

農作物中の残留有機窒素系，ピレスロイド系農薬の分析 - 食品衛生法 迅速分析法（平成9年 衛化43，44，45号）に準じた分析 -

Analysis of Organonitrogen and Pyrethroid Pesticides Residues in Agricultural Products by Method of Ministry of Health, Labour and Welfare

前報のアプリケーションニュース(G218)では、厚生労働省より平成9年に通知された残留農薬迅速分析法(以下 迅速分析法：平成9年，衛化43，44，45号)による有機リン系農薬の分析をご紹介しました。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窒素系農薬，ピレスロイド系農薬の分析についてご紹介いたします。

試料の前処理流れ図をFig.1に示しました。簡単に流れを説明しますと、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。有機リン系農薬については濃縮後、GC-FPDまたはGC-FTDにて分析を行います。また同溶液で、有機窒素系農薬をGC-FTDで分析します。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(二画分を分取，濃縮)分析を行います。

Fig.2,3に1mg/L有機リン系農薬混合標準液および同条件で分析した1mg/L有機窒素系農薬混合標準液のクロマトグラムを示

しました。GC-FTDでは、有機リン系農薬と有機窒素系農薬とも感度があるため、両者の農薬とも検出できます。また、迅速分析法の前処理では有機リン系農薬と有機窒素系農薬は同一画分に溶出します。Fig.4に有機リン系13成分，有機窒素系14成分を添加(0.2~0.5 μg/gとなるように添加)した大豆処理液のクロマトグラムを示しました。Fig.5に有機リン系10成分，有機窒素系14成分を添加(0.05~0.5 μg/gとなるように添加)したホウレンソウ処理液のクロマトグラムを示しました。

Fig.6に1mg/mLピレスロイド系農薬混合標準液のクロマトグラムを示しました。ピレスロイド系農薬は、単一標準品中に複数の異性体が存在することが多く、分離，定量がやりにくい農薬です。またデルタメトリンのように注入口でトラロメトリンに変化する成分もあり，注意が必要です。Fig.7にピレスロイド系農薬11成分(各0.2 μg/g，シベルメトリンのみ1.5 μg/gとなるように添加)を添加した大豆処理液のクロマトグラムを示しました。Fig.8にピレスロイド系農薬11成分(各0.2 μg/g，シベルメトリンのみ1.5 μg/gとなるように添加)を添加したホウレンソウ処理液のクロマトグラムを示しました。

T.Wada

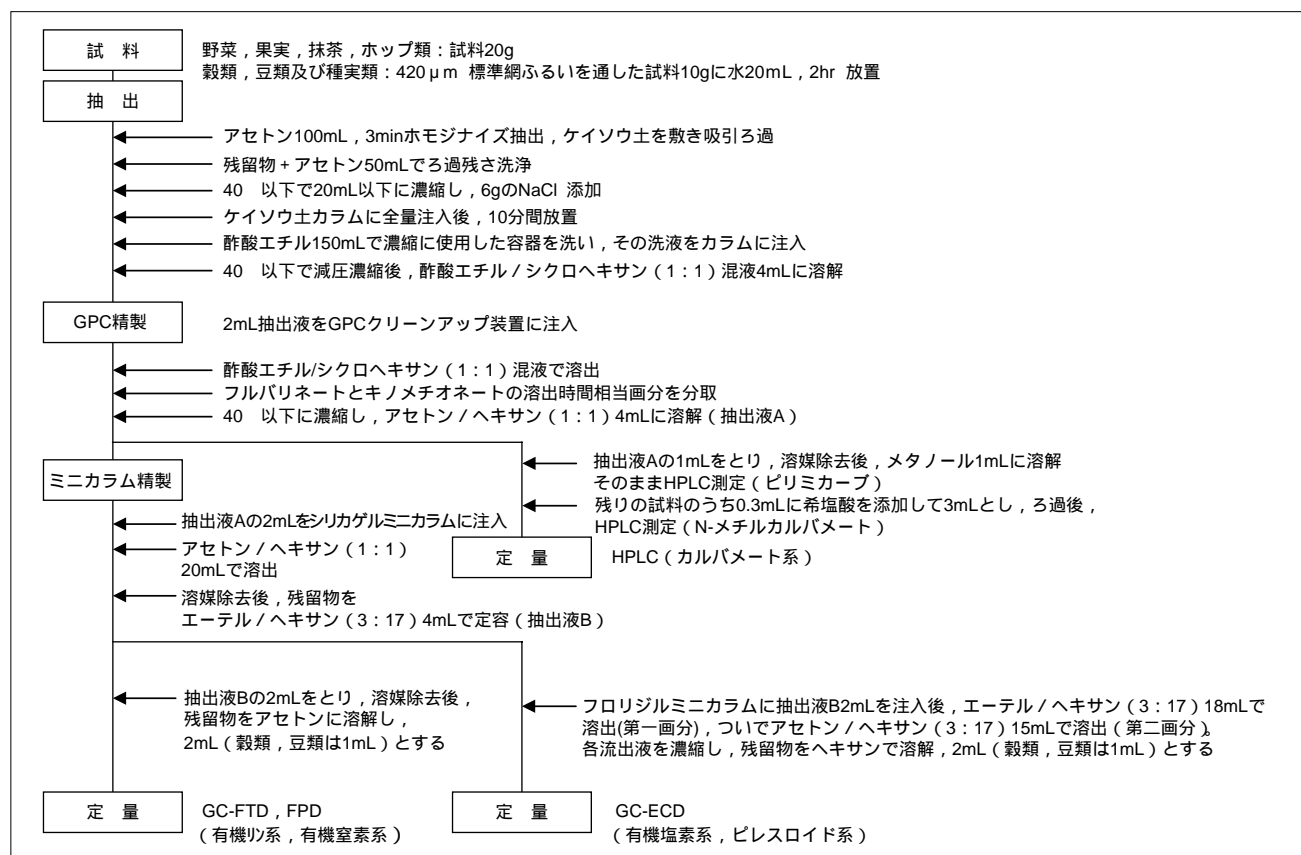


Fig.1 残留農薬迅速分析法の前処理
Pretreatment Procedure for Organophosphorus, Organonitrogen, Organochlorine,
Carbamate and Pyrethroid Pesticides in Fruits, Vegetables, Grains, Beans and Nuts

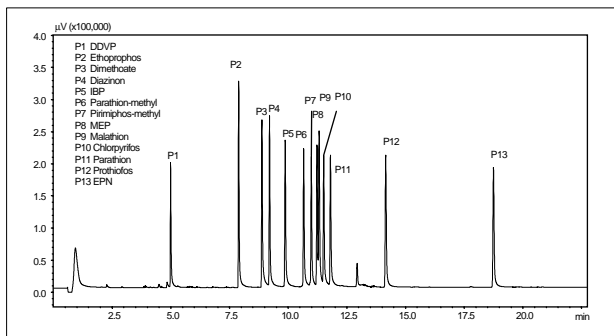


Fig.2 GC-FTDによる有機リン系農薬混合標準溶液のクロマトグラム (1mg/L)
GC-FTD Chromatogram of Organophosphorus Pesticides Standard Solution (1mg/L)

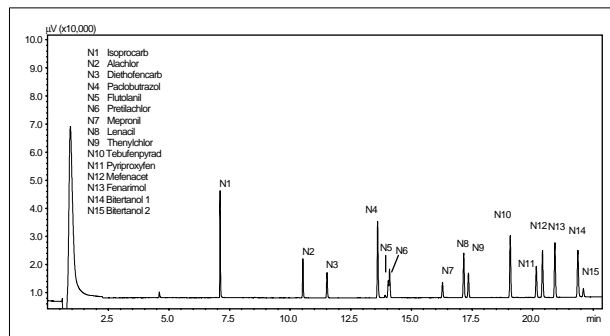


Fig.3 GC-FTDによる有機窒素系農薬混合標準溶液のクロマトグラム (1mg/L)
GC-FTD Chromatogram of Organonitrogen Pesticides Standard Solution (1mg/L)

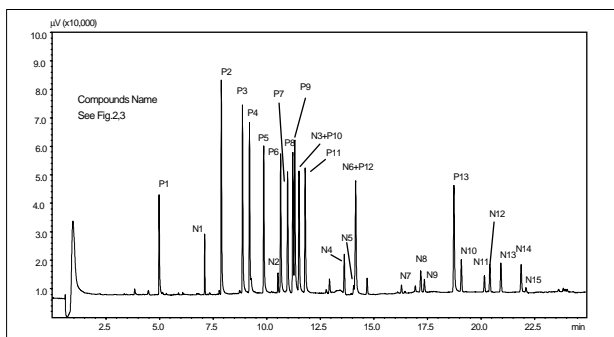


Fig.4 GC-FTDによる大豆処理液のクロマトグラム (有機リン系農薬13成分, 有機窒素系農薬14成分: 0.2~0.5 μg/g 相当の農薬を添加)
GC-FTD Chromatogram of Soy-beans Extract which added Pesticides Standard (equivalent to 0.2~0.5μg/g)

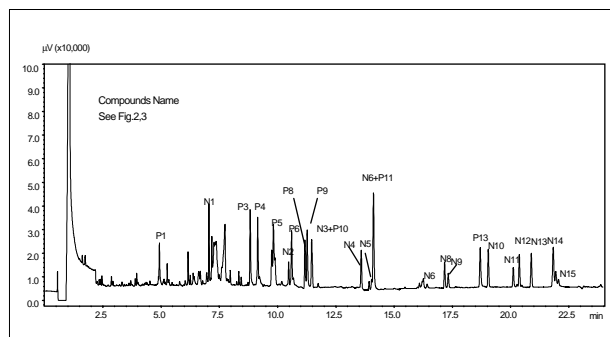


Fig.5 GC-FTDによるホウレンソウ処理液のクロマトグラム (有機リン系農薬10成分, 有機窒素系農薬14成分: 0.05~0.5 μg/g 相当の農薬を添加)
GC-FTD Chromatogram of Spinach Extract which added Pesticides Standard (equivalent to 0.05~0.5μg/g)

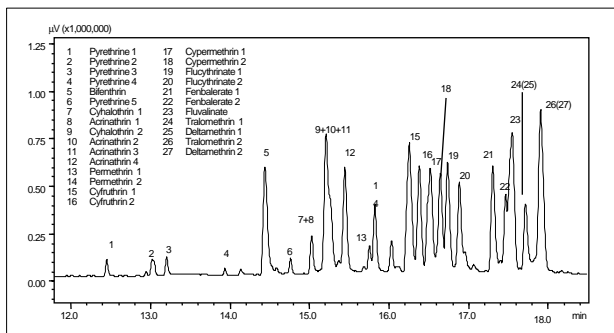


Fig.6 GC-ECDによるピレスロイド系農薬混合標準溶液のクロマトグラム (1mg/L)
GC-ECD Chromatogram of Pyrethroid Pesticides standard solution (1mg/L)

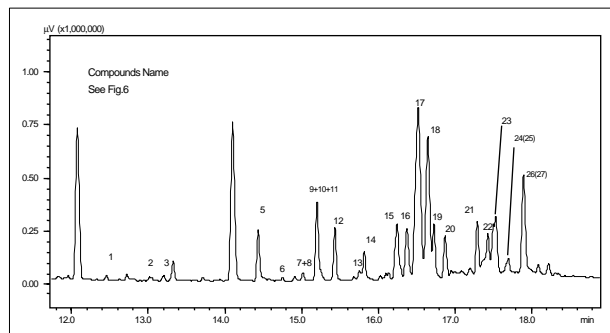


Fig.7 GC-ECDによる大豆処理液のクロマトグラム (第一画分, シベルメトリンは1.5 μg/g, 他のピレスロイド系農薬は0.2 μg/g相当の農薬を添加)
GC-ECD Chromatogram of Soy-beans Extract which added Pesticides Standard (First Fraction, equivalent to 1.5μg/g : Cypermethrin, 0.2μg/g : other pesticides)

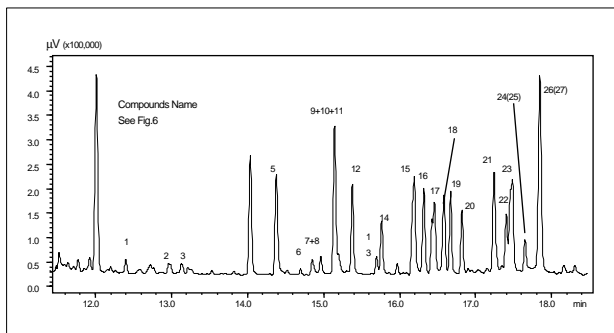


Fig.8 GC-ECDによるホウレンソウ処理液のクロマトグラム (第一画分, 0.1 μg/g, 相当の農薬を添加)
GC-ECD Chromatogram of Spinach Extract which added Pesticides Standard (First Fraction, equivalent to 0.1μg/g)

参考文献

食品衛生小六法 平成15年版, 新日本法規出版, (2002)

分析条件1 Analytical Conditions 1 (Fig.2 ~ 5)
Model :GC-2010AAF, FTD-2010, AOC-20i,GC-solution
Column :BPX5 0.25mmI.D.×30m,df=0.25μm
Col.Temp. :80°C(1min)-20°C/min-190°C-5°C/min-280°C(5min),
Carrier: He 143kPa(2.4mL/min,45cm/s Linear velocity mode)
Det. :FTD-2010 Inj.Temp.: 250°C, Det.Temp.: 280°C
Injection Method:High Pressure Splitless(300kPa 1min)
Injection Volume :1μL

分析条件2 Analytical Conditions 2 (Fig.6 ~ 8)
Model :GC-17A,ECD-17,AOC-20i,GC-solution
Column :ZB-1 0.25mm×30m,df=0.25μm
Col.Temp. :50°C(1min)-25°C/min-175°C-10°C/min-300°C(4min),
Carrier:He:150kPa(1.7mL/min, Constant pressure mode)
Det. :ECD-17 Inj.Temp.:280°C,Det.Temp. :310°C
Injection Method:High Pressure Splitless(300kPa 1min)
Injection Volume :1μL

 **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。

会員制情報提供サービス「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。