

果実中の防かび剤の一斉分析法の検討

鈴木郷 松川浩子 落合克紀

Examination of Simultaneous Analysis of Antifungal Agents in Fruits

Suzuki Go, Matsukawa Hiroko, Ochiai Katsunori

要旨

外国産の果実に使用される防かび剤の分析は、複数の試験方法を用いて検査を行うことが一般的である。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。

キーワード：防かび剤，果実，GC/MS，一斉分析

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。

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。試料溶液の調製は、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、渡邊らの方法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。

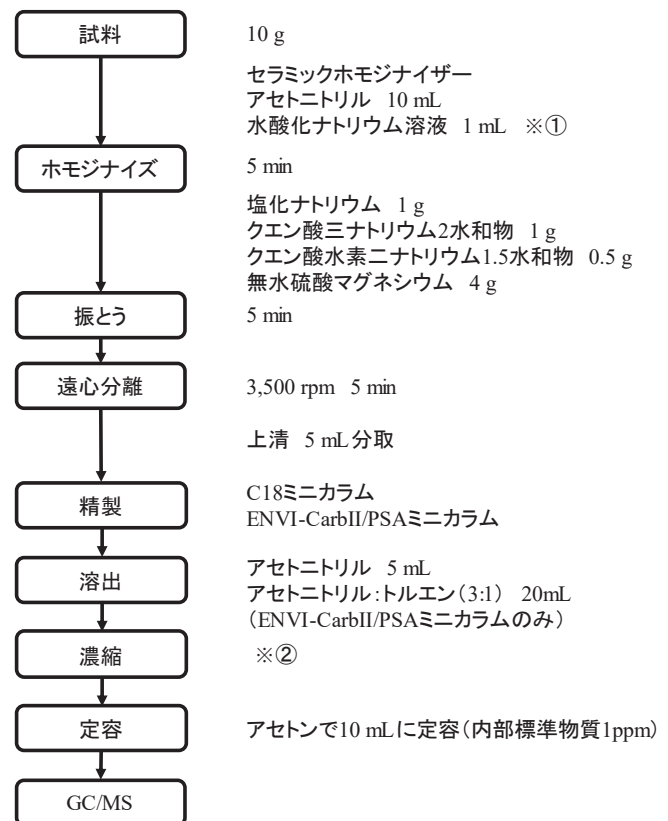


図 1 フローチャート

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 0.25 μ m
キャリアガス	ヘリウム
流量	1 mL/min
昇温条件	50 $^{\circ}$ C(1min)-【25 $^{\circ}$ C/min】-125 $^{\circ}$ C (0min)・【10 $^{\circ}$ C/min】-310 $^{\circ}$ C(10min)
注入口温度	250 $^{\circ}$ C
注入方法	スプリットレス
注入量	2 μ L

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	0.1 mol/L	5 min で 2 mL まで
III	5 mol/L	減圧濃縮により
IV		10 min で乾固
V		減圧濃縮により
VI		5 min で 2 mL まで
		減圧濃縮により
		1.5 h で 10 mL まで
		窒素噴霧により
		2 h で 10 mL まで

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。水酸化ナトリウム溶液を用いた場合、イマザリル、アゾキシストロピンは 86~106%の回収率であった。また、フルジオキソニルについては 5 mol/L 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。5 mol/L 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、アゾキシストロピ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。

考察及びまとめ

抽出の際に 5 mol/L 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。今後は濃縮の際に食品衛生検査指針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

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
フルジオキソニル	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
アゾキシストロピン	39.9	91.9	93.2	98.5	100.0	94.7

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 0624 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.