

## ショートキャピラリーカラムによる 農作物中のホキシムの分析

Analysis of Phoxim in Agricultural Products

Using a Short Capillary Column

ホキシムは広い殺虫効果を持つ有機リン系の農薬ですが、分析時に注入口、カラム等で高温に暴露されると比較的分解し易いことが知られています<sup>1)</sup>。食品衛生法の、食品の規格基準（D各条）による分析法（告示法）では、注入口を150 に設定し、内径0.53mm、長さ10mのワイドボアカラムを用い、カラム温度150 までで溶出させています<sup>2)</sup>。ホキシムは比較的分子量が大きく（分子量：298）、カラム温度150 で溶出させるには、キャリアガス流量を高流量（20～50mL/min）にする必要があります。また、この条件ではホキシムの溶出時間近くに他の有機リン系農薬（ピリメホスメチル、マラチオン、パラチオン、クロルピリホス等）が溶出します。これらの農薬は、前処理法がホキシムと同じであるため、分離不十分な場合は定量が難しくなります。本アプリケーションニュースでは、ホキシムのGC分析時の分解をなるべく低減し、他の有機リン系農薬との分離を改善するために、長さ5mのショートキャピラリーカラムを用いた例についてご紹介します。

ホキシムを含む29農薬の前処理の例をFig.1, 2に示しました。

ホキシムの告示法条件（内径0.53mm、長さ10mのワイドボアカラムを使用）による、ホキシムを含む有機リン系農薬混合標準液（1mg/L）のクロマトグラムをFig.3に示しました。ピリメホスメチル、マラチオン、パラチオン、クロルピリホスとホキシムの分離が不十分でした。Fig.4に内径0.22mm、長さ5mのショートキャピラリーカラムによる、同標準溶液のクロマトグラムを示しました。（350kPaの高圧Splitless分析）ホキシムの分離が向上しているのがわかります。また、短いカラムを使用しているため、130 という低い温度でホキシムを溶出させることが出来、ホキシムのカラム内分解の低減も期待できます。ショートキャピラリーカラムによる0.04mg/L溶液のクロマトグラムをFig.5に、検量線（絶対検量線法0.04～1mg/L）をFig.6に示しました。

Fig.7, 8にホキシムが約0.04 μg/g（その他の農薬は、0.04～0.06 μg/g）となるように添加した大豆、ほうれん草のクロマトグラムを示しました。大きな妨害成分も無く良好な分離を示しています。

T.Wada

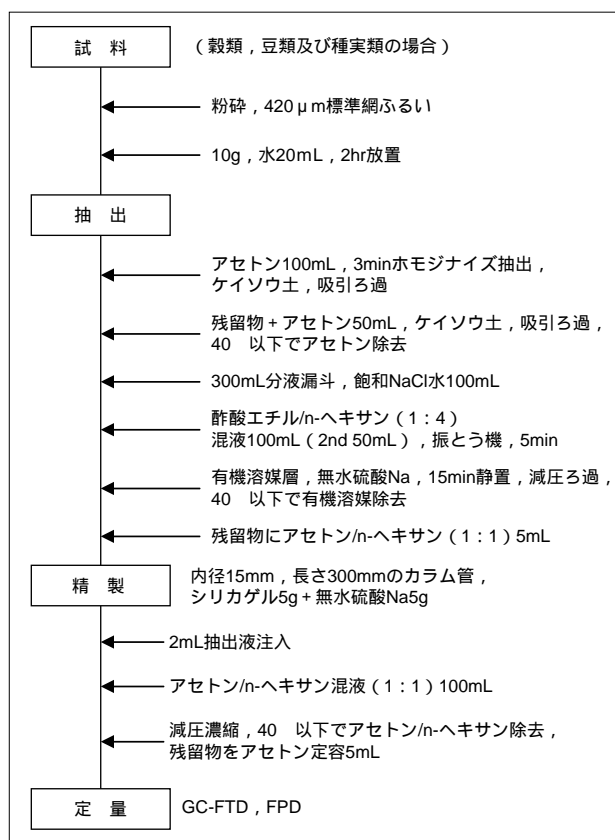


Fig.1 有機リン系農薬類の前処理(果実 野菜 抹茶及びホップの場合)  
Pretreatment method for organophosphorus pesticides in fruits and vegetables.

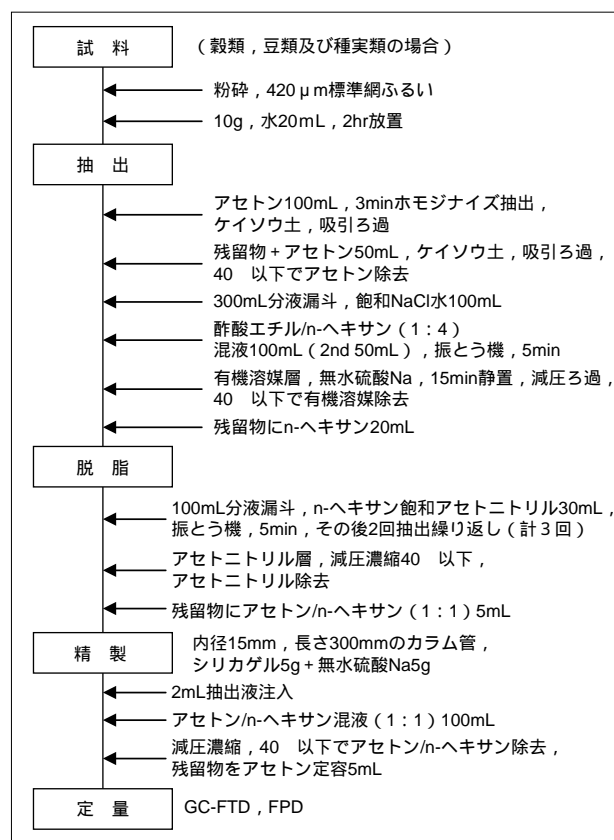


Fig.2 有機リン系農薬類の前処理(穀類 豆類 及び種実類の場合)  
Pretreatment method for organophosphorus pesticides in grains, beans and nuts.

有機リン系農薬(EPN エディフェンホス エトプロホス エトリムホス カズサホス キナルホス クロルピリホス クロルフェンピホス ジメチルピホス ジメエート ダイアジノン チオメソ トルブホス トリアソホス トルクロホス メチル パラチオン パラチオンメチル ピラクロホス ピリメホスメチル フェニトロチオン(MEP) フェンスルホチオン フェンチオン フェントエート プタミホス プロチオホス ホキシム ホサロン ホスチアセート マラチオンの29種類)

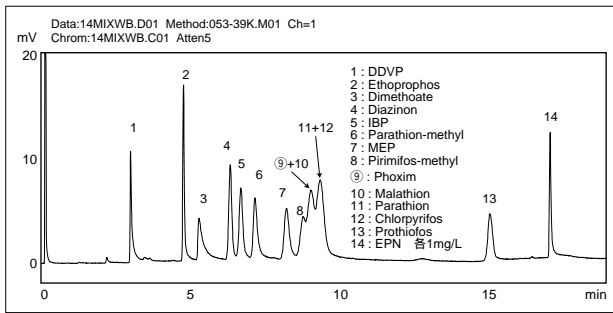


Fig.3 ホキシムを含む有機リン系農薬標準溶液のワイドボアカラムによるクロマトグラム (1mg/L)  
Chromatogram of organophosphorus pesticides standard solution using the wide bore capillary column

分析条件 1 Analytical Conditions 1  
Model : GC-17AAF, FPD-17c, AOC-20i  
Column : CBP-1, 10m×0.53mm I.D. df=1.0μm  
Column Temp. : 50°C(1min)-30°C/min-150°C(12min)-30°C/min-250°C  
Carrier Gas : He,20mL/min  
Det. : FPD-17c (P mode) Inj.Temp.: 150°C, Det.Temp.: 280°C  
Injection Method : Splitless(1min)  
Injection Volume : 2μL

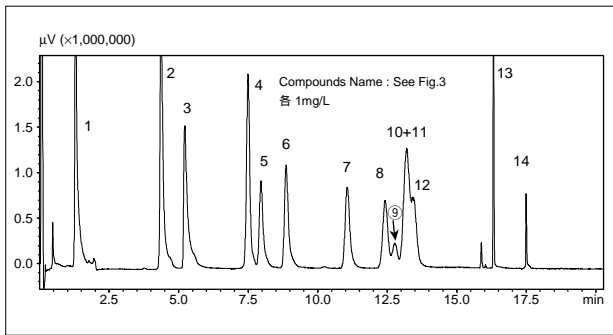


Fig.4 ホキシムを含む有機リン系農薬標準溶液のショートキャピラリカラムによるクロマトグラム (1mg/L)  
Chromatogram of organophosphorus pesticides standard solution using the short capillary column

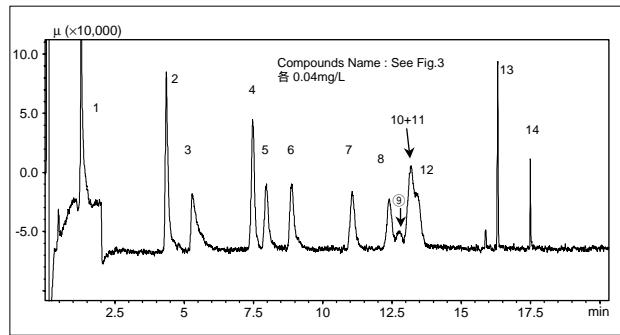


Fig.5 ホキシムを含む有機リン系農薬標準溶液のショートキャピラリカラムによるクロマトグラム (0.04mg/L)  
Chromatogram of organophosphorus pesticides standard solution using the short capillary column

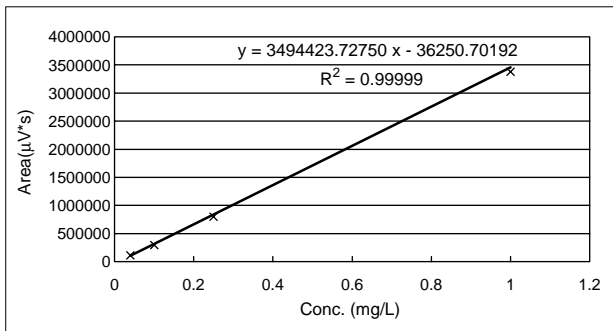


Fig.6 ショートキャピラリカラムによるホキシムの検量線 (0.04 ~ 1mg/L)  
Calibration curve of Phoxim

分析条件2 Analytical Conditions 2(Fig.4~8)  
Model : GC-2010AF, FPD-2010, AOC-20i  
Column : CBP-1, 5m×0.22mm I.D. df=0.25μm  
Column Temp. : 60°C(1min)-30°C/min-130°C(12min)-30°C/min-250°C  
Carrier Gas : He,50kPa(1.8mL/min)  
Det. : FPD-2010 (P mode) Inj.Temp.: 150°C, Det.Temp.: 280°C  
Injection Method : High Pressure Splitless(350kPa 1min)  
Injection Volume : 2μL

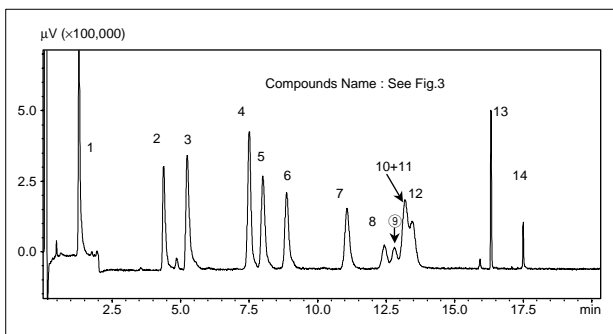


Fig.7 ホキシムを含む有機リン系農薬を添加した大豆処理液のクロマトグラム (ホキシム : 0.04 μg/g, その他の農薬 : 0.04 ~ 0.06 μg/g相当)  
Chromatogram of soy-beans extract spiked with standard pesticides

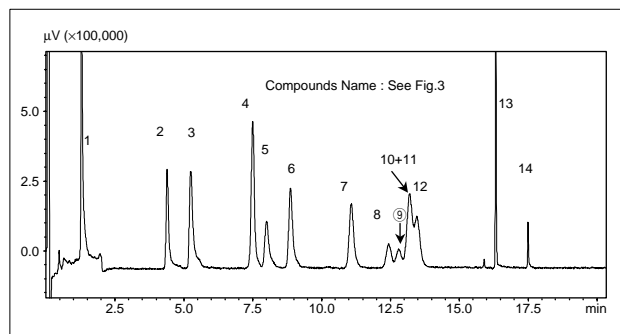


Fig.8 ホキシムを含む有機リン系農薬を添加した大豆処理液のクロマトグラム (ホキシム : 0.04 μg/g, その他の農薬 : 0.04 ~ 0.06 μg/g相当)  
Chromatogram of spinach extract spiked with standard pesticides

#### 参考文献

- 1) 根本ら, 食品衛生学雑誌 Vol.36, No2, p233-243 (1995)
- 2) 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-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。