

フェンプロパトリン及びターバシルの迅速分析法への適応性の検討

江頭 勝¹⁾Application for Rapid and Simultaneous Determination Method by GC-ECD
on the Analysis of Fenpropathrin and Terbacil

Masaru EGASHIRA

要 旨

第 10 次農薬残留基準の改正で新たに基準が設けられた 15 農薬のうちフェンプロパトリン及びターバシルの 2 農薬について、当研究所で開発した迅速分析法への適応性を検討した。

検討対象とした大豆、ぶどう 20g にフェンプロパトリン 0.2 μg (0.01ppm 相当)、ターバシル 0.8 μg (0.04ppm 相当) を添加したときの回収率はフェンプロパトリンで大豆 77%、ぶどう 51%、ターバシルで大豆 111%、ぶどう 92% であった。相対標準偏差(RSD)は 2.2 ~ 7.3% で迅速分析法で検査可能であることが確認できた。フェンプロパトリンは迅速分析法の GPC 採取画分より速い画分に一部溶出するため回収率が低くなった。

Key Words : フェンプロパトリン Fenpropathrin, ターバシル Terbacil, 電子捕獲型検出器付
ガスクロマトグラフ GC-ECD, ゲル浸透クロマトグラフ GPC

I はじめに

平成 13 年 2 月 26 日付厚生労働省告示第 56 号で第 10 次農薬残留基準の改正が行われ、新たに 15 農薬に基準が設けられた¹⁾。

当研究所では独自に農薬の迅速分析法を開発し²⁾、穀類、豆類などについて GC-NPD, GC-FPD, GC-ECD を使って農薬を迅速に分析しているが、今回は第 10 次改正農薬のうちフェンプロパトリン、ターバシルについて GC-ECD を使った迅速分析法への適応性を検討したので結果を報告する。

II 方法

1 試 薬

- ・標準試薬：フェンプロパトリン、ターバシルは和光純薬工業(株)製を使用した。
- ・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、シクロヘキサン：市販の残留農薬用試薬(300)を使用した。
- ・その他の試薬：市販特級を使用した。

・農薬標準原液：農薬 20mg を精秤し、アセトンで 20ml に定容した。

・5%含水フロリジル：Floridin Co.製 Floridil 60 ~ 100mesh Lot No.EPR7556 を 650 $^{\circ}\text{C}$ で 12 時間加熱後、5% (w/w) となるように蒸留水を加え、室温で 48 時間以上放置後使用した。

・フロリジルカラム：内径 10mm, 長さ 150mm のガラス製カラムに 5%含水フロリジル 3g をエーテル-ヘキサン(6:94)で充填し、エーテル-ヘキサン(6:94) 20ml で調整した。

2 機器及び運転条件

1) ガスクロマトグラフ

ヒューレット・パッカー社製, HP-GC5890A シリーズ II ECD

カラム: RESTEK RTX -50 (i.d.0.25mm \times 30m, 0.1 μm)

注入口温度: 230 $^{\circ}\text{C}$

検出器温度: 300 $^{\circ}\text{C}$

カラム温度: 100 $^{\circ}\text{C}$ (1.5min.) \rightarrow 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min.}$ \rightarrow 170 $^{\circ}\text{C}$ \rightarrow 7 $^{\circ}\text{C}/\text{min.}$ \rightarrow 280 $^{\circ}\text{C}$ (min.)

キャリアーガス流量: He 40cm/sec. (100 $^{\circ}\text{C}$)

GC 負荷量 : 2 μl

注入方法: スプリットレス

1. 福岡市保健環境研究所 理化学課 (現所属: 衛生化学部門)

2) GPCシステム

ポンプ：ウォータース社製，Model 501
 注入口：REHEODYNE 社製，3725i-038
 カラム：SHODEX CLN-Pac EV-2000AC+EV-G AC
 フラクションコレクター：ADVANTEC SF-3120
 分取条件 試料注入量： 5ml
 流 量： 4.0ml/min.
 分画容量： 23.5ml
 分取本数： 5本
 待機時間： 16分

3 検査方法

試料 20g にアセトニトリル 100ml を加えホモジナイズし、遠心分離後アセトニトリル層を分取，残渣に再びアセトニトリル 50ml を加え抽出を行い，遠心分離後アセトニトリル層を併せて無水硫酸ナトリウムカラムを通して脱水後，40℃以下で濃縮乾固した。

これにアセトン-シクロヘキサン(1:4)を加え 10ml に定容した後，0.45 μm カートリッジフィルターでろ過し，5ml を GPC に負荷した。

GPC 溶出液の 64 ~ 181.5ml の画分を分取し，40℃以下で濃縮乾固し，これをジエチルエーテル-ヘキサン(6:94) 5ml で溶解した。

その 3ml をジエチルエーテル-ヘキサン(6:94)で調整した 5%含水フロリジルカラムに通し，ジエチルエーテル-ヘキサン(6:94)画分 20ml，ジエチルエーテル-ヘキサン(15:85)画分 30ml，アセトン-ヘキサン(8:92)画分 30ml，アセトン-ヘキサン(50:50)画分 30ml に分画し，各画分 4.75ml に内部標準として 0.1ppm ジクロフルアノド/ヘキサン溶液 0.25ml を加え GC 用試験液とした。

また，内部標準物質のジクロフルアノドのピーク面積で各農薬のピーク面積を補正し，内部標準添加量で希釈率を補正して定量した。

III 結果と考察

1 GPC分取画分

アセトン-シクロヘキサン(1:4)での 2 農薬の GPC からの溶出状況を求めた。表 1 に結果を示す。

表1. 各農薬のGPCからの溶出状況

	溶出画分 (ml)			
	40-60	60-80	80-100	100-120
フェンプロパトリン		64%	36%	
ターバシル			100%	

ターバシルは 80 ~ 100ml の画分で溶出し，迅速分析法の分取画分(64 ~ 181.5ml)中に入っていたが，フェンプロパトリンについては 60 ~ 80ml の画分に 64%溶出しており，当研究所の一斉分析法では 64ml から分取するため一部ロスがあると考えられたが，スクリーニング検査法であり，主要溶出画分が回収できるので問題ないと判断した。

2 農産物からの回収

小麦と大豆 20g にフェンプロパトリン，ターバシル各標準液 1ppm をそれぞれ 0.2ml，0.8ml 添加し，本法に従って回収率と RSD を求めた。

結果を表 2，表 3 に示す。

表2. 大豆20gにフェンプロパトリン0.2μg，ターバシル0.8μgを添加したときの回収率とRSD(n=3)

農薬名	R. T.	画分	回収率 (%)	RSD (%)
フェンプロパトリン	16.37	1	26	2.2
		2	51	
		計	77	
ターバシル	10.03	3	60	7.3
		4	51	
		計	111	

表3. ぶどう20gにフェンプロパトリン0.2μg，ターバシル0.8μgを添加したときの回収率とRSD(n=3)

農薬名	R. T.	画分	回収率 (%)	RSD (%)
フェンプロパトリン	16.37	1	17	2.7
		2	33	
		計	51	
ターバシル	10.03	3	46	2.5
		4	46	
		計	92	

画分1: ジエチルエーテル-ヘキサン(6:94) 溶出

画分2: ジエチルエーテル-ヘキサン(15:85) 溶出

画分3: アセトン-ヘキサン(8:92) 溶出

画分4: アセトン-ヘキサン(50:50) 溶出

ターバシルは第 3,4 画分で検出され，回収率は大豆 111%，ぶどう 92%であり，RSD も各 7.3%，2.5%とばらつきは小さく，迅速分析で検査するのに適していると判断された。

フェンプロパトリンは第 1,2 画分で検出され，回収率は大豆 77%，ぶどう 51%であり，RSD も各 2.2%，2.7%とばらつきは小さく，採取迅速分析で検査するのに適していると判断された。回収率が低かった原因はフェンプロパトリンが GPC の溶出画分 64 ~ 181.5ml に一部入ら

なかったためと考えられた。

また図1, 図2にフェンプロパトリン及びターバシル5ppb 混合標準液と大豆, ぶどう 20g にフェンプロパトリン 0.2 μg, ターバシル 0.8 μg を添加したときの第1~第4画分のGCクロマトグラムを示す。ターバシルは感度が低いものの, 2農薬とも妨害ピークとの分離は良好であった。

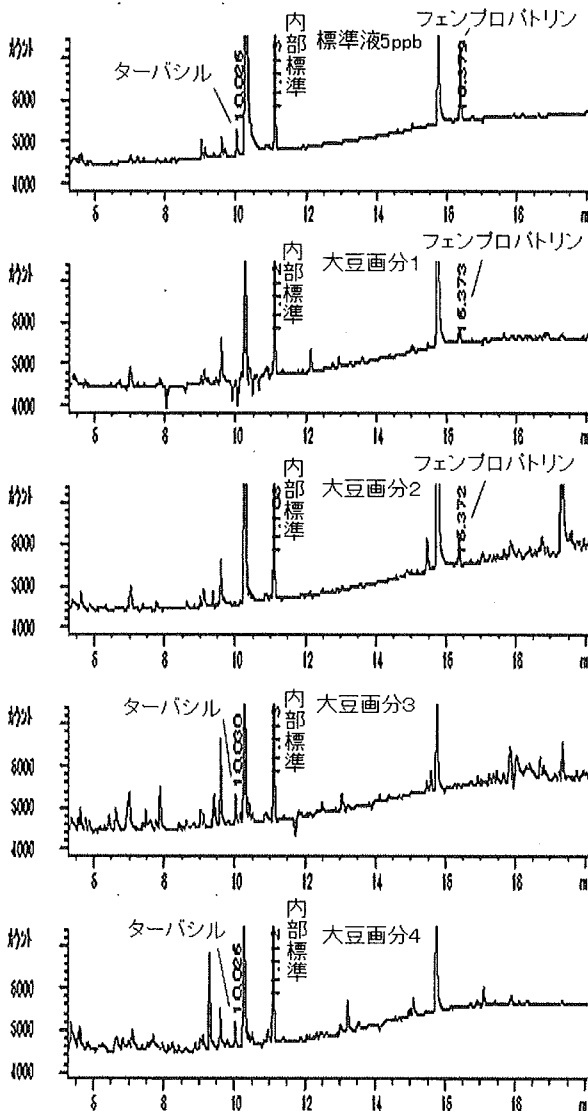


図1. 5ppb農薬混合標準液と大豆20gにフェンプロパトリン 0.2 μg, ターバシル0.8 μgを添加したときの第1~第4画分のGCクロマトグラム

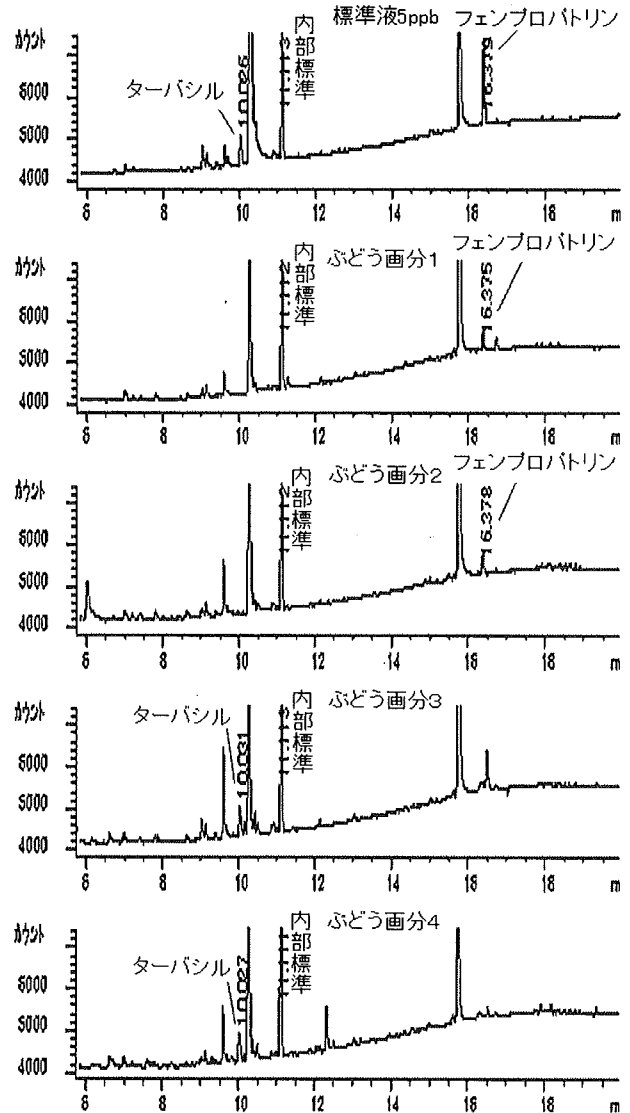


図2. 5ppb農薬混合標準液とぶどう20gにフェンプロパトリン 0.2 μg, ターバシル0.8 μgを添加したときの第1~第4画分のGCクロマトグラム

したがって今回, 迅速分析法への適応を検討した2農薬は迅速分析法に適応すると判断された。

IV ま と め

第10次改正農薬のフェンプロパトリン, ターバシルについて GC-ECD を使った迅速分析法への適合性を検討した。

2農薬は厚生労働省告示の検査法ではそれぞれ異なる2方法で検査することになっている³⁾。

今回の検討で2農薬とも迅速分析法に適合することがわかった。フェンプロパトリンはGPCの溶出画分の相違により若干回収率が低くなったと考えられた。ターバシルについては別報でGC-NPDでも測定可能であるこ

とが確認され、GC-NPDの方が感度が高いため通常はGC-NPDで検査し、検出された際の確認にGC-Massや本法を用いることになると考えられる。

今後も迅速分析法に適合する農薬の範囲を広げて、業務の効率化を図っていきたい。

文 献

- 1) 厚生労働省告示第56号, (2001)
- 2) 小林英樹: 福岡市保健環境研究所報, 24, 124 ~ 127, (1999)
- 3) 厚生省生活衛生局食品化学課 編: 第9回食品残留農薬分析法講習会講義資料, (2000)