

- ② multiresidue analysis
- ③ solid phase extraction

I. はじめに

近年、輸入作物の残留農薬問題や無登録農薬の販売・使用が発生し、輸入食品を含めた農産物の安全性が問われている。このような現状から消費者の食の安全に対する懸念を受けて、厚生労働省は平成15年に食品衛生法の一部改正を行った。それに伴い平成18年度までに国際的なデータなどをもとに約460農薬に暫定基準を設定し、基準のない農薬が残留する食品の流通を禁止するポジティブリスト制が導入されることになった。したがって流通農産物の安全性確保を目的により多くの農薬を迅速に分析するシステム開発の必要性が高まっている。今回、使用溶媒量の少ない固相抽出法の固相カートリッジおよびより多種類の農薬を一斉に分析できる GC/MS (SIM) 分析法を検討した。

II. 方法

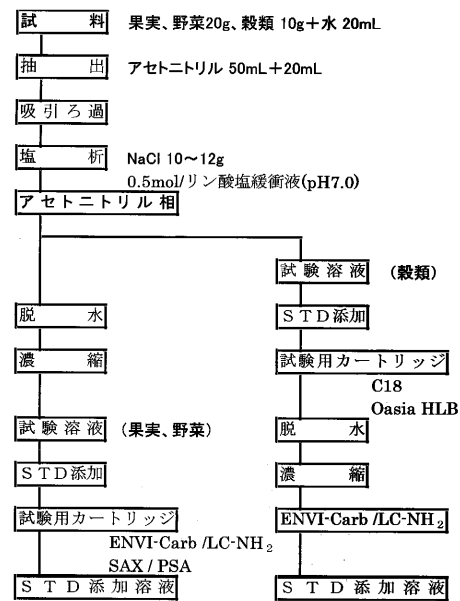


Fig. 1 試料溶液の調製および検査法 (固相抽出)

口述発表10

農産物の安全性確保のための残留農薬分析

三浦 啓徳¹⁾ 村上 淳子¹⁾ 工藤 志保¹⁾
 対馬奈津子¹⁾ 古川 章子¹⁾

1) 青森県環境保健センター

Key Words : ① pesticide residue

1. 試料

対象農薬を含んでいないりんご、にんじん、ほうれん草、玄米の4種類。

2. 対象農薬

塩素系、有機りん系、窒素系、ピレスロイド系、カーバメート系等の133農薬。

3. 固相カートリッジ

ENVI-Carb 500mg /LC-NH₂ 2500mg
 SAX 500mg / PSA 500mg 6 mL Tube
 C18 cartridge Sep-Pak 1 g Vac 6 mL

Oasia HLB 30mg Vac RC

4. 方法

残留農薬一斉分析法としては Fillion らのアセトニトリル抽出法¹⁾²⁾³⁾ に準じた。

①固相カートリッジに負荷する試験溶液は Fig. 1 に示すように果実、野菜は塩析後脱水濃縮したものに標準溶液 (STD) を添加したものを、穀類の負荷溶液は塩析後のアセトニトリル相に標準溶液を添加したものを、それぞれの回収率を求めた。

②効果が確認された固相カートリッジを用いた一斉分析法は試料に STD を負荷し、アセトニトリル抽出・固相カートリッジによる精製・GC/MS による測定により最終的な添加回収率を求めた。

5. 測定装置

GC/MS: 島津製作所製 GC/MS - QP5050

III. 結果及び考察

残留農薬検査法の添加回収試験は回収率が70~120%が妥当とされていることから、目標を回収率70%以上とした。

1. 精製に用いる固相カートリッジの効力の比較

Table 1. の結果から、ENVI-Carb /LC-NH 2 による色素の除去効果はりんご、にんじん、ほうれん草で認められたが、ほうれん草では若干の色素が残った。SAX / PSA では殆ど除去効果が認められなかった。70%以下の回収率は ENVI-Carb /LC-NH 2 でありりんご、にんじん、ほうれん草に共通してジクロロボス、ブチレート、E P T C、ピリミジフェンの4種類であった。C18、Oasis HLB においても ENVI-Carb /LC-NH 2 用いているため上記と同じ結果であった。SAX / PSA ではりんごのメタミドホス、アセフェートの2種類であった。それぞれのカートリッジで129~131種類が回収率70%を越えた。

2. 一斉分析法への適用の可否

SAX / PSA を除いた添加回収試験結果を Table 2 に示す。ENVI-Carb /LC-NH 2 はジクロロボス、ブチレート、メタミドホス、E P T C、アセフェート、ピリミジフェンの6種類を除く、127~130種類が70%以上の回収率を示した。

C18、Oasis HLB を用いた玄米においても同様の結果を示した。Oasis HLB はキャパシティーがC18より大きいことから、今後穀類の試料量を増やすのに使用出来ると思われる。

IV. まとめ

133種類の農薬について、りんご、にんじん、ほうれん草、玄米に対する固相カートリッジの精製効力を調べた

結果、ジクロロボス、ブチレート、メタミドホス、E P T C、アセフェート、ピリミジフェンの6種類の農薬を除く127種類については良好な回収率が得られた。ENVI-Carb /LC-NH 2 は色素除去に優れていることが判明し、Oasis HLB はC18と同等の脂肪除去効果が得られた。穀類は残留基準値が低いために Oasis HLB を用いることにより負荷量を多くすることができることから改善が期待される。Fillion らの方法は少ない溶媒量で迅速に分析が出来ることから、さらに多くの農産物や農薬を対象に検討して行く予定である。

Table 1. 試験溶液を用いた固相カートリッジの回収率の結果

	ENVI-Carb/LC-NH ₂			SAX/PSA	C18	Oasis HLB
	りんご	にんじん	ほうれん草	りんご	玄米	玄米
色素の除去	可	可	可	不可		
回収率70%を越える農薬	129/133	129/133	129/133	131/133	129/133	129/133
回収率70%以下の農薬	ジクロロボス、ブチレート、EPTC、ピリミジフェン 4種類	ジクロロボス、ブチレート、EPTC、ピリミジフェン 4種類	ジクロロボス、ブチレート、EPTC、ピリミジフェン 4種類	メタミドホス、アセフェート 2種類	ジクロロボス、ブチレート、EPTC、ピリミジフェン 4種類	ジクロロボス、ブチレート、EPTC、ピリミジフェン 4種類

Table 2. 添加回収試験結果

	ENVI-Carb/LC-NH ₂			C18	Oasis HLB
	りんご	にんじん	ほうれん草	玄米	玄米
回収率70%を越える農薬	127/133	127/133	130/133	127/133	128/133
回収率70%以下の農薬	ジクロロボス、ブチレート、EPTC、ピリミジフェン、メタミドホス、アセフェート 6種類	ジクロロボス、ブチレート、EPTC、ピリミジフェン、メタミドホス、アセフェート 6種類	ジクロロボス、ブチレート、EPTC、ピリミジフェン 3種類	ジクロロボス、ブチレート、EPTC、ピリミジフェン、メタミドホス、アセフェート 6種類	ジクロロボス、ブチレート、EPTC、メタミドホス、アセフェート 5種類

V. 文献

- 1) Fillion, J., Sauve, F. and Selwyn, J.: J. AOAC Int., 83, 698-713, 2000
- 2) 近藤治美, 天川映子, 佐藤寛, 他: 食衛誌, 44, 161-167, 2003
- 3) 佐藤寛, 青柳陽子, 高田千恵子, 他: 東京衛研年報, 52, 92