

農作物中の残留有機リン系農薬の分析 食品衛生法 食品，添加物等の規格基準 (厚生省告示第370号) に準じた分析

Analysis of Organophosphorus Pesticides Residues in Agricultural Products according to The Regulation of Ministry of Health, Labour and Welfare

食の多様化，輸送，保存技術の向上により，世界中の様々な食品が輸入され店頭に並ぶようになってきました。食品の安全性に対して高い関心が寄せられている中で，海外から輸入された野菜等から規制値以上の残留農薬が検出されたという事例が大きなニュースになり，とりわけ野菜の残留農薬分析に対する関心は高まっています。

本アプリケーションニュースでは，食品衛生法に定められている「食品，添加物等の規格基準（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す。

この分析法は，試料により分析法が若干異なり，「果実，野菜，抹茶及びホップの場合」，「穀類，豆類，及び種実類」と「抹茶以外のお茶」に分析法が分かれています。ここでは前者2つの試料の前処理流れ図をFig.1,2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，

酢酸エチル転溶後，アセトニトリル分配（穀類，豆類，及び種実類のみ），その後シリカゲルクリーンアップを行い，濃縮後，GC-FPDまたはGC-FTDにて分析を行います。

Fig.3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.4にダイアジノン，クロルピリホス，EPNについて検量線（絶対検量線法0.1~1mg/L）を示しました。

実試料は，有機リン混合標準溶液を添加して分析を行いました。Fig.5~7に各農薬が0.05 μg/gとなるように農薬添加したリンゴ，ほうれん草および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のクロマトグラムを Fig.8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

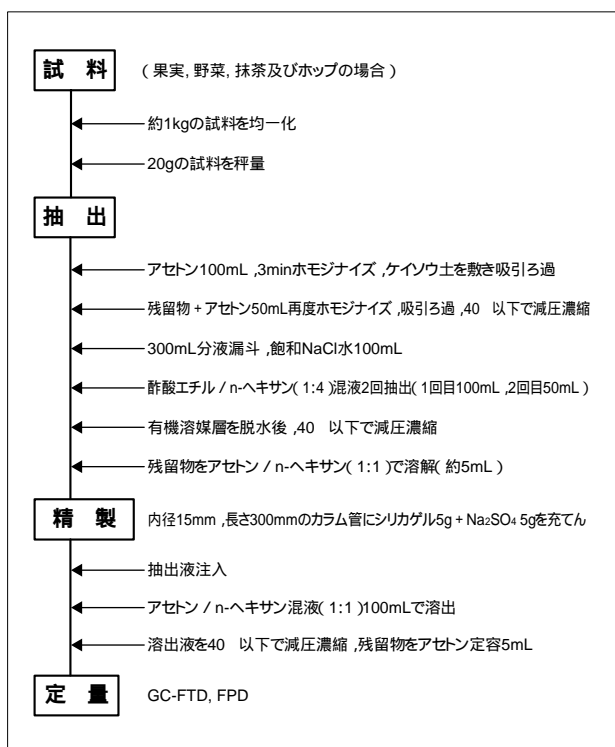


Fig.1 有機リン系農薬類の前処理
(果実, 野菜, 抹茶及びホップの場合)
Pretreatment Method for Organophosphorus Pesticides in Fruits, Vegetable, Powdered tea and Hop.

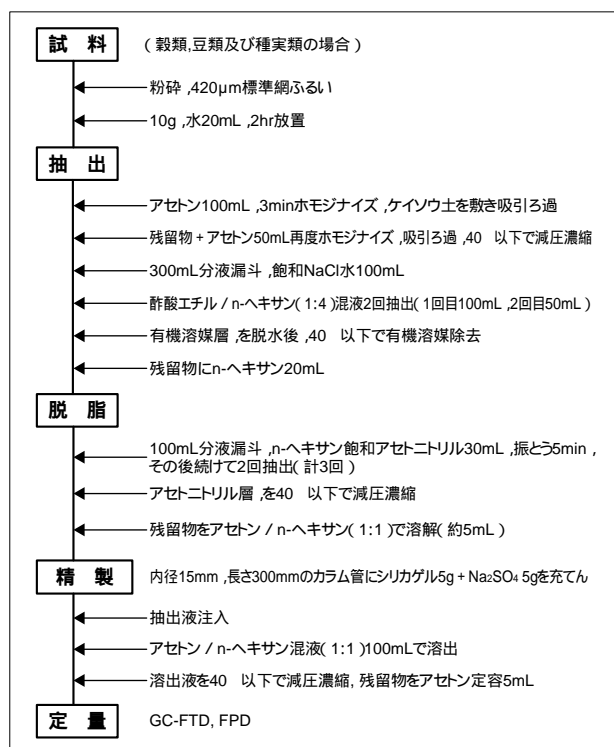


Fig.2 有機リン系農薬類の前処理
(穀類, 豆類, 及び種実類の場合)
Pretreatment Method for Organophosphorus Pesticides in Grain, Beans and Nuts.

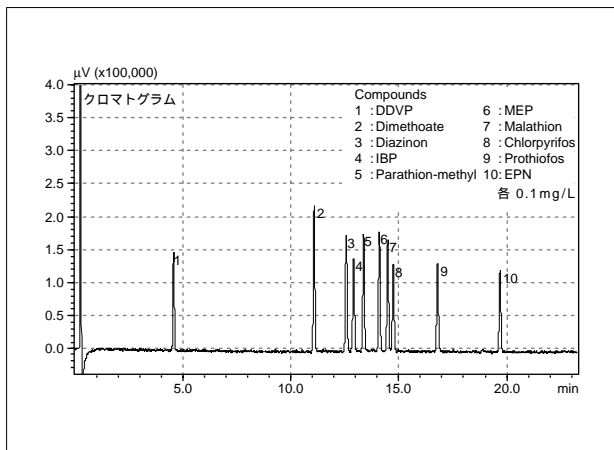


Fig.3 有機リン系農薬混合標準溶液のクロマトグラム (0.1mg/L)
Chromatogram of Organophosphorus Pesticides Standard Solution (0.1mg/L)

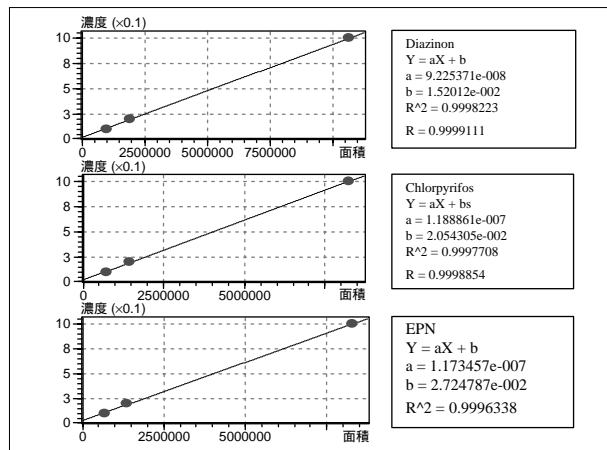


Fig.4 Diazinon, ChlorpyrifosとEPNの検量線 (0.1 ~ 1mg/L)
Calibration Curves of Diazinon, Chlorpyrifos and EPN (0.1 ~ 1mg/L)

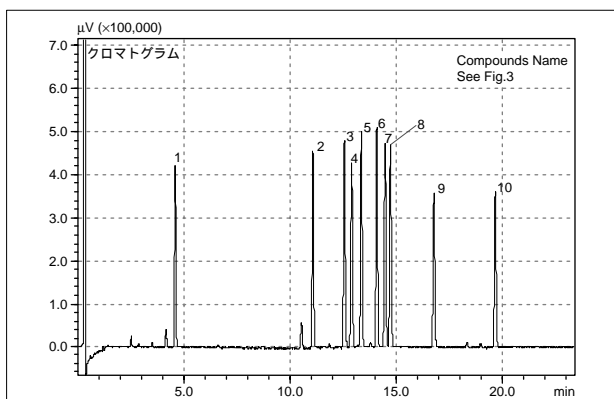


Fig.5 0.05 μg/g相当の農薬標準溶液を添加したリンゴのクロマトグラム
Chromatogram of Apple Extract which added Pesticides Standard (equivalent to 0.05μg/g)

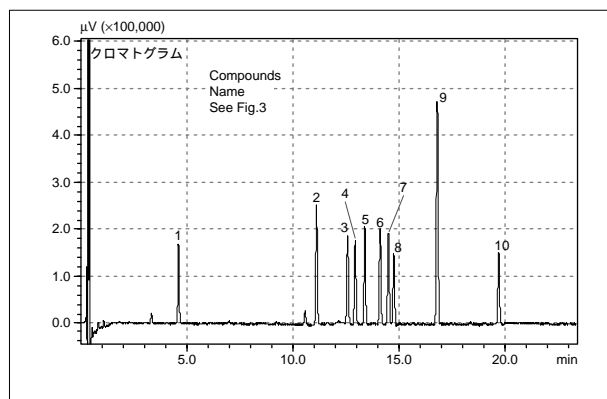


Fig.6 0.05 μg/g相当の農薬標準溶液を添加したホウレンソウのクロマトグラム
Chromatogram of Spinach Extract which added Pesticides Standard (equivalent to 0.05μg/g)

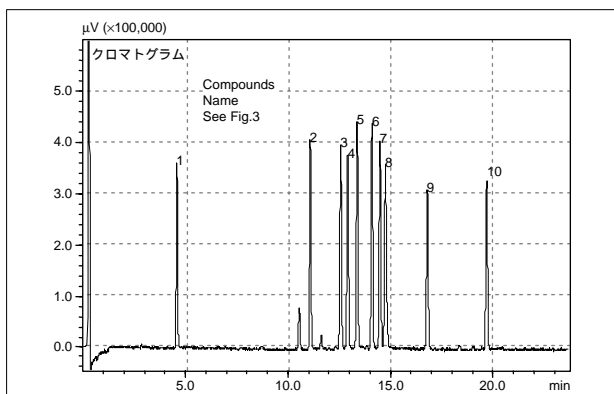


Fig.7 0.05 μg/g相当の農薬標準溶液を添加したニンジンクロマトグラム
Chromatogram of Carrot Extract which added Pesticides Standard (equivalent to 0.05μg/g)

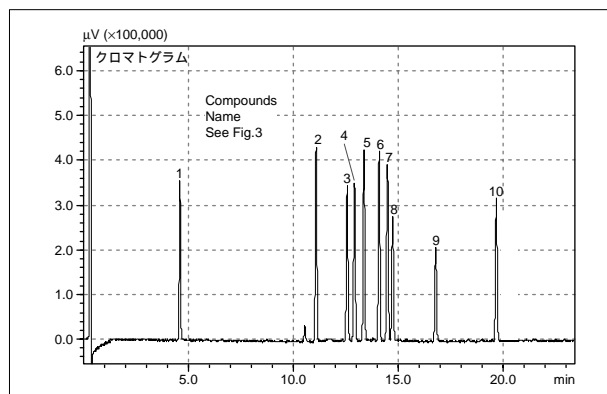


Fig.8 0.1 μg/g相当の農薬標準溶液を添加した大豆のクロマトグラム
Chromatogram of Soy-beans Extract which added Pesticides Standard (equivalent to 0.1μg/g)

分析条件
Analytical Conditions

Model : GC-2010AF, FPD-2010, AOC-20i
Column : Rtx-1 15m × 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

参考文献：食品衛生小六法 平成15年版，新日本法規出版（2002）

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-Solution 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。

3100-12202-17A-1K
2003.1