

果実中の防かび剤の一斉分析法の検討

衛生化学部 ○鈴木 郷、松川 浩子、落合 克紀

1 はじめに

外国産の柑橘類やバナナなどを輸入する際に、カビの発生を防止するために防かび剤が使用されている。防かび剤は食品衛生法により残存量が定められており、厚生労働省の通知試験法では複数の試験方法を用いて防かび剤の検査を行うこととされている^{1,2)}。複数の前処理、複数の検出器で検査を行うことは煩雑であることから、GC/MSを用いて一斉分析する方法を検討したので報告する。

2 対象と方法

1) 対象

試料は市販のレモンを用いた。防かび剤はジフェニル、オルトフェニルフェノール、ピリメタニル、チアベンダゾール、イマザリル、フルジオキシニル、プロピコナゾール、アゾキシストロビンを分析対象とした。

2) 方法

GC/MSを用いて一斉分析法の検討を行った。試料溶液の調整は、当所の農薬一斉分析法を基に図1の分析フローのとおりに行い、表1の条件で測定した。当所の農薬一斉分析法には含まれていない化合物を検出するために文献³⁾を参考に抽出の際に添加する水酸化ナトリウム溶液の濃度(※①)と精製後の濃縮方法(※②)について表2のとおり検討した。

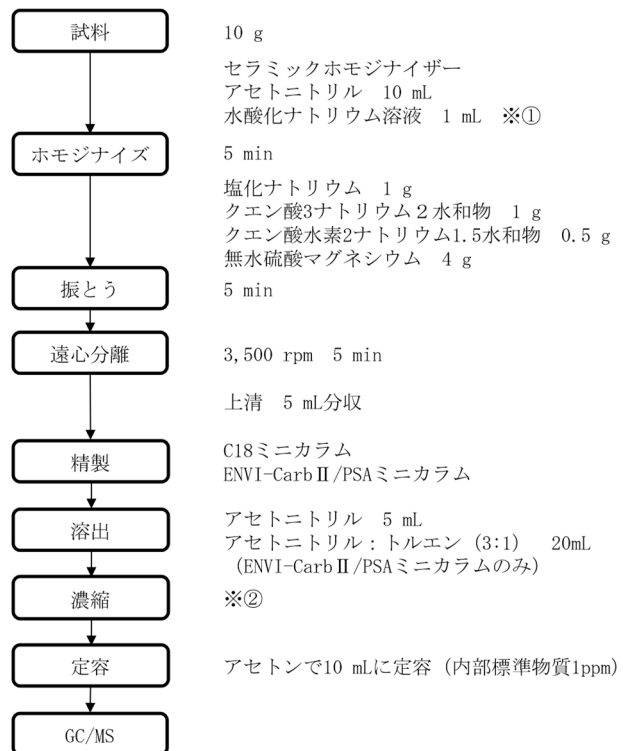


図1 フローチャート

表1 測定条件

測定機器	Agilent Technologies GCMSD 7890A GC /5975C MSD
分析カラム	Agilent Technologies HP-5MS 内径 0.25mm、長さ 30m、 膜厚 0.25μm
キャリアガス	ヘリウム
流量	1 mL/min
昇温条件	50°C(1min)-【25°C/min】 - 125°C(0min) - 【10°C/min】 - 310°C(10min)
注入口温度	250°C
注入方法	スプリットレス
注入量	2μL

表2 検討条件

	添加 NaOH※①	濃縮方法※②
I	無添加	減圧濃縮により
II	0.1M	5min で 2mL まで
III	5M	減圧濃縮により 10min で乾固
IV		減圧濃縮により 5min で 2mL まで
V		減圧濃縮により 1.5h で 10mL まで
VI		窒素噴霧により 2h で 10mL まで

3 結果

水酸化ナトリウム溶液の濃度、濃縮方法を検討した添加回収試験の結果を表 3 に示した。5M 水酸化ナトリウム溶液を用いた場合、イマザリル、アゾキシストロビンは 90~106%の回収率であった。また、フルジオキシニルについては 5M 水酸化ナトリウム溶液を用い穏やかに濃縮した V、VIにおいて 80~84%の回収率であった。5M 水酸化ナトリウム溶液を用いなかった場合はイマザリル、アゾキシストロビン等の回収率が低下した。濃縮方法を変えてもジフェニル、オルトフェニルフェノール及びチアベンダゾールの回収率は 20%未満であった。

表 3 各条件における添加回収率 (%)

検討条件	I	II	III	IV	V	VI
ジフェニル	5.6	10.8	6.5	11.2	13.0	14.4
オルトフェニルフェノール	7.7	14.3	15.1	14.5	19.1	19.2
ピリメタニル	19.2	37.8	40.3	40.1	46.6	45.7
チアベンダゾール	5.3	7.2	8.9	8.1	11.2	12.7
イマザリル	38.8	86.0	106.1	103.0	92.4	90.6
フルジオキシニル	34.5	69.9	68.6	69.6	84.4	80.4
プロピコナゾール	22.3	48.8	53.4	53.6	52.8	53.6
アゾキシストロビン	39.9	91.9	93.2	98.5	100.0	94.7

4 考察及びまとめ

抽出の際に 5M 水酸化ナトリウム溶液を用いなかった場合に回収率の低下した防かび剤があった。これは 8 種類の防かび剤のうちジフェニル及びオルトフェニルフェノール以外の 6 種類は塩基性化合物であることが影響しているものと考えられた。

ジフェニル、オルトフェニルフェノール及びチアベンダゾールの回収率が低いことは濃縮時の揮発の影響が疑われた。今後は濃縮の際に文献⁴⁾を参考に 1-ブタノールやポリエチレングリコールを用いて揮発を防ぐことを検討している。

また、高い回収率の得られなかったピリメタニルとプロピコナゾールについても、その原因や改善方法を検討していく。

本県において輸入果実における防かび剤の検査を平成 27 年まで実施しており、直近 5 年間において基準値を上回る事例は認められていない。今後は各種果実に対応した防かび剤の一斉分析法を確立し、食の安全・安心の一助としたい。

参考文献

- 1) 厚生労働省医薬・生活衛生局 食品基準審査課長 食品監視安全課長通知 (薬生食基発 062 第 1 号 薬生食監発 0624 第 1 号), 2021 年 6 月 24 日.
- 2) 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知 (食安発第 0124001 号), 2005 年 1 月 24 日.
- 3) 渡邊涼太, 岡部亮, 柿本洋一郎 他. GC/MS を用いた果実中の 8 種類防かび剤の一斉分析法に関する検討及び妥当性評価. 北海道立衛生研究所報 2019 ; 69 : 51-54.
- 4) (社)日本食品衛生協会. 食品衛生検査指針食品添加物編 2003 ; 117-126.