ノート

かんきつ類中の残留農薬の系統的分析法

(平成 7 年 12 月 21 日受理)

茶谷 祐行* 近本 武次* 棟久美佐子*
足立 透* 小松 正幹*

Systematic Determination of Pesticide Residues in Citrus Fruits

Yoshiyuki CHATANI, Takeji CHIKAMOTO, Misako MUNEHISA
Tohru ADACHI and Masamoto KOMATSU(Kyoto Prefectural Institute of Hygienic and Environmental Sciences:
395, Murakami-cho, Fushimi-ku, Kyoto 612, Japan)

A systematic method for determination of 42 kinds of pesticides (organophosphorus, organonitrogen and pyrethroid pesticide) in citrus fruits was developed. The pesticides were extracted from the citrus fruits with acetone, and the extract was concentrated. After addition of ethyl acetate to the concentrated solution, both acid and basic compounds were removed. The ethyl acetate layer was then subjected to capillary GC with NPD detection after clean-up with a Sep-pak Florisil cartridge.

The recoveries of 42 pesticides added to lemon at 0.010~1.00 $\mu\text{g/g}$ were in the range of 59.2~100.0%. The detection limits were 0.01~0.2 $\mu\text{g/g}$.

(Received December 21, 1995)

Key words: かんきつ類 citrus fruit; 防かび剤 fungicides; 2,4-D; 有機リン系農薬 organophosphorous pesticide; ピレスロイド系農薬 pyrethroid pesticide; カーバメイト系農薬 carbamate pesticide; セップバックフロリジルカートリッジ Sep-pak Florisil cartridge

緒 言

近年、我が国の輸入食品は、カロリーベースでみると 63%¹⁾ までに増加し、また、それと相まって 1994 年度からの米の緊急輸入などで輸入食品に残留する農薬の安全性について消費者の関心が高まってきている。これに対して厚生省では 1992 年度より農産物の残留農薬基準の改正作業を進めており、1993 年 5 月には 55 農薬、130 農産物についての規制を行い²⁾、1996 年 3 月には 108 農薬まで拡大され³⁾、今後さらに追加される予定である。この大幅な残留農薬基準の改正に対応していくには、厚生省告示の個別分析を中心とした方法では検査に多大の労力と時間を要し、日常業務の中で検査対応が困難となることから、多種類の農薬を一斉に分析できる多成分定量法や効率的な前処理法の確立が求められている^{4)~7)}。

このため著者らは前報⁸⁾で輸入農産物の中で輸入量が比較的多いかんきつ類を対象に、収穫後に使用される可能性が高い防かび剤などの 6 種類の農薬 (ジフェニル (DP)、オルトフェニルフェノール (OPP)、チアベンダゾール (TBZ)、イマザリル (IMZ)、ベノミル (BM)、2,4-D) についての系統的分析法を報告した。

また、かんきつ類には防かび剤以外の農薬が残留していることが考えられるが、その残留実態は十分明らかにされていない^{9), 10)}。そこで防かび剤など以外の農薬についても、前報⁸⁾の系統的分析法を適用して、同一試料から各農薬を系統的分析法で中性画分及び塩基性画分に画分後、NPD 検出器付ガスクロマトグラフ (NPD-GC) で測定し、防かび剤などの 6 種類の農薬と同時に分析できる効率的な方法について検討した。

その結果、残留基準の設定された 16 種類の農薬を含む、有機リン系農薬 23 種類、ピレスロイド系農薬 5 種類、カーバメイト系農薬 4 種類、その他 10 種類の計

* 京都府保健環境研究所: 〒612 京都市伏見区村上町 395

Table 1. Pesticides and Their Concentrations in Standard Solution

Pesticide	Group*)	Peak No.	Concentration ($\mu\text{g/ml}$)	Pesticide	Group*)	Peak No.	Concentration ($\mu\text{g/ml}$)
Chlorpropham	I	1	1.0	Ethoprophos	II	1	0.1
Dimethoate	I	2	0.2	CYAP (cyanophos)	II	2	0.1
Diazinon	I	3	0.1	Chlorothalonil	II	3	0.5
Parathion-methyl	I	4	0.1	Pirimicarb	II	4	0.2
Fenitrothion	I	5	0.1	Metribuzin	II	5	0.2
Malathion	I	6	0.1	Chlorpyrifos-methyl	II	6	0.1
Parathion	I	7	0.1	Chlorpyrifos	II	7	0.1
Chlorfenvinphos (E)	I	8	0.2	Pendimethalin	II	8	1.0
Chlorfenvinphos (Z)	I	9	0.2	Phenthoate	II	9	0.2
Profenofos	I	10	0.2	Methidathion	II	10	0.1
Isoxathion	I	11	0.1	Flutolanil	II	11	2.0
Fensulfothion	I	12	0.2	Pretilachlor	II	12	1.0
Edifenphos	I	13	0.3	Mepronil	II	13	2.2
EPN	I	14	0.1	Phosmet	II	14	0.2
Mefenacet	I	15	1.0	Amitraz	II	15	1.0
Cyhalothrin	I	16-1,2	1.1	Bitertanol	II	16-1,2	2.0
Cypermethrin	I	17-1~4	1.1	Flucythrinate	II	17-1,2	1.0
Fenvalerate	I	18-1,2	1.0				
Deltamethrin	I	19	1.0				
Bendiocarb	IV	1	0.4	Phosphamidon	III	1-1,2	0.2
Ethiophencarb	IV	2	0.4	Etrimfos	III	2	0.1
Carbaryl	IV	3	0.4	Dichlofluanid	III	3	1.1
Triadimefon	IV	4	0.4	Fenthion	III	4	0.1
Triadimenol	IV	5	0.4	Bromophos	III	5	0.1
Triflumizole	IV	6	0.4	Quinalphos	III	6	0.1
Propiconazole	IV	7-1,2	0.4	Fenamiphos	III	7	1.0
				Prothiofos	III	8	0.1
				Ethion	III	9	0.1
				Phosalone	III	10	0.2

*) Group number of mixed standard solution

42 農薬と防かび剤など 6 種類を合わせた 48 農薬を対象とする実用的な系統的多成分試験法を作成することができた。

更に、本法を用いて市販のかんきつ類中の 42 農薬の残留実態調査も行ったので併せて報告する。

実験方法

1. 試料

試料には、1993 及び 1994 年に京都府内の店頭で収去したオレンジ、レモン、グレープフルーツ 33 検体を用いた。

2. 試薬

2.1 農薬標準品及び標準溶液

標準品として、クロルプロファム、ピリミカーブはジーエルサイエンス社製、エチオン、エトプロホス、ホサロン、フェンスルホチオン、フェンバレレートはナノゲン社製トルエン溶液 (1,000 $\mu\text{g/ml}$) を、シベルメトリン、エトリムホス、トリアジメホン、トリアジメノール、キナルホス、プレチラクロール、プロピコナゾール、プロフェノホス、プロモホス、ベンダイオカルブ、

ホスファミドン、メフェナセット、メトリブジン、フェナミホス及びプロチオホスは Riedel-de Haën 社製を用いた。

その他の標準品は、和光純薬工業(株)製の残留農薬試験用を用いた。

混合標準溶液：各標準品約 10 mg を精ひょうし、ヘキサン又はアセトン 10 ml に溶解して約 1 mg/ml の標準原液を作製した。標準原液から、クロマトグラム上の分離や感度に応じて、Table 1 に示すような標準混液 I, II, III 及び IV の 4 種類のグループに分けてアセトンで適宜希釈して調製した。

2.2 試薬

Sep-pak フロリジル (Sep-pak-FL): Waters 社製 Sep-pak フロリジルカートリッジ (オリジナル) を酢酸エチル、ヘキサン各 10 ml で洗浄後使用した。

塩化ナトリウム：市販の試薬特級品を 550° で 5 時間加熱し、冷後使用した。

ろ紙：桐山漏斗用 No. 5C を用いた。

ヘキサン、アセトン、酢酸エチル及び無水硫酸ナトリ

Table 2. Conditions of Gas Chromatography

Column	: DB-1(J & W) 0.25 mm i.d.×30 m, film thickness 0.25 μm
Column temperature	: 50°C(2.5 min)–20°C/min–200°C–2°C/min–250°C–4°C/min–270°C(10 min)
Injection temperature	: 270°C
Detector temperature	: 290°C
Carrier gas	: He 100 kPa (splitless 2 min)
Injection volume	: 1 μl
Detector	: NPD (H ₂ 4.5 ml/min, air 100 ml/min)

Scheme 1. Analytical method for 42 pesticides

ウムは残留農薬試験用，その他の試薬は，市販の試薬特級品を用いた。

3. 装置

GC: Hewlett Packard 社製 Series II 5890 (NPD 検出器付き)，データ処理装置(株)島津製作所製 C-R3A を使用した。

GC-質量分析計 (GC/MS): Hewlett Packard 社製 Series II 5890-日本電子(株)製 JMS-AX505 WA を使用した。

ホモジナイザー: Biotrona 社製バイオトロンを用いた。

4. 測定条件

GCの測定条件は Table 2 に示した。

5. 試験方法

前報⁸⁾ に準じて 41 種農薬用試験溶液とピリミカーブ用試験溶液を調製した。

41 種農薬用試験溶液は，前報⁸⁾ の 2,4-D エステル類を含む酢酸エチル溶液 2 ml を試験管にとり，窒素気流で乾固した。これを 5 ml のヘキサンで Sep-pak-FL に負荷した後，ヘキサン 5 ml で洗浄した。次に試験管を酢酸エチル 5 ml で洗い，これを Sep-pak-FL に通した後，酢酸エチル 15 ml を流した。酢酸エチル流出液を合わせて減圧濃縮後，窒素気流で乾固し，アセトンで 2 ml とした。

ピリミカーブ用試験溶液は，前報⁸⁾ の水層 B を 5% アンモニア水で pH 10 に調整後，塩化ナトリウム 7 g 及び酢酸エチル 30 ml を加えて振とう抽出し，更に水層に酢酸エチル 30 ml を加えて，同様の操作を繰り返した。酢酸エチル層を合わせ，無水硫酸ナトリウムを加えた後ろ過した。ろ液を約 1 ml まで減圧濃縮し，窒素気流で乾固した後，アセトンで 5 ml とした。

41 種類農薬及びピリミカーブは GC で Table 2 に示

Fig. 1. Gas chromatograms of pesticides (groups I~IV)
Pesticides of each peaks are described in Table 1.

した測定条件で定量した。また試料中の各農薬の含有量はピーク面積から絶対検量線法で求めた。

以上の操作法を Scheme 1 に示した。

結果及び考察

1. 試験方法の検討

1.1 GC 測定条件

今回、かんきつ類に残留基準の設定された 16 種類及び登録保留基準のある農薬を中心に NPD 検出器付 GC で可能な有機リン系農薬、ピレスロイド系農薬、カーバメイト系農薬及びその他の農薬 52 種類について検討した。GC カラムに DB-1 を使用し、GC の分離条件を検討した結果、52 種類農薬を 4 グループに分け (Table 1), Table 2 に示した測定条件を設定した。Table 2 の条件で測定した各標準混液のガスクロマトグラムを Fig. 1 に示した。

Fig. 1 に示すように、各農薬の分離はほぼ良好であった。またピレスロイド系農薬のシハロトリン、フェンバレート、フルシトリネートは各 2 本のピークに、シベルメトリンは 4 本のピークに分離された。他にホスファミドンが主ピークと副ピークに 3:1 の比率で分かれ、プロピコナゾールがほぼ同じ高さの 2 本のピークに分かれた。ピテルタノールでは主ピークとその約

20 分の 1 の高さの副ピークが検出された。これらの農薬はそれぞれが異性体を有しているために複数のピークとして分かれて検出されたものと考えられる。このため、定量は各ピーク面積の総和で求めた。

検量線は、Table 1 に示した標準混液をアセトンで 5 倍及び 10 倍希釈し、GC で測定して作成したところ、各農薬とも 10 倍希釈まで、ほぼ良好な直線性を示した。

検体の検出限界値は、Table 1 の標準混液 I から IV の記載濃度の約 1/20~1/10 であった (Table 3)。

1.2 各種農薬の抽出条件

レモンに同重量の水を加えてホモジナイズした試料 20 g に対して、グループ別に各標準混液を 1 ml ずつ加え、試験方法と同様の操作をし、中性 (前報⁸⁾ の DP, 2,4-D エステル類などを含む酢酸エチル溶液)、塩基性 (ピリミカブ用試験溶液) 画分に分けて回収実験を行った。中性画分の結果を Table 3 に示した。ただし中性画分の溶液については、1 ml を分取し溶媒を留去後、精製を行わずにアセトンで 1 ml に定容して GC で測定した。

有機リン系農薬は、中性画分において、プロフェノホスの 62.8% からフェントロチオンの 102.7% までの

Table 3. Recoveries and Detection Limits of Organophosphorus Pesticides, Pyrethroids Pesticides and so on Added to Lemon before and after Purification by Sep-pak Florisil Cartridge

Pesticide	Spiked level ($\mu\text{g/g}$)	Recovery (%) ^{a)}		Detection limit ($\mu\text{g/g}$)	Pesticide	Spiked level ($\mu\text{g/g}$)	Recovery (%) ^{a)}		Detection limit ($\mu\text{g/g}$)
		before ^{b)}	after ^{b)}				before ^{b)}	after ^{b)}	
CYAP (cyanophos)	0.010	88.2	82.6	0.01	Fenthion	0.010	72.2	ND	—
EPN	0.010	82.5	67.9	0.01	Fenvalerate 1	0.100	72.2	73.1	0.05
Amitraz	0.100	6.6	ND	—	Fenvalerate 2	0.100	70.0	73.3	0.05
Bendiocarb	0.040	*	64.1	0.04	Flucythrinate 1	0.100	90.3	71.0	0.05
Bitertanol	0.200	100.3	81.7	0.10	Flucythrinate 2	0.100	78.2	67.8	0.05
Bromophos	0.011	80.2	62.1	0.01	Flutolanil	0.208	101.6	66.8	0.10
Carbaryl	0.042	*	84.1	0.04	Isoxathion	0.010	98.9	84.7	0.01
Chlorfenvinphos (E)	0.020	81.1	70.7	0.01	Malathion	0.011	76.6	59.6	0.01
Chlorfenvinphos (Z)	0.020	75.5	76.0	0.01	Mefenacet	0.103	88.2	79.9	0.05
Chlorothalonil	0.050	*	24.1	—	Mepronil	0.218	88.5	66.4	0.11
Chlorpropham	0.040	*	66.7	0.04	Methidathion	0.101	90.0	72.4	0.01
Chlorpyrifos	0.011	84.8	63.0	0.01	Metribuzin	0.023	ND	ND	—
Chlorpyrifos-methyl	0.010	88.0	60.9	0.01	Parathion	0.011	96.8	67.5	0.01
Cyhalothrin 1	0.114	63.3	74.0	0.06	Parathion-methyl	0.010	99.9	69.1	0.01
Cyhalothrin 2	0.114	74.8	73.0	0.06	Pendimethalin	0.101	71.7	68.7	0.05
Cypermethrin 1	0.113	68.9	76.0	0.06	Phenthoate	0.020	72.9	72.6	0.01
Cypermethrin 2	0.113	76.5	69.9	0.06	Phosalone	0.020	90.4	81.9	0.01
Cypermethrin 3	0.113	71.4	74.0	0.06	Phosmet	0.020	74.9	45.5	—
Cypermethrin 4	0.113	68.5	79.8	0.06	Phosphamidon 1	0.018	*	ND	—
Deltamethrin	0.108	67.6	74.2	0.05	Phosphamidon 2	0.018	79.3	53.6	—
Diazinon	0.012	*	62.8	0.01	Pretilachlor	0.097	69.2	63.4	0.05
Dichlofuanid	0.107	ND	ND	—	Pirimicarb	0.980	91.8	—	0.04
Dimethoate	0.020	*	75.8	0.01	Profenofos	0.020	62.8	66.0	0.01
Edifenphos	0.033	*	100.0	0.02	Propiconazole 1	0.036	71.5	69.1	0.03
Ethion	0.010	73.1	71.6	0.01	Propiconazole 2	0.036	84.0	63.8	0.03
Ethiophencarb	0.040	*	ND	—	Prothiofos	0.013	79.0	31.1	—
Ethoprophos	0.010	*	75.7	0.01	Quinalphos	0.014	82.6	77.5	0.01
Etrimfos	0.013	75.0	80.4	0.01	Triadimefon	0.040	77.4	84.8	0.04
Fenamiphos	0.100	ND	ND	—	Triadimenol	0.040	69.4	59.2	0.04
Fenitrothion	0.010	102.7	67.3	0.01	Triflumizole	0.041	82.4	86.5	0.04
Fensulfothion	0.020	96.8	65.8	0.01					

ND: Not detected

*: Not measurable due to interfering peaks

^{a)} Each value shows the means ($n=3$).^{b)} Before and after purification by Sep-pak Florisil cartridge

23 種類の農薬が回収されたが、フェナミホスは回収されなかった。また、エトプロホス、ジメトエート、ダイアジノン、ホスファミドン 1 及びエディフェンホスは妨害ピークのため確認できなかった。また、塩基性画分からは検出されなかった。

ピレスロイド系農薬は、すべて中性画分に検出された。これらの農薬は保持時間が長いため、妨害ピークの影響も少なく、シハロトリン 1 の 63.3% からフルシトリネート 1 の 90.3% まで、5 種類の農薬がほぼ良好に回収された。

カーバメイト系農薬はピリミカーブのみが塩基性画分

に 91.8% 回収された。それ以外の 4 種類の農薬は中性画分で検出されると考えられたが、保持時間が短く、妨害ピークのため定量が困難であった。

その他の農薬は、中性画分からメプロニル、トリアジメノール、トリフルミゾール、トリアジメホン、プロピコナゾール、フルトラニル、プレチラクロール、メフェナセット、ピテルタノール及びペンディメタリンが 69.2% から 101.6% 回収された。クロロタロニルは妨害ピークのため確認できなかった。更にアミトラズ、ジクロフルアニド及びメトリブジンについては、検出されなかった。塩基性画分からはトリフルミゾールが約 5%

Fig. 2. Gas chromatograms of lemon extract
A: after purification by Sep-pak Florisil cartridge
B: before purification by Sep-pak Florisil cartridge

回収されたが、その他の農薬は検出されなかった。

1.3 Sep-pak フロリジルによる精製

分離、抽出操作で得られたレモンの中性画分の溶液をGCに注入すると、保持時間約15分までのクロマトグラム上に試料由来の定量妨害ピークがかなり検出された。これらのピークはGCへの注入回数が増えるにつれて大きくなり、15分以前に検出される農薬は定量が不可能となった。また、15分以降についても妨害ピークが多数認められ、定量値に誤差を生じる危険性がみられた。このため妨害ピークの影響を除く手段として Sep-pak-FL による精製を検討した。

1.3.1 溶出条件

今回の分析にはピレスロイド系、有機リン系、カーバメイト系などの多種類の農薬を同時に分離精製する必要がある、できるだけ適用範囲の広い溶媒が望ましいことから、ヘキサンで Sep-pak-FL に負荷させ、酢酸エチルで溶出させることとし、カラムからの溶出液量を検討した。

各標準混液 I~IV 0.4 ml をそれぞれ試験管にとり、窒素気流で乾固した後、5 ml のヘキサンで Sep-pak-FL に負荷し、つづいてヘキサン 5 ml を流し、合わせてフラクション (fr) 1 とした。次に酢酸エチル 5 ml で試験管を洗い、Sep-pak-FL に通した後、酢酸エチル 5 ml を流し、合わせて fr 2 とした。更に酢酸エチル溶液 10 ml を 2 回流し、各 fr 3, fr 4 とした。それぞれの画分を減圧濃縮後、窒素気流で乾固し、アセトンで 2 ml とした。各 fr を GC で分析して、農薬の回収率を求め、溶出パターンから農薬を溶出するために必要な液量を求めた。

その結果、ホスファミドン 2 及びフェンスルホチオ

ンが fr 2 と fr 3 から検出され、それぞれ 91.8, 102.4% 回収された。またプロチオホスが fr 1 と fr 2 から検出され、93.2% 回収された。アミトラズ、エチオフェンカルブ、エトキシキン、フェナミホス、フェンチオン、ホスファミドン 1 は回収されなかった。それ以外の農薬は、メトリブジン 74.9% からマラチオン 109.0% までおおむね良好な回収率が得られ、いずれも fr 2 の画分のみ集中して溶出された。

このことから、Sep-pak-FL による精製は、ヘキサン 5 ml で負荷した後、ヘキサン 5 ml で洗浄し、酢酸エチル 20 ml で溶出することにした。

1.3.2 精製効果

実試料での Sep-pak-FL による精製効果を調べるために、レモンから試験方法により抽出した中性画分について、Sep-pak-FL 精製処理前と処理後のそれぞれの試験溶液を GC で測定して、その効果を調べた (Fig. 2)。

Fig. 2 より、精製前では保持時間 15 分までのクロマトグラム上に多くの妨害ピークが検出されたが、精製後には妨害ピークがかなり除去され、十分な精製効果が認められた。

2. 添加回収実験

レモンに同重量の水を加えてホモジナイズした試料 20 g を対象とし、グループ別に各標準混液 1 ml を加え、試験方法と同様に操作し、回収率を求めた (Table 3)。

有機リン系農薬では、回収率はプロチオホス、ホスメット、マラチオンがそれぞれ 31.1, 45.5, 59.6% と 60% 以下であった。中でもプロチオホスが低かったが、これは Sep-pak-FL の精製操作時に、ヘキサン画分に 55% 溶出したためであった。また、ホスメットが Sep-pak-FL 精製前では 74.9% の回収率が得られたが、精製後は 45.5% と低くなった。それ以外の農薬は、クロルピリホスメチルの 60.9% からエディフェンホスの 100.0% までの回収率が得られた。なお、Sep-pak-FL 精製を行わなかった場合には、妨害ピークにより測定が不可能であったエトプロホス、ジメトエート、ダイアジノン及びエディフェンホスが精製処理により定量が可能となった。

ピレスロイド系農薬では、フルシトリネート 2 の 67.8% からシベルメトリンの 79.9% までの結果が得られた。

カーバメイト系農薬では、精製前の溶液を GC で測定したとき、妨害ピークのため定量ができなかったが、Sep-pak-FL 精製を行うことで定量が可能となった。クロルプロファム、カルバリル及びベンダイカルブの回収率は、64.1~84.1% であったが、エチオフェンカルブは回収されなかった。

その他の農薬では、トリフルミゾール、トリアジメホン、トリアジメノール、ピテルタノール、ペンディメタ

リン、メプロニル、フルトラニル、プレチラクロール及びメフェナセツで 59.2~81.7% の回収率が得られた。また、妨害ピークのため測定ができなかったクロロタロニルは精製によって定量が可能となったが、24.1% とかなり低い値であった。この原因については今後検討する予定である。

また、本法でオレンジ、グレープフルーツについて測定した結果、各農薬を妨害するピークは検出されず本法を適用することが可能であった。

以上、本法では 41 農薬の回収率が 55% 以上となり、これらの農薬についてはおおむね良好な結果が得られたことから、ピリミカブと併せてかんきつ類中の 42 農薬の実用的な検査法であると考えられる。

3. 実態調査

1993 年及び 1994 年に京都府内の店頭で収去したオレンジ 8 検体、レモン 13 検体及びグレープフルーツ 12 検体の計 33 検体について本法により残留農薬の実態を調査した。

その結果、使用基準のある農薬では、クロルピリホスが 7 検体から 0.01~0.06 $\mu\text{g/g}$ の範囲で検出されたが、すべて基準値内であった。また、使用基準が設定されていない農薬では、メチダチオンが 2 検体からそれぞれ 0.22, 0.03 $\mu\text{g/g}$ 、プロフェノホスが 1 検体の果皮から 0.04 $\mu\text{g/g}$ 検出された。なおクロルピリホス及びメチダチオンは輸入かんきつ類から比較的良好に検出されている^{10), 11)}。

またクロルピリホス (モニタリングイオン m/z 314, 286, 258), メチダチオン (同 m/z 302, 145, 125) 及びプロフェノホス (同 m/z 347, 339, 323) については、前報⁸⁾ の示す GC/MS 条件の SIM (selected ion monitoring) 法に従い確認した。

以上、今回調査したかんきつ類から、規制が定められていないプロフェノホスとメチダチオンを検出した。このことから今後更に未規制農薬も併せて残留農薬について継続して調査、監視していく必要があると思われる。

まとめ

すでに開発したかんきつ類中の防かび剤など農薬 6 種類の系統的分析法⁹⁾ を利用して、防かび剤などとともに有機リン系農薬、ピレスロイド系農薬などを系統的に

分析できる方法を検討したところ、次の結果が得られた。

① 前処理法として、試料にアセトンを加えて抽出後、pH を調整した後、中性、塩基性及び酸性画分に分けて、中性画分を Sep-pak-FL で精製して試験溶液を調製する方法は、操作が簡便で時間の大幅な短縮が可能となった。

② 6 種類の防かび剤など農薬については、既報のとおりの⁹⁾ HPLC 又は GC/MS を用い、今回の有機リン系農薬、ピレスロイド系農薬等 42 種類の農薬の分析には GC 用分離カラムに DB-1 を用い、NPD-GC を用いて測定したところ、48 種類の農薬の添加回収率は 55% 以上となり良好であった。

③ 確立した方法により市販のかんきつ類 33 検体について検査を実施したところ、従来から検出されていたクロルピリホス、メチダチオン以外に、今回新たにプロフェノホスが検出された。

文 献

- 1) 平成 7 年度厚生白書: p. 226 (1995).
- 2) 厚生省告示: 第 239 号, 平成 4 年 10 月 27 日.
- 3) 厚生省告示: 第 161 号, 平成 7 年 8 月 14 日.
- 4) 起橋雅浩, 尾花裕孝, 堀 伸二郎, 西宗高広: 食衛誌. **35**, 258~261 (1994).
- 5) 宮田昌弘, 鎌倉和政, 平原嘉親, 成田美加子, 岡本浩一郎, 長谷川真住, 鯉口 智, 山名孝善, 外海泰秀, 伊藤誉志男: 同上 **34**, 496~507 (1993).
- 6) 平原嘉親, 成田美加子, 岡本浩一郎, 三好智子, 宮田昌弘, 鯉口 智, 長谷川真住, 鎌倉和政, 山名孝善, 外海泰秀: 同上 **35**, 517~524 (1994).
- 7) 成田美加子, 宮田昌弘, 鎌倉和政, 平原嘉親, 岡本浩一郎, 長谷川真住, 鯉口 智, 三好智子, 山名孝善, 外海泰秀, 伊藤誉志男: 同上 **35**, 371~379 (1994).
- 8) 茶谷祐行, 近本武次, 棟久美佐子, 足立 透, 小松正幹: 同上 **37**, 187~194 (1996).
- 9) 塩田寛子, 永山敏廣, 小林麻紀, 二島太一郎: 東京衛研年報. **43**, 130~136 (1992).
- 10) 小林麻紀, 永山敏廣, 塩田寛子, 二島太一郎, 田村行弘: 同上 **44**, 155~161 (1993).
- 11) 加藤嘉久, 佐伯政信: 千葉県衛生研究所研究報告 **7**, 7~11 (1983).