

フルアジナムの食品中残留実態調査について

小林 英樹¹

Fluazinam Residues in Agricultural Products

Hideki KOBAYASHI

要 旨

厚生省委託事業「平成 11 年度食品中残留農薬実態調査」における当市の担当項目であるフルアジナムの検査法並びに結果について報告する。分析方法については、推奨法である「農薬登録保留基準ハンドブック」に記載されている方法に準拠した。回収率については対象農作物ごとに 72 ～ 108%であった。また、全ての対象農作物について不検出であった。

Key Words : フルアジナム Fluazinam, 電子捕獲型検出器付ガスクロマトグラフ GC-ECD, 分子ふるいクロマトグラフィー GPC

I はじめに

平成 4 年度より参加している厚生省委託事業「平成 11 年度食品中残留農薬実態調査」における本市の担当項目はフルアジナムである。この農薬は昭和 63 年に登録された保護殺菌剤で、ハダニ類に対する殺ダニ効果も有する。これについて、対象農産物として穀類 1, 青果物 13 種類を各 4 ロットずつ延べ 56 検体について調査したので報告する。

II 実験方法

1. 標準品 及び 試薬

フルアジナム標準品 : Dr. Ehrenstofer 社 99.5%以上

5%含水70メッシュ : Floridin Co. 製 Floridil 60 ~ 100mesh のものを 500 °C 1 時間で活性化した後、70メッシュ重量の 5%相当の蒸留水を加え 48 時間放置して使用した。

有機溶媒 : 残留農薬用 300 倍濃縮検定品

ろ紙 : ADVANTEC No.5c

フルアジナム標準原液 : フルアジナム標準品を 15mg を精秤し、メタノール 30ml で定容した。

フルアジナム標準液 : フルアジナム標準原液から適宜調製した。

2. 装 置

GC : ヒューレットパッカート社製 HP-5890II

検出器 : ECD

GPC : ホソノ° Waters Model501

流量 4.0ml

インジェクタ RHEODYNE 3725i-038

ループ 20ml

注入量 5.0ml

移動相 アセトン-シクロヘキサン(2:8)

カラム : Shodex CLN-Pac EV-2000+EV-G AC

フラクションコレクター : ADVANEC SF-3120

分画容量 25ml

分画本数 4 本

分画範囲 60 ~ 140ml

3. 試 料

平成11年度に福岡市内を流通したもので、その内訳を表 1 に示す。輸入小麦については、厚生省より送付されたものを用いた。

1. 福岡市保健環境研究所 理化学課

4. 試験溶液の調製

1)抽出

粉碎試料 20g を遠沈管に計り取り、アトトリル 90ml を加え 2 時間放置した。小麦等の穀類は 3000rpm5 分間で遠心分離した。上精をろ過し、ろ液を 200ml 試験管にとり、残さにアトトリル 90ml を加え同様に操作した。得られた抽出液 40ml を小型フラスコにとりロータリーエバポレーターを用いて濃縮乾固させ、ヘキサン 1.5ml で溶解した。小麦については、アトトリルヘキサン(2:8)10ml で溶解し、GPC による精製を行った。

2)精製

抽出液をシリカゲルカラムに負荷し、5%エーテルヘキサン 30ml で洗浄し、15%エーテルヘキサン 30ml で溶出させた。

3)測定

カラム溶出液を濃縮乾固させヘキサン 4ml で溶解後 GC-ECD で測定した。条件は以下のとおり。

GC-ECD 測定条件

注入口温度：230 °C

検出器温度：300 °C

カラム：RESTEK Rtx-50

30m × 0.25mm i.d. × 0.1 μm f.d

カラム温度：100 °C (4.6min) → 15 °C/min → 180 °C
→ 5 °C/min → 280 °C

キャリアガス/流量：ヘリウム/1.7ml/min

試料注入量：1.0 μl

4)添加回収

試料20gに対しフルアザラム標準液を0.002μgとなるように添加し、前述した方法により測定して回収率を求めた。

III 結果と考察

1. GC測定条件の検討

推奨法によるとパケットカラムを用いて定温測定を行うようになっているが、今回はキャピラリーGCでの測定であったので、当所で採用している条件をもとに若干の変更を加え測定した。

2. 精製についての検討

まず推奨法によると、活性化シリカゲル5gをヘキサンで湿式充填し試料溶液を負荷、エーテルヘキサン(1:19)50mlで洗浄後エーテルヘキサン (3:17)100mlで溶出させているが、これでは使用

する溶媒量が多すぎると考え、通常当所で用いている5%含水シリカゲル3gをヘキサンで湿式充填し、5%エーテルヘキサン30mlで洗浄、15%エーテルヘキサン30mlで溶出させることとした。

3. 妨害ピークの有無の確認

全農産物において極度の妨害は認められなかったが、より高い精製効果と濃縮時の操作性を考慮し、抽出溶液をアトトリルからアトトリルに変更した。

4. 添加回収実験

対象農産物に試料中濃度として0.002ppmとなるように添加したときの回収率は、表1に示すとおり72~108%、農産物間平均88%と良好であった。図2,4に示すとおり明確なピークも得られた。しかし変動係数が13%とやや大きくばらついた。この結果と通常食品中の残留農薬の分析において基準値の1/10以下の値が検出できれば十分であるという観点から、本法における検出限界は対象農産物中最低値である0.1ppmの1/10にあたる0.01ppmを設定した。

表1.対象農産物名及びその分析結果

農産物名	生産地	検体数	検出数	回収率(%)
小麦	輸入	4	0	76
白菜	国産	4	0	94
キャベツ	国産	4	0	93
ワタ	国産	4	0	107
アスパラガス	国産	4	0	95
すいか	国産	4	0	81
リンゴ	輸入	4	0	72
みかん	国産	4	0	83
夏みかん	国産	4	0	92
レモン	輸入	4	0	76
オレンジ	輸入	4	0	72
グレープフルーツ	輸入	4	0	92
もも	国産	4	0	108
イチゴ	輸入	4	0	95
	合計	56	0	
	平均回収率			88
	変動係数			13

IV まとめ

調査の結果、いずれの検体からもフルアジナムは検出されなかった。

今回用いた分析法については、厚生省が推奨した「農業登録保留基準ハンドブック」に準拠して行うことができた。変動係数が13%とやや大きくばらついたものの、平均回収率は88%と良好な結果が得られ、検出限界値についても0.01ppmと最低基準値の1/10まで確認することができた。

文献

- 1) 農業登録保留基準ハンドブック
「今月の農業」編集室 編 化学日報社

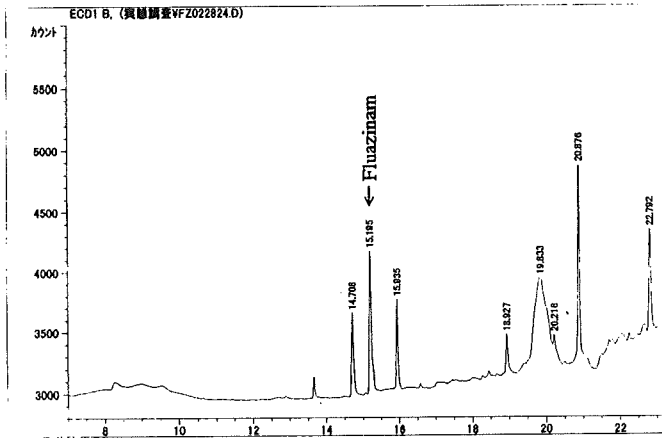


図1.フルアジナム0.01ppm 標準液 GC-ECD クロマトグラム

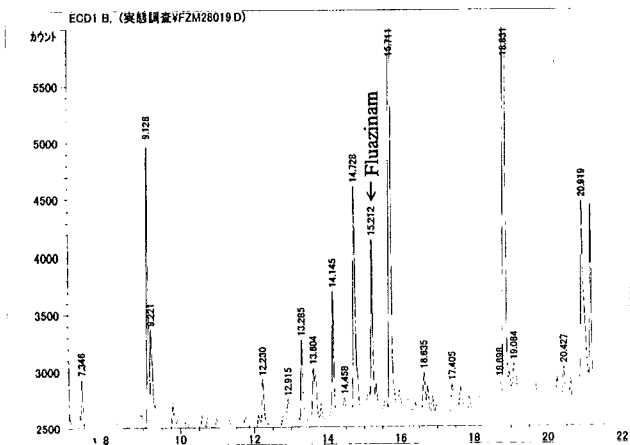


図2. グレープフルーツにフルアジナム0.002 μg/g 添加したときの GC-ECD クロマトグラム

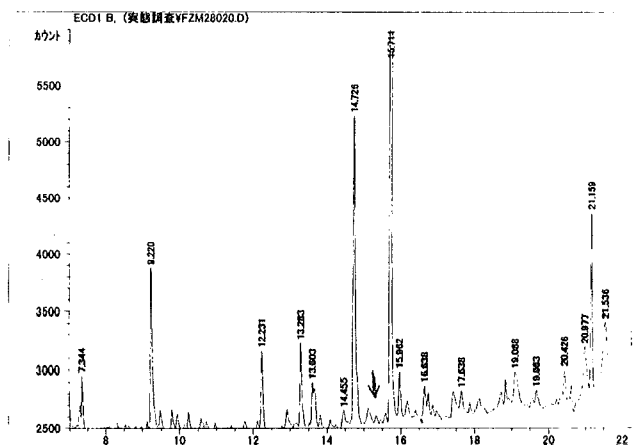


図3. グレープフルーツの GC-ECD クロマトグラム

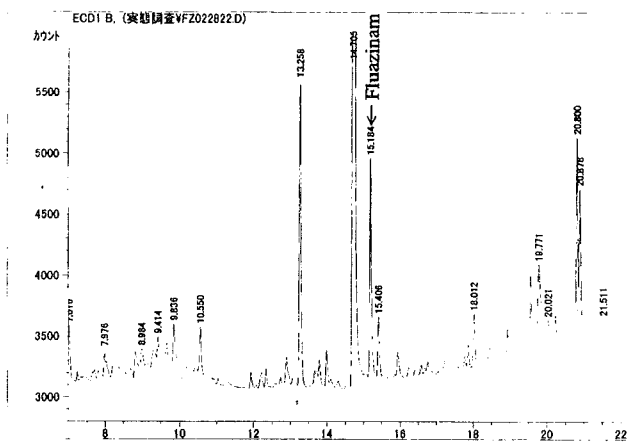


図4. レモンにフルアジナム0.002 μg/g 添加したときの GC-ECD クロマトグラム

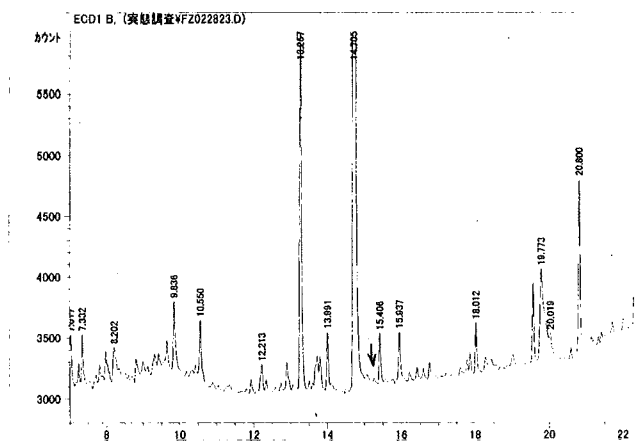


図5. レモン GC-ECD クロマトグラム