ノート

超臨界流体抽出及び GC, HPLC による穀類中残留農薬
の多成分一斉分析法

(平成 10 年 7 月 9 日受理)

吉井公彦*¹ 津村ゆかり*¹ 中村優美子*¹
石光進*¹ 外海泰秀*¹ 土屋鍛*²
木村実加*³ 関口幸弘*³

Multiresidue Analysis of Various Kinds of Pesticides in Cereals
by SFE, GC and HPLC

Kimihiko YOSHI*¹, Yukari TSUMURA*¹, Yumiko NAKAMURA*¹, Susumu ISHIMITSU*¹,
Yasuhide TONOGAI*¹, Tsuyoshi TSUCHIYA*², Mika KIMURA*³ and Yukihiko SEKIGUCHI*³

(*¹National Institute of Health Sciences, Osaka Branch: 1-1-43, Hoenzaka, Chuo-ku, Osaka
540-0006, Japan; *²Yokohama Quarantine Station, Center for Inspection of Imported
Foods and Infections Diseases: 107-8, Nagahama, Kanazawa-ku, Yokohama 236-0011,
Japan; *³Kobe Quarantine Station, Center for Inspection of Imported Foods and
Infections Diseases: 1-1, Toyahama-cho, Hyogo-ku, Kobe 652-0866, Japan)

Simultaneous determination of 71 pesticides in cereals by HPLC and GC was studied. The pesticides were extracted by SFE with collection using Extrelut[®], defatted with Extrelut[®]+C₁₈ and cleaned up by using GPC and a Sep-Pak[®] Florisil cartridge. The test solution was subjected to HPLC with UV and FL detection, GC with FPD, FTD or ECD and GC/MS (SIM).

Surveillance of imported cereals (wheat, corn) was carried out by the proposed methods. Malathion, fenitrothion, chlorpyrifos methyl, cyfluthrin were determined by GC and confirmed by GC/MS (SIM). Iprodion, difenoconazole, etofenprox were determined by HPLC and confirmed by photodiode-array detection or GC/MS (SIM).

(Received July 9, 1998)

Key words: 穀類 cereals; 農薬 pesticide; 超臨界流体抽出 super critical fluid extraction; ゲル浸透クロマトグラフィー gel permeation chromatography; ガスクロマトグラフィー (ECD, FPD, FTD) GC-ECD, -FPD, -FTD; ガスクロマトグラフィー/質量分析法 GC/MS; エクストレルート Extrelut[®]; セップバックフロリジル Sep-Pak[®] Florisil

緒言

今までは GC 又は GC/MS を用いる残留農薬一斉分析法を中心に検討されてきたが^{1)~3)}, 既報⁴⁾ 及び前報⁵⁾ では超臨界流体抽出法 (SFE) 及び HPLC を用いた穀類中

残留農薬一斉分析法を報告した。また, 溶媒抽出と SFE による試料中脂質の抽出量の差異を調べて SFE の有用性を明らかにし, 更に, とうもろこしなど脂質含量の高い試料についてはゲル浸透クロマトグラフィー (GPC) を併用するのが有効であることを確認した⁵⁾。

本報では, 前報⁵⁾ で確立した試験溶液調製法を用いて, GC による多成分農薬の一斉分析法を作成した。更に, 検出された農薬ピークの確認法について検討を行った。

*¹ 国立医薬品食品衛生研究所大阪支所: 〒540-0006 大阪市中央区法円坂 1-1-43

*² 横浜検疫所 輸入食品・検疫検査センター: 〒236-0011 横浜市金沢区長浜 107-8

*³ 神戸検疫所 輸入食品・検疫検査センター: 〒652-0866 神戸市兵庫区遠矢浜 1-1

Scheme 1. Procedure of multiresidue analysis of pesticides in cereals

EA: ethyl acetate, CH: cyclohexane, E: ether, H: hexane, A: acetone

実験方法

1. 試料

輸入の玄米, 小麦及びとうもろこしを用いた.

2. 試薬及び試液

農薬標準品: 林純薬工業(株)製を用いた.

各農薬標準原液: 各農薬標準品 100 mg を酢酸エチル 100 mL に溶解した (1 mg/mL).

農薬標準混液: 各農薬標準原液をイソプロパノールで希釈して, 以下の A から H まで 8 種類の農薬標準混液を作製した. 農薬標準混液 A (GC-FPD 用): ジメトエート, パラチオンメチル, ピリモホスメチル, フェントロチオン, フェンチオン, フェントエート, ブタミホス, エディフェンホス (EDDP), 各 20 µg/mL, 農薬標準混液 B (GC-FPD 用): ジクロロボス (DDVP), ジメチルビンホス, ダイアジノン, エトリムホス, クロルピリホスメチル, マラチオン, クロルピリホス, パラチオン, EPN, 各 20 µg/mL, 農薬標準混液 C (GC-FTD 用): プロパモカルブ, クロルプロファム, メトリブジン, チオベンカルブ, ペンディメタリン, キノメチオネート, フルトラニル, フルシラゾール, メプロニル, フェナリモル, ビテルタノール, 各 50 µg/mL, 農薬標準混液 D (GC-FTD 用): イソプロカルブ, フェノブカルブ, ベンダイオカルブ, エスプロカルブ, パクロブトラゾール, プレチラクロール, ブプロフェジン, プロピコナゾール, テニルクロル, メフェナセツト, 各 50 µg/mL, 農薬標準混液 E (GC-ECD 用): α-BHC,

Table 1-1. Ion Sets for the Determination of Various Pesticides (Group I) by GC/MS (SIM)

Ion set No. (end time (min))	Pesticides	R _t (min)	Monitor ion
1 (9.5)	DDVP	6.4	109.1 185.0
	Propamocarb	7.6	129.0 188.0
2 (10.2)	Isoprocarb	9.7	121.2 136.2
3 (11.5)	Bendiocarb	11.2	151.1 166.1
4 (12.2)	Dimethoate	11.9	87.0 125.0
5 (13.8)	Metribuzin	13.6	198.1 144.1
6 (14.9)	Pirimiphos-methyl	14.3	290.2 305.1
	Malathion	14.5	173.1 125.0
	Aldrin	14.6	263.0 292.9
	(Z)-Dimethylvinphos	14.7	295.0 109.0
7 (17.1)	Phenthoate	15.6	274.1 246.0
	Chinomethionat	15.9	234.0 206.1
	Paclobutrazol	16.0	236.1 167.1
	Flutolanil	16.4	173.2 323.2
	Pretilachlor	16.6	238.2 162.1
	Flusilazole	16.8	233.1 206.1
8 (18.8)	<i>p,p'</i> -DDD	17.5	235.1 237.1
	<i>p,p'</i> -DDT	18.2	235.1 237.1
	Propiconazole	18.2	259.1 173.0
	Thenylchlor	18.5	127.2 288.2
9 (21.4)	Mefenacet	20.1	192.1 136.1
	Fenarimol	20.5	139.0 219.1
	Bitertanol	20.9	170.1 253.0
10 (22.8)	Flucythrinate	22.2	199.1 451.3
11 (24.7)	Fluvalinate	23.4	250.1 181.1
	Deltamethrin	24.2	181.1 252.9

β-BHC, γ-BHC, δ-BHC, *p,p'*-DDT, *p,p'*-DDD, *p,p'*-DDE, アルドリン, ディルドリン, 各 10 µg/mL, 農薬標準混液 F (GC-ECD 用): ペルメトリン, シフルトリン, フルシトリネート, フェンバレレート, フルバリネート, デルタメトリン, 各 10 µg/mL, 農薬標準混液 G (HPLC 用): イマズスルフロン, イナベンフィド, ジクロメジン, テブフェノジド, ペンシクロン, テクロフタラムイミド, エトフェンブロックス, トリフルミゾールは 20 µg/mL, イプロジオン及びジフェノコナゾールは 40 µg/mL, エチオフェンカルブは 60 µg/mL, 農薬標準混液 H (HPLC 用): イマズスルフロン, カルバリル, ベンフレセート, ピラゾキシフェン, ブプロフェジン, エトフェンブロックス, イプロジオン代謝物は 20 µg/mL, トリフルミゾール代謝物は 40 µg/mL, テクロ

Table 1-2. Ion Sets for the Determination of Various Pesticides (Group II) by GC/MS (SIM)

Ion set No. (end time (min))	Pesticides	R _t (min)	Monitor ion		
1 (11.8)	Fenobucarb	10.5	121.2	150.1	
	Chlorpropham	11.0	127.0	213.1	
2 (14.0)	α -BHC	12.2	182.9	219.0	
	Diazinon	12.7	179.1	304.1	
	β -BHC	12.8	181.0	219.0	
	γ -BHC	13.0	182.9	219.0	
	Etrimfos	13.0	292.0	181.1	
	δ -BHC	13.4	181.0	219.0	
	Parathion-methyl	13.7	263.0	125.0	
	Chlorpyrifos-methyl	13.7	286.0	288.0	
3 (15.0)	Fenitrothion	14.3	277.1	260.0	
	Esprocarb	14.4	222.1	162.2	
	Thiobencarb	14.5	100.2	257.1	
	Fenthion	14.7	278.1	169.0	
	Chlorpyrifos	14.7	314.0	196.9	
	Parathion	14.7	291.1	109.0	
4 (15.7)	Pendimethalin	15.4	252.1	162.2	
5 (17.2)	Butamifos	16.4	286.2	200.0	
	<i>p,p'</i> -DDE	16.6	246.1	317.9	
	Dieldrin	16.7	263.0	277.0	
	Buprofezin	16.8	305.0	172.0	
6 (18.5)	Mepronil	17.7	269.2	119.2	
	EDDP	18.1	310.1	173.0	
7 (19.6)	EPN	19.2	157.1	169.1	
8 (22.4)	Permethrin	21.0	183.2	184.2	
	Cyfluthrin	21.8	163.1	181.1	
9 (23.9)	Fenvalerate	23.1	167.1	225.1	

フタラムは 60 μ g/mL.

アセトン, アセトニトリル, *n*-ヘキサン, エーテルは和光純薬工業(株)製の残留農薬分析用を使用した. また HPLC 用イソプロパノール及び HPLC 用アセトニトリルは同社のものを用いた. カートリッジカラムは, Extrelut® 3 (Merck 社製, 1~3 mL 用), Sep-Pak® C₁₈ (Waters 社製, クラシック型), Sep-Pak® フロリジル (Waters 社製, プラス型) を用いた.

3. 装 置

SFE 装置: Super-201 型 (日本分光(株)製), GPC 装置: HPLC 510 型 (Waters 社製), 高速液体クロマトグラフ: LC-10A (ポンプ), RF-10A (蛍光検出器) 及び SPD-M10AVP (フォトダイオードアレイ検出器) ((株)島津製作所製), ガスクロマトグラフ: GC-14A 型

Table 2. Recoveries of Pesticide A and B Groups from Wheat

Pesticide added	Recovery ^{a)} (% , mean±SD)			
	Three fraction from Sep-Pak® Florisil			Total
	①15% E/H	②50% E/H	③50% A/H	
A Group				
Dimethoate	0.0	0.0	82.2	82.2±10.1
Parathion-methyl	69.9	17.1	0.0	87.1± 1.3
Pirimiphos-methyl	0.0	83.5	0.0	83.5±12.7
Fenitrothion	97.3	0.0	0.0	97.3±17.3
Fenthion	48.2	0.0	0.0	48.2± 9.6
Phenthoate	121.3	0.0	0.0	121.3±19.8
Butamifos	90.0	0.0	0.0	90.0± 7.2
EDDP	0.0	86.6	5.4	92.0± 8.4
B Group				
DDVP	0.0	31.5	23.2	54.7± 6.8
(Z)-Dimethyl- vinphos	0.0	0.0	0.0	0.0± 0.0
Diazinon	99.3	9.0	0.0	108.3± 3.6
Etrimfos	107.0	0.0	0.0	107.0± 1.5
Chlorpyrifos- methyl	115.4	0.0	0.0	115.4± 1.9
Malathion	0.0	118.4	0.0	118.4±10.0
Chlorpyrifos+ Parathion	62.4	21.9	25.3	109.6± 0.5
EPN	94.8	7.4	0.0	102.2± 2.5

E: ether, H: hexane, A: acetone, fraction volume: 20 mL, amount of pesticide spiked: 0.2 ppm

^{a)}The values are means of three determinations.

((株)島津製作所製), ガスクロマトグラフ/質量分析計: GC/MS-QP5050 (島津製作所製)

4. 操作条件

①SFE 及び GPC 操作条件: 前報⁵⁾と同じ

②HPLC 及び GC 測定条件: 前報⁵⁾と同じ

③GC/MS 測定条件:

カラム: J & W Scientific 社製, DB-5 (0.25 mm i.d. $\times$ 30 m, 膜厚 0.25 μ m), カラム温度: 50°C (1 min)–25°C/min–125°C–10°C/min–280°C (10.5 min), 注入口, インターフェース及びイオン化室温度: 260°C, イオン化電圧: 1.1 kV, イオン化方法: EI

5. 試験溶液の調製法

前報⁵⁾のとうもろこしの場合と同様に, SFE 抽出し, Extrelut®+C₁₈ で脱脂し, GPC でクリーンアップ後, Sep-Pak® フロリジルで分画した. 前報⁵⁾を含めた総合的な試験法の概略を Scheme 1 に示した.

6. 添加回収試験

試料 5 g に農薬標準混液 A, B, C, D, E 又は F 各 50

Table 3. Recoveries of Pesticide C and D Groups from Wheat

Pesticide added	Recovery ^{a)} (% , mean±SD)			
	Three fraction from Sep-Pak [®] Florisil			Total
	①15% E/H	②50% E/H	③50% A/H	
C Group				
Propamocarb	0.0	0.0	0.0	0.0± 0.0
Chlorpropham	52.3	64.7	0.0	117.0± 5.0
Metribuzin	0.0	84.3	0.0	84.3± 0.7
Thiobencarb	63.5	4.6	0.0	68.1± 6.9
Pendimethalin	93.1	0.0	0.0	93.1± 8.9
Chinomethionat	51.2	39.4	0.9	91.5± 5.9
Flutolanil	0.0	90.2	0.0	90.2± 4.5
Flusilazole	0.0	0.0	71.1	71.1± 9.0
Mepronil	0.0	90.3	3.4	93.6± 2.7
Fenarimol	0.0	83.0	1.6	84.6± 7.4
Bitertanol	0.0	0.0	74.3	74.3±10.9
<hr/>				
D Group				
Isoprocarb	0.0	83.9	0.0	83.9± 2.0
Fenobucarb	0.0	81.6	0.0	81.6± 2.2
Bendiocarb	0.0	64.3	0.0	64.3± 1.8
Esprocarb	—	48.3	0.0	—
Paclobutrazol	0.0	0.0	71.5	71.5± 4.5
Pretilachlor	0.0	68.8	5.0	73.7± 4.4
Buprofezin	0.0	64.7	0.0	64.7± 3.2
Propiconazole	0.0	0.0	77.0	77.0± 3.2
Thenylchlor	0.0	76.5	1.8	78.3± 2.6
Mefenacet	0.0	0.0	81.3	81.3± 2.2

The line means immeasurable by GC-FTD. E: ether, H: hexane, A: acetone, fraction volume: 20 mL, amount of pesticide spiked: 0.5 ppm

^{a)}The values are means of three determinations.

μ L を別々に加え、30 分間放置した後、5. 試験溶液の調製法に従って操作し、得られた試験溶液を GC で測定して回収率を求めた。

7. 定性・定量

検体から調製した各試験溶液 20 μ L 又は 2 μ L をそれぞれ高速液体クロマトグラフ又はガスクロマトグラフに注入し、ピークの保持時間 (R_t) とピーク面積から農薬を定性、定量した。

8. 確認試験

試料から検出された農薬ピークについて、HPLC ではフォトダイオードアレイ検出器で、GC では GC/MS でトータルイオンクロマトグラム (TIC) 又は選択イオン検出 (SIM) 法で測定し、必要に応じてマススペクトルを測定して確認した。

Table 4. Recoveries of Pesticide E and F Groups from Wheat

Pesticide added	Recovery ^{a)} (% , mean±SD)			
	Three fraction from Sep-Pak® Florisil			Total
	①15% E/H	②50% E/H	③50% A/H	
E Group				
<i>α</i> -BHC	85.7	2.1	0.0	87.8±2.1
<i>β</i> -BHC	91.2	3.0	0.0	94.3±3.1
<i>γ</i> -BHC	87.4	2.7	0.0	90.1±2.7
<i>δ</i> -BHC	88.2	3.1	0.0	91.3±6.4
<i>p,p'</i> -DDE	91.9	2.4	0.0	94.3±3.6
<i>p,p'</i> DDD	95.3	3.5	0.0	98.8±8.2
<i>p,p'</i> -DDT	97.2	2.4	0.0	99.6±6.5
Dieldrin	82.2	6.6	0.0	88.8±4.8
Aldrin	85.3	2.5	0.0	87.8±4.5
F Group				
Permethrin	86.3	0.0	0.0	86.3±6.8
Cyfluthrin	85.3	0.0	0.0	85.3±3.2
Flucythrinate	71.7	17.6	0.0	89.3±1.6
Fenvalerate	91.7	0.0	0.0	91.7±7.9
Fluvalinate	54.9	22.9	0.0	77.8±4.8
Deltamethrin	85.8	0.0	0.0	85.8±0.9

E: ether, H: hexane, A: acetone, fraction volume: 20 mL, amount of pesticide spiked: 0.1 ppm

^{a)}The values are means of three determinations.

結果及び考察

1. GC 及び GC/MS 条件についての検討

対象農薬は、主として穀類について残留基準のあるものを選んだが、ピークの保持時間 (R_t) の近似するものがあつたため、添加回収試験は検出器ごとにそれぞれ 2 グループに分けて行った。

なお、試験溶液は HPLC と共用とするため前報⁵⁾ と同様にイソプロパノール溶液とした。また GC/MS では TIC 及び SIM を測定し、農薬の定量及び確認を行った。今回 GC で測定対象とした 53 種農薬の SIM 測定はイオンセットの切り替わり時間の関係上、グループ I, II に分けて行った。それぞれの R_t 、モニターイオン及びイオンセットを Table 1-1, 1-2 に示した。

2. 精製法についての検討

穀類について前報⁵⁾ と同様に SFE 抽出し、Extrelut[®] で脱脂し Sep-Pak[®] フロリジルでクリーンアップした場合、HPLC 測定を繰り返すと妨害物がカラムに蓄積し、これがその後の測定ごとに、除々に溶出して測定の妨害となったため、本報では玄米、小麦、大麦についても前報⁵⁾ のとうもろこしと同様に GPC 法を追加した。

前報⁵⁾ の HPLC を用いた方法では妨害ピークの除去及び分散のために、Sep-Pak[®] フロリジルからの溶出に

Table 5. Analytical Result of Pesticide Residues in Import Cereals Using GC or GC/MS (SIM)

Kind of cereal	Sample (origin)	Pesticides detected	Content* (ppm)			
			FTD	FPD	ECD	GC/MS (SIM) (<i>m/z</i>)
Wheat	A (USA)	Chlorpyrifos-methyl	0.053	0.046		0.047 (286.0)
						0.047 (288.0)
						0.046 (125.0)
	D (USA)	Malathion	0.363	0.378		0.328 (173.1)
						0.329 (125.0)
						0.329 (127.0)
						0.329 (158.0)
						0.331 (93.0)
		Chlorpyrifos-methyl	nd	0.016		0.014 (286.0)
						0.014 (288.0)
						0.014 (125.0)
	E (AUS)	Fenitrothion	0.748	0.749		0.756 (277.1)
						0.773 (260.0)
						0.674 (125.0)
						0.690 (109.0)
						0.706 (79.0)
	F (AUS)	Fenitrothion	0.581	0.594		0.571 (277.1)
						0.589 (260.0)
						0.500 (125.0)
						0.517 (109.0)
						0.522 (79.0)
		Cyfluthrin	nd	nd	0.140	0.745 (163.0)
						0.122 (165.0)
	G (USA)	Fenitrothion	0.807	0.788		0.756 (277.1)
						0.813 (260.0)
						0.689 (125.0)
						0.713 (109.0)
						0.725 (79.0)
Corn	H (USA)	Malathion	nd	0.008		0.007 (173.1)
						0.007 (125.0)
						0.007 (127.0)
						0.006 (158.0)
						0.008 (93.0)

“nd” means undetectable.

*The values are means of three determinations.

は 15% エーテル含有ヘキサシ (15% E/H), 50% エーテル含有ヘキサシ (50% E/H) 及び 50% アセトン含有ヘキサシ (50% A/H) を用い, 3 画分で溶出した. GC においては 50% A/H の 1 画分溶出でも, 測定に支障をきたす食品由来の妨害ピークはみられなかった (GC-ECD を除く) が, 同一試験溶液を HPLC でも測定できるように本報でも 3 画分溶出とした.

3. 農薬の添加回収試験について

玄米及び小麦に農薬標準混液 A, B, E 及び F を 0.2 ppm, C 及び D グループを 0.5 ppm 添加し, GC 測定して各農薬の回収率を求め, 小麦の結果を Table 2, 3, 4 に示した.

ここで, ジメチルベンゾスは, 超臨界流体抽出の過程で約 50% が回収されず, 更に, 以降の操作で徐々に減少し, 最終的な回収率が極端に低くなった. DDVP は操作中に揮散して回収率の低下を引き起こした. フェン

Table 6. Analytical Result of Pesticide Residues in Import Cereals Using HPLC

Kind of cereal	Sample	Origin	Pesticides	Content (mean $\pm$ SD*, ppm)
Wheat	A	USA	Etofenprox	0.105 $\pm$ 0.008
	B	USA	Difenoconazole	0.030 $\pm$ 0.006
			Etofenprox	0.031 $\pm$ 0.011
	C	AUS	Etofenprox	0.120 $\pm$ 0.010
	D	USA	Etofenprox	0.115 $\pm$ 0.016
	E	AUS	Iprodione	0.502 $\pm$ 0.059
			Difenoconazole	0.031 $\pm$ 0.009
			Etofenprox	0.161 $\pm$ 0.018
Corn	F	AUS	Iprodione	0.528 $\pm$ 0.022
			Difenoconazole	0.029 $\pm$ 0.001
			Etofenprox	0.095 $\pm$ 0.008
	G	USA	Etofenprox	0.107 $\pm$ 0.012
	H	USA	Etofenprox	0.106 $\pm$ 0.010

*The values are means of three determinations.

Fig. 1. UV (absorption) spectra of pesticides
(1) Etofenprox, (2) Difenoconazole, (3) Iprodione

チオンの回収率が低いのは操作中に酸化物などに变化したため⁶⁾と考えられた。B グループの6種の農薬の回収率が100%を越えたが、玄米ではそのようなことはなかったので、この原因は試験溶液共存物の増感効果によるもの^{7), 8)}と思われた。

有機窒素系農薬については、プロパモカルブが全く回収されず、エスプロカルブは小麦で一部妨害ピークと重なったが、玄米では影響なかった。小麦からのチオベンカルブ、ベンダイオカルブ、プロフェジンの回収率はやや低かったが、そのほかについては良好な結果を得た。

有機塩素系及びピレスロイド系農薬は、ほとんどが15% E/H 画分に溶出し、添加回収率が一部でやや低くなる傾向が見られた。フェンバレレートは50% E/H

画分にも溶出した。なお、小麦、玄米とも50% E/H 及び50% A/H 画分にはGC-ECDに妨害ピークが若干みられた。

4. 実試料の分析例と確認法

輸入の小麦及びとうもろこしについて残留調査を行った結果、Table 5, 6 に示した農薬が検出された。

Table 5 で、GC/MSではシフルトリンの感度が低く、検体F中のシフルトリン濃度程度ではGC/MSでの定量性が乏しいため、確認のみにGC/MS (SIM)を用いた。

一方、Table 6 に示したように、HPLCでは小麦及びとうもろこしからエトフェンプロックス、ジフェノコナゾール、イプロジオンが検出された。エトフェンプロックスは確認の決め手のひとつとして蛍光があるが、

その他2農薬は蛍光を持たず、紫外吸収スペクトルのパターン (Fig. 1) はあまり特徴がないため、確認の決め手とはならなかった。また、これら3農薬は、GC/MS (SIM) でも検出されたが、感度が低く、このような低濃度では定量性がなかった。したがって、Table 6 の農薬については、GC/MS (SIM) を確認法としては適用できるが、定量法としては適用できないことが判明した。

ま と め

穀類に使用される農薬を SFE で一度に抽出したものを Extrelut® で捕集し、次いで、Extrelut® + C₁₈ で脱脂、GPC 及び Sep-Pak® フロリジルでクリーンアップした後、HPLC (フォトダイオードアレイ検出器及び蛍光検出器) 又は GC (FPD, FTD, ECD, MS) で測定する一斉分析法を作成した。また本法を用いて、輸入小麦及びとうもろこしについての残留調査を行い、フォトダイオードアレイ検出器又は GC/MS (SIM) による確認の適用について検討を行った。

謝 辞

本研究を行うに当たり種々御協力いただいた、横浜検疫所 輸入食品・検疫検査センター並びに神戸検疫所 輸入食品・検疫検査センターの諸氏に深謝致します。

文 献

- 1) Nakamura, Y., Tonogai, Y., Sekiguchi, Y., Tsumura, Y., Nishida, N., Takakura, K., Isechi, M., Yuasa, K., Nakamura, M., Kifune, N., Yamamoto, K., Terasawa, S., Oshima, T., Miyata, M., Kamakura, K., Ito, Y.: J. Agri. Food Chem. **42**, 2,508~2,518 (1994).
- 2) 齊藤 勲, 山田貞二, 大島晴美, 早川順子: 日本農薬学会誌 **20**, 109~118 (1995).
- 3) 残留農薬簡易分析法開発検討委員会: 食品衛生研究 **45** (9), 31~49 (1995); **47**(5), 27~41 (1997); **47**(6), 27~41 (1997).
- 4) 外海泰秀, 津村ゆかり, 中村優美子, 柴田 正: 食衛誌. **39**, 13~25 (1998).
- 5) 吉井公彦, 津村ゆかり, 中村優美子, 外海泰秀, 柴田正: 食衛誌. **39**, 184~191 (1998).
- 6) 平原嘉親, 成田美佳子, 岡本浩一郎, 三好智子, 宮田昌弘, 鯉口 智, 長谷川眞住, 鎌倉和政, 山名孝善, 外海泰秀: 衛生化学 **40**, 393~398 (1994).
- 7) Tsumura, Y., Nakamura, Y., Tonogai, Y., Shibata, T.: J. AOAC Int. **79**, 1,471~1,476 (1996).
- 8) 小川貴史, 岡本尚子, 谷口勝彦, 山下健司, 西田政司, 樋口初良: 食衛誌. **38**, 204~210 (1997).