

食品中のトリクロルホンの分析法

Analysis of Trichlorfon in Foods

堀 義宏 長南 隆夫

Yoshihiro Hori and Takao Chonan

トリクロルホン (DEP) は Fig. 1 に示した構造式をもつ有機リン系殺虫剤で、現在水稻や野菜類などに広範囲に使用されている。

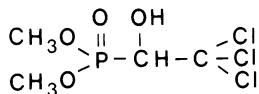


Fig 1 Chemical Structure of Trichlorfon (DEP)

DEP の分析法として、アセトニトリルで抽出し、抽出液をヘキサンで洗浄後、アセトニトリルを留去し、この残液に水および塩化ナトリウムを加えてエーテルで再抽出し、FPD あるいは FTD 検出器付ガスクロマトグラフィーで測定する方法^{1,2)}が一般に用いられている。しかし、この方法は DEP 単独の分析法であるため、我々は公定法として用いられている BHC, DDT, ドリン剤等の有機塩素系農薬やパラチオン、EPN 等の有機リン系農薬の系統的分析法³⁾に DEP 分析を組み入れる方法を検討した。

系統的分析法では、アセトン抽出、塩析後、ヘキサン抽出により試料から有機塩素系および有機リン系農薬を抽出する。DEP はこのヘキサン抽出操作ではヘキサン層に移行せず、パラチオンや EPN 等の有機リン系農薬との同時分析は困難であった。しかし、水層に残った DEP はエーテルと振とうすることによりエーテル層に移行した。

これらの結果から、次のような抽出操作を行い、GC で測定したときの妨害物質の影響および添加回収率を調べた。

試料として玄米、ばれいしょ、キャベツおよびはくさいを用いた。

野菜類は 40 g を秤取し、アセトン 100 ml を加え、玄米は 20 g を秤取し、30% 含水アセトン 100 ml およびリン酸 3 ml を加えてそれぞれホモジナイズした後、吸引ろ過した。残渣に 30% 含水アセトン 100 ml を加えて同様に操作した後、ろ液を合わせ、減圧下でアセトンを留去し、水を加えて約

100 ml とした。これを分液ロートに移し、塩化ナトリウム 25 g およびヘキサン 100 ml を加え、振とうした。二層に分離後、水層にヘキサン 100 ml を加えて同様に操作した。水層を別の分液ロートに分取し、エーテル 100 ml で 2 回抽出した。エーテル層を無水硫酸ナトリウムで脱水後、減圧濃縮し、アセトンを加えて 5 ml にメスアップし、FPD-GC 用検液とした。

GC の測定条件は次のとおりである。

機器：柳本製作所製 Yanaco G180型ガスクロトグラフ (FPD 検出器付、P-モード)

カラム：内径 3 mm、長さ 2 m (ガラス製)

充てん剤：2 % QF-1 / chromosorb W (AW, DMCS, 60~80 mesh)

カラム温度：190 °C

注入口温度：290 °C

検出器温度：300 °C

窒素流量：15 ml/min

注入量：5 μl

Fig 2 に DEP 標準品および試料のガスクロマトグラムを示す。

玄米およびばれいしょの場合、ガスクロマトグラム上に全く妨害ピークは認められなかった。キャベツの場合、アセトニトリル抽出法では妨害物質の影響で DEP の定量が困難という報告²⁾がある。しかし、本法では DEP (保持時間 2.3 分) の前に小ピークが出現するものの、定量には影響を及ぼさなかった。一方、はくさいの場合、公定法²⁾で示された低いカラム温度 (135 °C) では、DEP は妨害物質と重なったが、カラム温度を上げることにより、DEP と妨害物質を分離することが出来た。

あらかじめ DEP が検出されないことを確認した試料に DEP を 0.5 μg/g 添加し、本法に従って添加回収率を求めた。その結果、玄米 93.7%、ばれいしょ 100.9%、キャベツ 89.7%

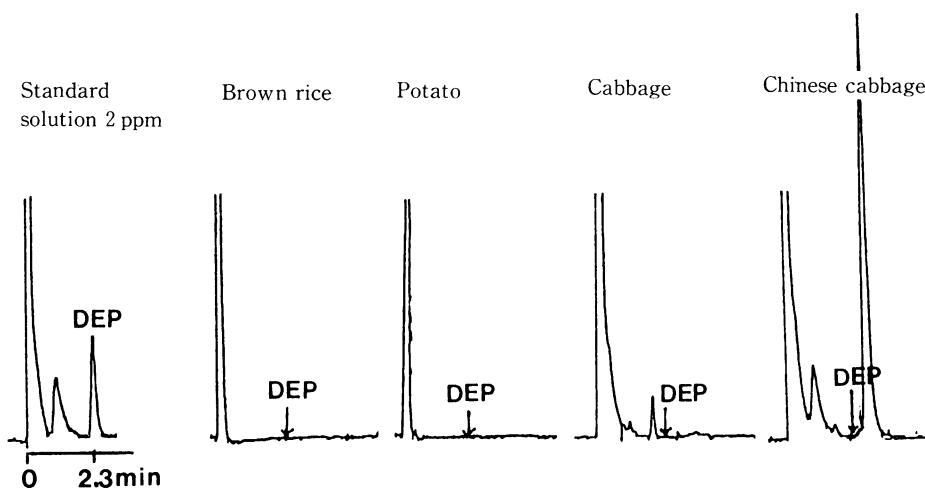


Fig 2 Gas Chromatograms of DEP Standard and Extracts of Brown rice, Potato, Cabbage and Chinese cabbage

%およびはくさい92.6%と良好な回収率が得られた。本法による検出限界は0.1 ppmであった。

以上の結果、従来の有機塩素系および有機リン系農薬の系統的分析法と同じ抽出操作で行い、分画方法を変えることによりDEPの定量が可能となった。

文 献

- 1) 後藤真康、加藤誠哉、"残留農薬分析法"ソフトサイエンス社（昭和55年4月）
- 2) 国立衛生試験所 "トリクロルホン及びイソプロチオランの試験法"（昭和60年7月）
- 3) 厚生省環境衛生局食品化学課、厚生省食品化学レポートシリーズNo.23、"厚生省標準残留農薬分析法 Draft そのI"（昭和57年7月）