

1 2種農薬の迅速分析法への適応性の検討

小林 英樹

Application for Rapid and Simultaneous Detamination Method on the Analysys of acetamiprid,tebuconazole,cyproconazole,alachlor,cafenstrole,chlorfenapyr cyhalofopbuthyltrifluralin,pyributicarb,pyriminobacmethyl(Etype+Ztype) dimethenamid,cymoxanil

Hideki KOBAYASHI

要 旨

残留農薬のうち有機窒素系の農薬,アセタミプリド・テブコナゾール・シプロコナゾール・アラクロール・カフェンストロール・クロルフェナピル・シハロホップブチル・トリフルラリン・ピリブチカルブ・ピリミノバックメチル(E体+Z体)・フルジオキシニル・全12農薬の検討及び一斉抽出多項目迅速分析法への適応を検討した。

Key Words : ガスクロマトグラフ (NPD) GC-NPD ; 一斉抽出多項目迅速分析法 Simultaneous Detamination ; アセタミプリド acetamiprid テブコナゾール tebuconazole;シプロコナゾール cyproconazole ; アラクロールalachlor ; カフェンストロール cafenstrole ; クロルフェナピル chlorfenapyr ; シハロホップブチル cyhalofopbuthyl ; トリフルラリン trifluralin ; ピリブチカルブ pyributicarb ; ピリミノバックメチル(E体+Z体) pyriminobacmethyl (Etype+Ztype) ; フルジオキシニル fludioxonil

I はじめに

現在,当研究所において検査可能な農薬は,基準が定められている農薬 179 項目中,一斉抽出多項目迅速分析法(以下本法とする)により分析可能な農薬は 112 項目ある。

さらにこの分析法での検査可能項目数を拡大することを目的として,未検討項目の迅速分析法への適応を検討した。

II 実験方法

1. 試料

添加回収試験には平成 10 年度に福岡市内で入手した玄米を用いた。

2. 試薬

・標準品 : アラクロールは和光純薬工業株式会社製,ピリ

ブチカルブは関東化学株式会社製,その他の標準品については林純薬工業株式会社製のものを使用した。

- ・標準原液 : 標準品 15mg を精秤し,アセトンで 30ml に定容し濃度 500ppm の標準原液を調製した。
- ・混合標準液 : 以下の組み合わせでグループ A 及びグループ B とに分け,アセトンで各濃度に調製した。

グループ A : フルジオキシニル,クロルフェナピル
ピリミノバックメチル E 体
ピリブチカルブ,シハロホップブチル
カフェンストロール

グループ B : トリフルラリン,シプロコナゾール
アラクロール,テブコナゾール
ピリミノバックメチル Z 体
アセタミプリド

- ・トリアジメホナーアセトン溶液 : 0.25 μ g/ml に調製した。調製方法は標準原液及び標準液に準じる。

- ・各種有機溶媒：アセトニトリル,アセトン,ヘキサン,ジエチルエーテルについては関東化学株式会社製の残留農薬試験用 300 倍濃縮検定品のものを用いた。
- ・その他の試薬：特級品を用いた
- ・5%含水フロリジル：Floridin Co.製 Floridil 100 ~ 200mesh Lot No.EPR7556 を 650 °C で 1 2 時間加熱処理したものに重量あたり 5%となるように蒸留水を加え,室温で 48 時間以上放置した後使用した。
- ・フロリジルカラム：内径 1 0 mm,長さ 1 5 0 mm のガラス製カラム管に 5 %含水フロリジル 3 g をヘキサンの湿式充填し,ヘキサン 30ml で洗浄後使用した。

3. 装置

- ・ガスクロマトグラフ：ヒューレットパッカード社 (HP) 5890 A シリーズ II NPD 及び 7673 オートインジェクター
- ・データ処理装置：HP3396 インテグレーター

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

コーヒーマイルを用いて粉碎した試料 10 g に塩化ナトリウム 2 g とアセトニトリル 40ml を加え 1 分間ホモジナイズし,3000rpm10 分間で遠心分離にかけ上澄み液を採取した。更にアセトニトリル 4 0 ml を加え同様に操作し上澄み液を 100ml 分液ロートにあわせた。

これに脱脂操作を行うため,アセトニトリル飽和ヘキサン 20ml を加え 10 分間振とうした。液相が完全に分離するまで静置し,アセトニトリル相を分取した。分取したアセトニトリルをロータリーエバポレーターで濃縮・乾固させた。残留物をエーテル-ヘキサン (6:94) 2ml で溶解し抽出液とした。

2) 精製

フロリジルカラムに抽出液 2ml を負荷した。さらにエーテル-ヘキサン (6:94) 2ml で容器を洗いカラムに負荷した。エーテル-ヘキサン (6:94) 16ml を加え,溶出液全量 20ml を採取し第 1 画分とした。この後,第 2 画分をエーテル-ヘキサン (15:85) 30ml,第 3 画分をアセトン-ヘキサン (8:92) 30ml,第 4 画分をアセトン-ヘキサン (1:1) 30ml で溶出させた。得られた溶出液をそれぞれ濃縮・乾固させ,感度補正のため 0.25 μ g/ml に調製したトリアジメホン-アセトン溶液で 2ml に定容し検液とした。

以上の試験操作の概要を図 1 に示す。

3) 測定

各試験溶液 5 μ l をスプリットレス注入法によりガスクロマトグラフに注入し,以下に示す GC 条件で各農薬の定性・定量を行った。

GC 条件

- カラム：RESTEK Rtx-5 (長さ 30m × 内径 0.53mm × 液相膜厚 1.0 μ m)
- 注入口/検出器温度：250 / 260 °C
- カラム温度条件：100 °C (2min) → 10 °C/min → 260 °C (15min)
- キャリアガス/流量：He / 7ml/min
- パージバルブ解放時間：3 分

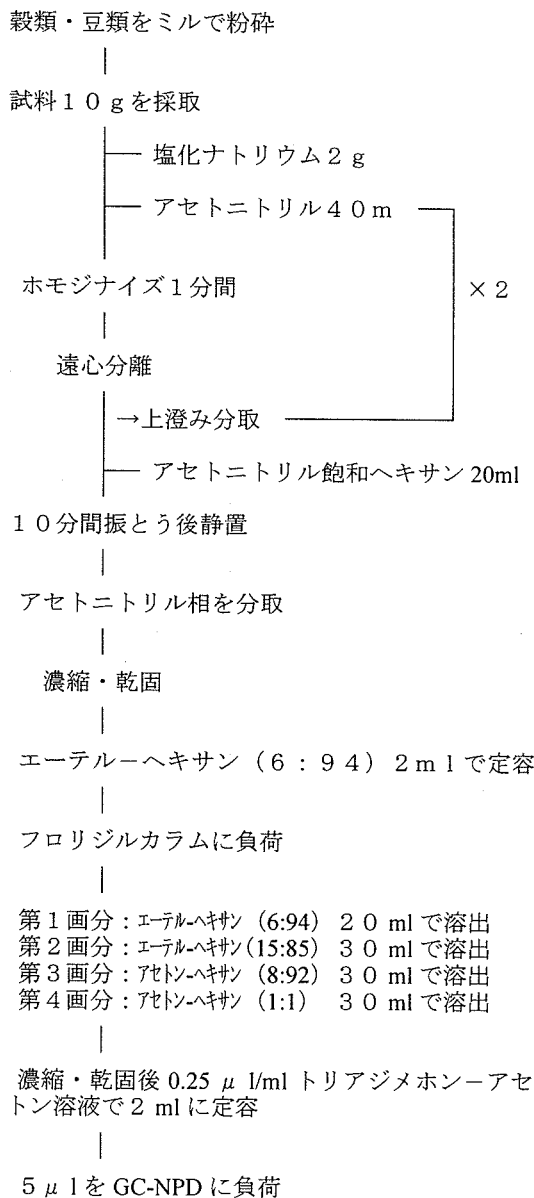


図 1. 一斉抽出多項目迅速分析法フローシート

4) 添加回収実験

試料 10g に対して農薬混合標準液 25 μ g/ml を 0.1ml を添加し,本法に従って回収率および RSD を求めた。

Ⅲ 結果と考察

グループA及びグループBを添加したときの回収率と RSD をそれぞれ表 1,表 2 に示す。また,このときの GC クロマトグラムをそれぞれ図 2,図 3 に示す。

グループAについては, クロルフェナピルが第 1 と第 2 画分,カフェンストロールが第 3 と第 4 画分にほぼ均等に分離回収された。シハロホップチルが第 2 と第 3 画分に分離回収されたがメインピークは第 2 画分であった。ピリプチカルブが第 1 画分,ピリミノバックメチル E 体が第 3 画分に回収された。フルジオキソニルは全く回収されなかったが,他の 5 農薬は 70 ~ 105 % 回収し, RSD は 0.7 ~ 4.0 % とバラツキも小さく良好に回収された。したがって,この 5 農薬は本法に適応可能と判断した。

表 1 試料 10 g にグループ A 25 μ g/ml を 0.1ml 添加したときの回収率と RSD

R.T.	農薬名	画分	回収率 (%)	RSD (%)
15.09	クロルフェナピル	1	40	1.3
		2	37	
		計	77	
16.13	ピリミノバックメチル E 体	3	105	4.0
16.37	ピリプチカルブ	1	70	1.4
17.70	シハロホップチル	2	63	0.7
		3	20	
		計	83	
19.23	カフェンストロール	3	41	3.8
		4	53	
		計	94	

グループBについては,トリフルラリンが第 1 画分,アラクロールが第 2 画分,ピリミノバックメチル Z 体が第 3

画分,シプロコナゾール,テブコナゾール,アセタミプリドが第 4 画分で回収された。回収率は 83 ~ 159% であった。シプロコナゾールとテブコナゾールの回収率がそれぞれ高かったが,RSD はいずれも 10% 以下であったので,この 2 農薬以外は回収率と併せて本法に適応可能と判断された。しかし,シプロコナゾールについては試料液のリテンションタイム (R.T.) が標準液のそれに比べ約 0.2 分程遅くなる傾向がみられた。

表 2 試料 10 g にグループ B 25 μ g/ml を 0.1ml 添加したときの回収率と RSD

R.T.	農薬名	画分	回収率 (%)	RSD (%)
9.78	トリフルラリン	1	83	5.9
12.10	アラクロール	2	116	6.0
15.01	シプロコナゾール	4	135	2.2
15.37	ピリミノバックメチル Z 体	3	84	8.2
16.26	テブコナゾール	4	159	4.7
16.86	アセタミプリド	4	94	9.4

Ⅳ まとめ

今回,本法への適応性を検討した 12 農薬のうち,フルジオキソニルは本法では全く回収されなかった。シプロコナゾールは回収率と R.T. に,テブコナゾールは回収率に問題があることから,その原因を調査する必要があるが,これらの 3 農薬を除く 9 農薬については,本法に適応可能と判断した。

文献

- 1) 福岡市保健環境研究所報 第 23 号
- 2) 第 7 回食品残留農薬分析法講習会講義資料

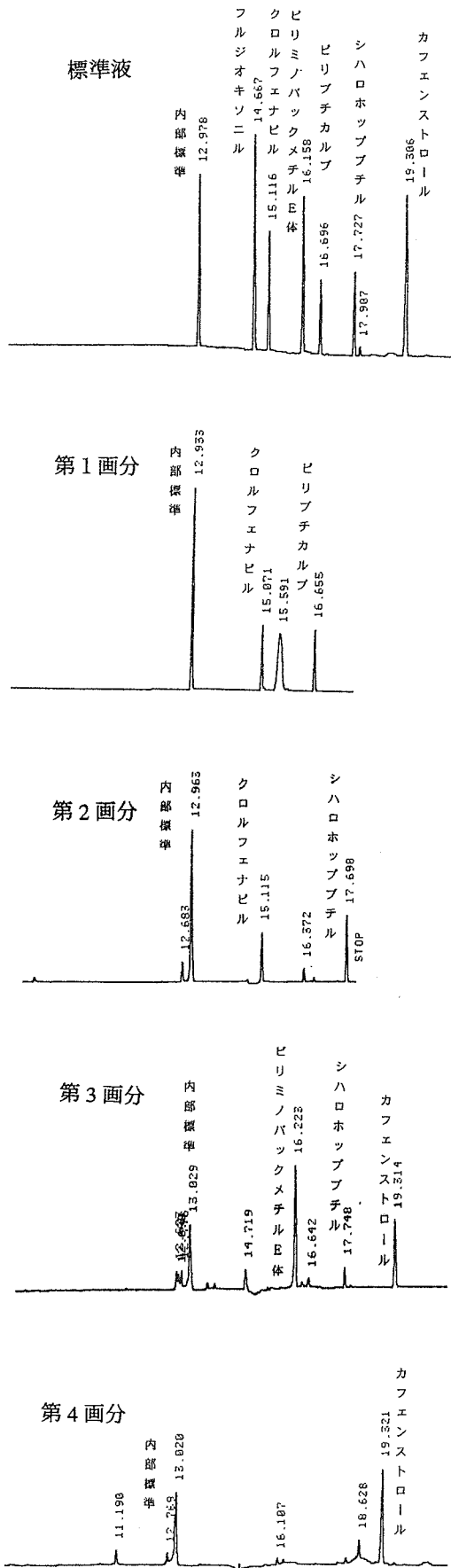


図2. グループA標準液と玄米に25 μg/ml 0.1mlを添加したときのGCクロマトグラム

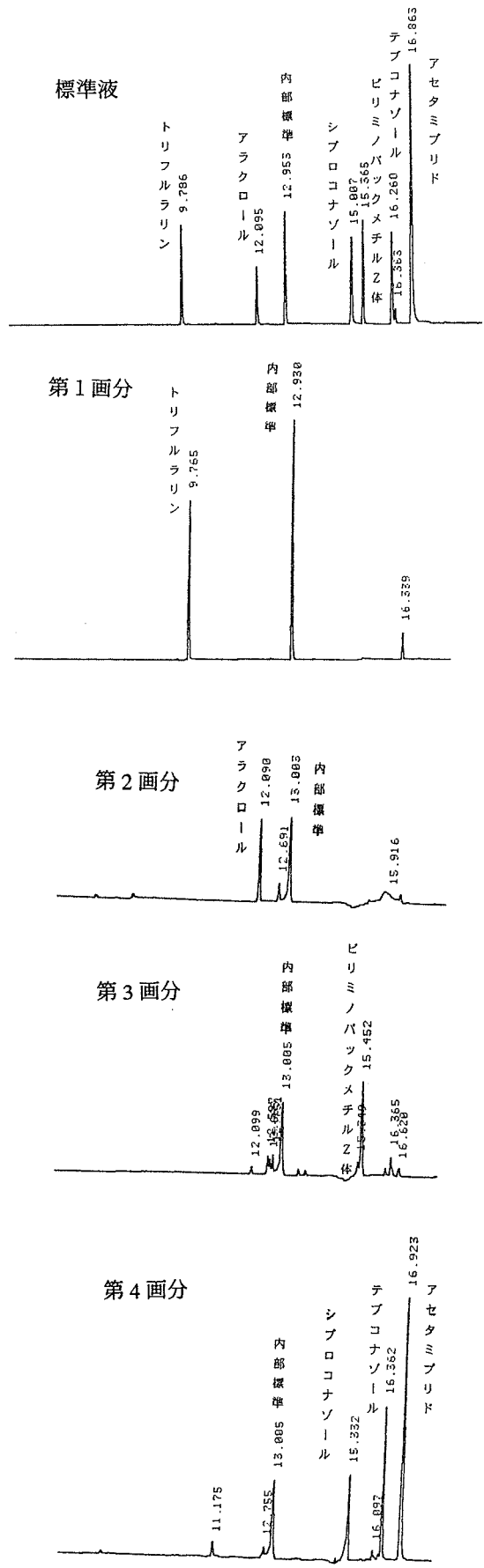


図3. グループB標準液と玄米に25 μg/ml 0.1mlを添加したときのGCクロマトグラム