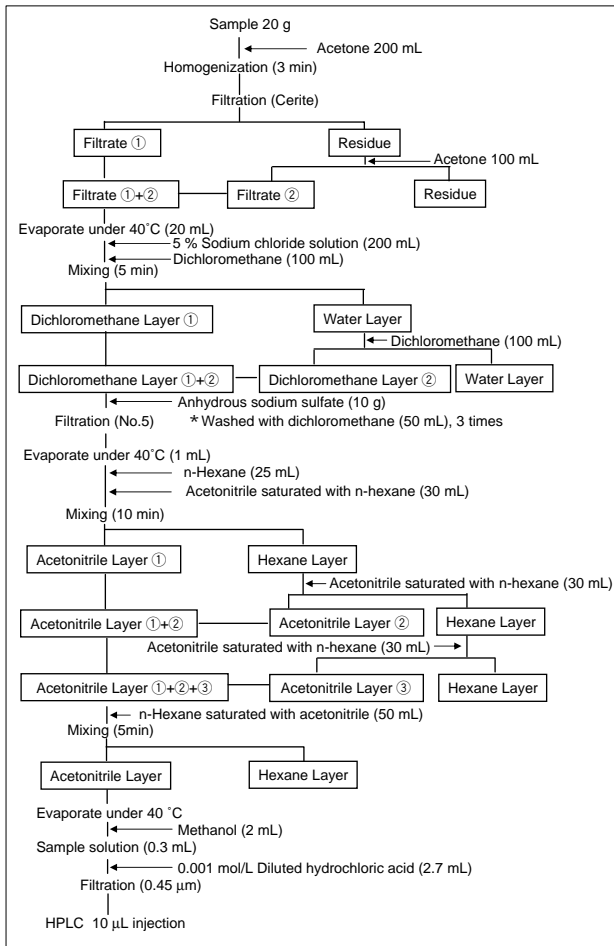


Fig.2 前処理手順
Sample Preparation

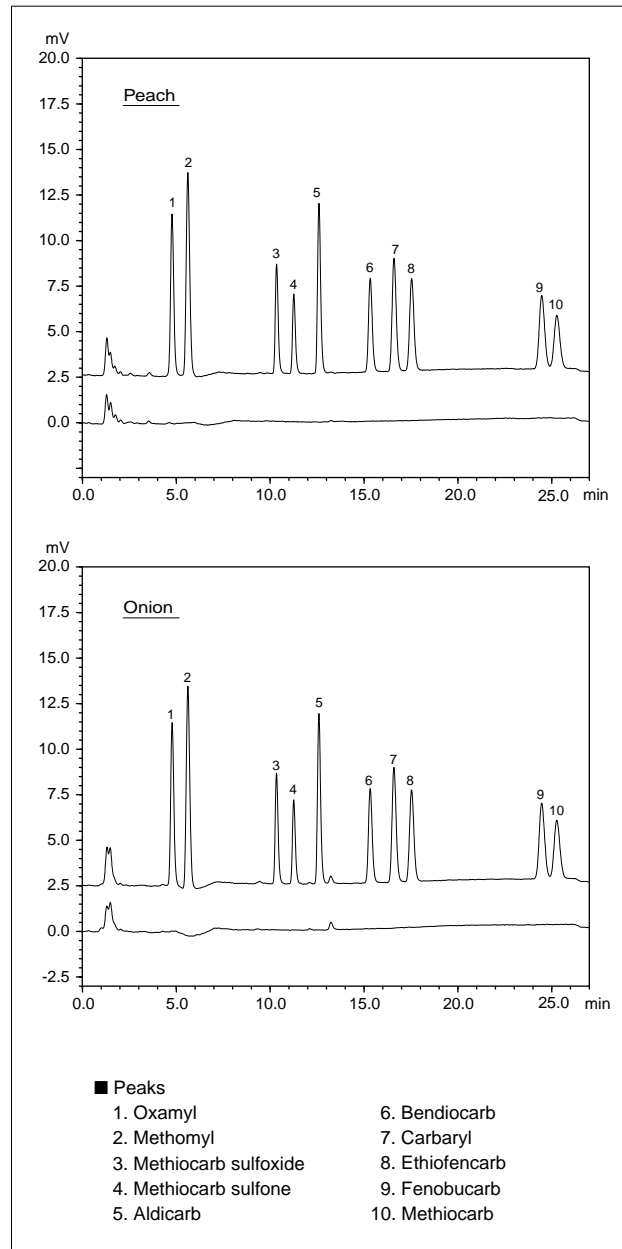


Fig.3 モモおよびタマネギのクロマトグラム
Chromatograms of Peach and Onion
上段:農薬(各0.1 mg/L)添加試料
下段:試料
Upper:Sample (Pesticides Spiked, 0.1 mg/L each)
Lower:Sample

[参考文献]

- 1)「食品に残留する農薬，飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法について」
(平成18年7月28日付厚生労働省食安発第0728004号別添，平成18年7月28日付一部改正)

初版発行：2006年9月

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

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。