

食品添加物の分析 - 防カビ剤の分析 -

Analysis of Fungicides

はじめに

Introduction

収穫後の農産物に使用される殺菌剤、防カビ剤はポストハーベスト農薬と呼ばれます。日本では収穫後の農作物に農薬を散布することは禁止されていますが、海外から輸入される果物や穀物では収穫後の保管や輸送中にカビの繁殖を防ぐためポストハーベスト農薬が使用されている可能性があります。このようなポストハーベスト農薬の残留を管理するため、日本では防カビ剤、防虫剤に対して、食品添加物として残留に基準値を設けています。果物などの農作物以外にも、割りばしに残留する防カビ剤の試験方法が食安

監発第1113001号に示されています。防カビ剤の分析はHPLCによる方法が多く示されています。割りばしの試験法においてもHPLCによる定量分析方法が示されていますが、防カビ剤が検出された場合の確認試験方法としてGC/MSを用いた分析方法が示されています。

本アプリケーションニュースでは割りばし、レモン果汁中の防カビ剤：オルトフェニルフェノール(OPP)、チアベンダゾール(TBZ)、ジフェニル(DP)、イマザリルをGC/MSにて確認分析した結果をご紹介します。

結果と考察

Result and Discussion

標準試料溶液

オルトフェニルフェノール、チアベンダゾール、ジフェニルを0.5 mg/L、イマザリルを5 mg/Lに調製した標準溶液をTable 1に示した分析条件で分析した結果のクロマトグラムをFig. 1に示しました。トータルイオンカレントクロマトグラム(TICクロマトグラム)を最上段に示しました。以下ジフェニル、オルトフェニルフェノール、チアベンダゾール、イマザリルの順で各成分に特徴的な m/z で描いたマスククロマトグラムを示しました。標準試料ではTICクロマトグラム、マスククロマトグラム共に各成分ピークを良好に検出することができました。Fig. 1中のマスククロマトグラムにおいて各成分の検出ピークに m/z を付し、各成分検出ピークでのマススペクトルを示しました。

Table1 分析条件

Analytical Conditions

Model	: GCMS-QP2010 Plus
-GC-	
Column	: Rtx-1701 (30 m × 0.25 mm I.D. df=0.25 μm)
Col.Temp.	: 60 °C(2min)-20 °C/min-200 °C -10 °C/min-280 °C(10min)
Carrier Gas	: He (45 cm/sec, 94.5 kPa)
Carrier Gas Mode	: Linear Velocity Mode
Inj.Temp.	: 250 °C
Injection Method	: Splitless Injection
Sampling Time	: 1 min (High Pressure 200 kPa, 1 min)
Injection Volume	: 2 μL
-MS-	
I.F. Temp.	: 260 °C
I.S. Temp.	: 250 °C
Ionization	: EI
Scan Range	: m/z 40-300
Scan Interval	: 0.3 sec.

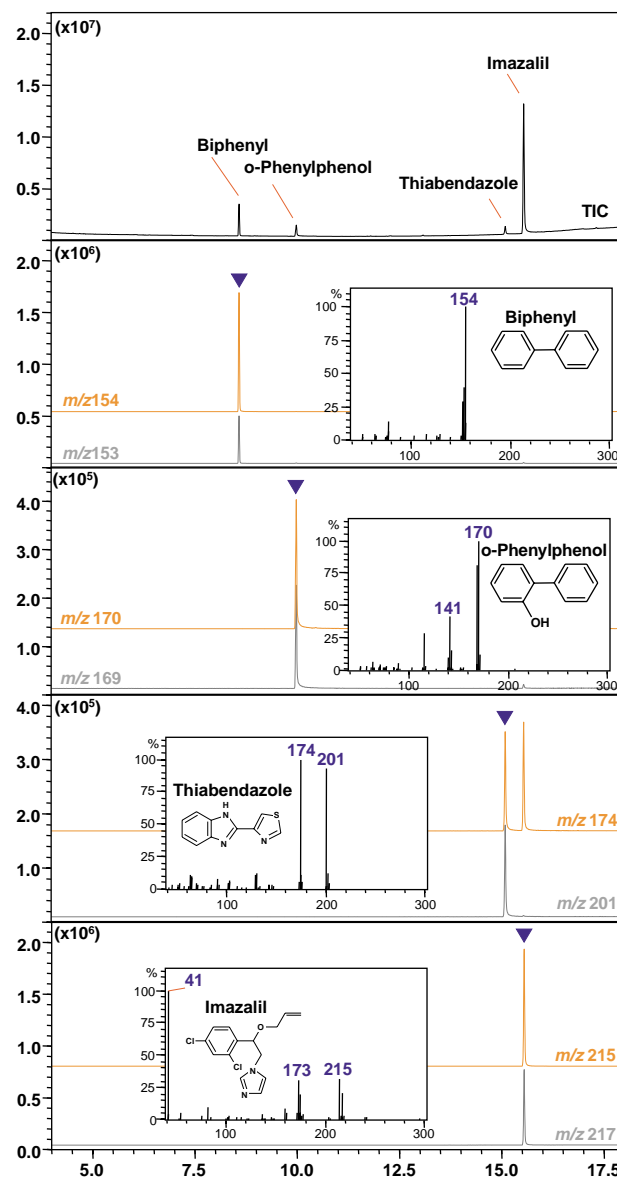


Fig. 1 標準試料測定クロマトグラム
Chromatograms of Standard Solution Biphenyl 0.5mg/L,
o-Phenylphenol 0.5mg/L, Thiabendazole 0.5mg/L, Imazalil 5mg/L

割りばし試料溶液

オルトフェニルフェノール10 µg/mL, チアベンダゾール10 µg/mL, ジフェニル100 µg/mL, イマザリル40 µg/mLメタノール溶液100 µLを割りばしに染み込ませ乾燥させた試料(各成分濃度は食安監発第1113001号に示されたHPLCでの定量限界値の濃度に相当)を20 mLメタノールに浸漬させ60°Cに保ちながら30分間放置し, 抽出試料を作製しました。

結果のクロマトグラムをFig. 2に示しました。TICクロマトグラム(最上段)では多くの夾雑成分ピークが検出されましたが, 二段目以下マスククロマトグラムでは標準品の分析結果と同じ保持時間で目的成分ピークを良好に検出することができました。マスククロマトグラムでの目的成分検出ピークには m/z を付し, マススペクトルを示しました。マススペクトルも減算処理により夾雑成分の影響を受けることなく標準品と同様のマススペクトルを得ることができました。

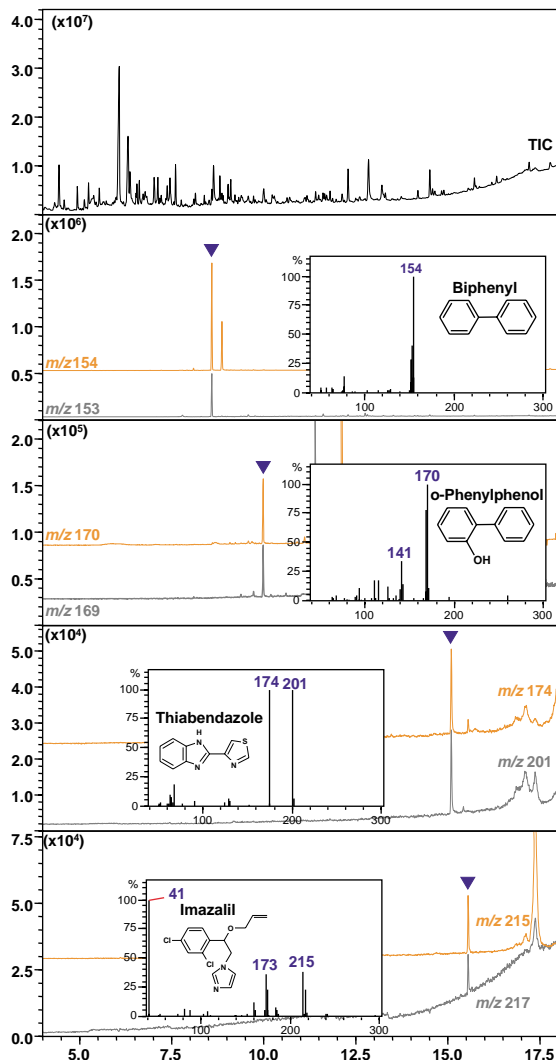


Fig. 2 割りばし抽出試料の測定クロマトグラム
Chromatograms of Disposable Wooden Chopsticks
Extraction Solution

レモン果汁試料溶液

市販のレモン果汁製品1 gに目的各成分を0.5 µg/gとなるように添加し, 酢酸エチル1 mLにて抽出しました。結果のクロマトグラムをFig. 3に示しました。レモン果汁試料においてもTICクロマトグラム(最上段)では多くの夾雑成分ピークが検出されましたが, マスククロマトグラムでは目的成分ピークを良好に検出することができました。ピーク検出マークを付したピークのマススペクトルも, 減算処理により夾雑成分の影響を受けることなく標準品と同様のマススペクトルを得ることができました。

割りばし, レモン果汁の実試料において防カビ剤4成分をマスククロマトグラムから良好にピーク検出することができ, 標準品と同様のマススペクトルを得ることができました。GC/MSではHPLCによる定量分析で防カビ剤が検出された場合の確認分析に有効です。

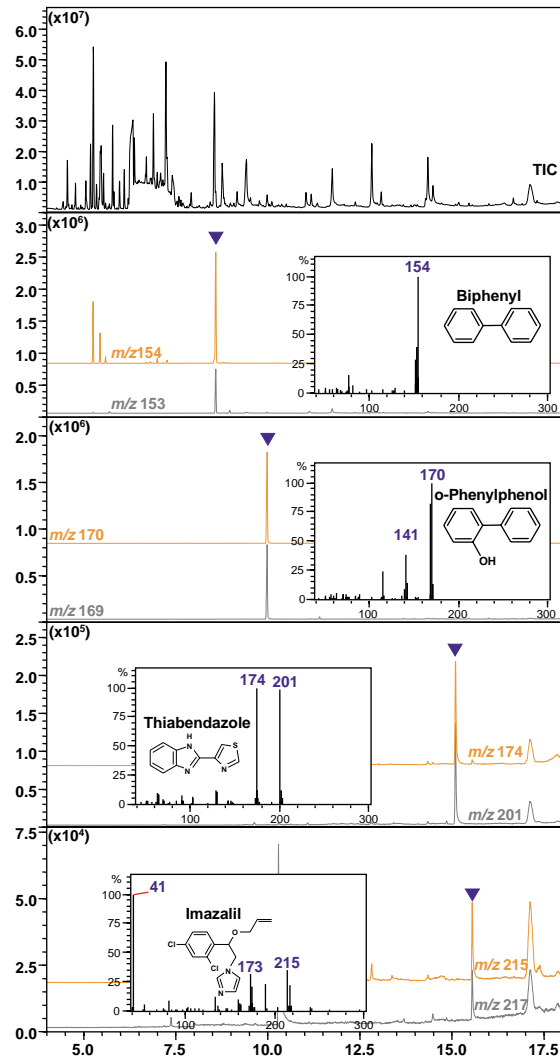


Fig. 3 レモン果汁試料の測定クロマトグラム
Chromatograms of Lemon Juice Extraction Solution

初版発行: 2009年12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>

会員制情報サービス「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。