

防かび剤迅速分析法の検討

倉敷市保健所 前田賢一

分析対象項目

食品添加物である防かび剤については、近年、新規項目の指定がなされている。

項目名 指定年月

- ジフェニル (DP) S46.2
- オルトフェニルフェノール (OPP) S52.4
- チアベンダゾール (TBZ) S53.8
- イマザリル (IMZ) H4.11
- フルジオキシニル (FLD) H23.8
- アゾキシストロピン (AZX) H25.3
- ピリメタニル (PYR) H25.8

分析法の概要

【前処理】STQ法



アイステイサイエンス自動固相抽出装置 ST-L300
※手作業による精製操作方法もあります。

(抽出) QuEChERS法

(精製) 固相(C18,PSA)

【測定】

対象項目	測定機器等	機種名
TBZ IMZ AZX PYR	LC/MS/MS ESI (+)	ABSCIEX 3200QTrap
FLD	LC/MS/MS ESI (-)	
DP OPP	HPLC/FL	島津RF-20Axs

この分析法の特長

～食品衛生検査指針の方法(指針法)と比較して～

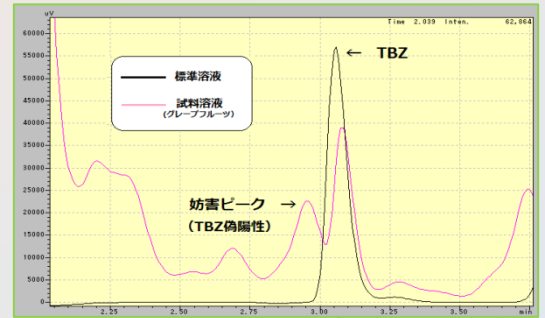
その1 前処理時間の大幅な短縮 ⇒ 作業時間1/4に

指針法では、DP・OPP・TBZ測定用とIMZ測定用の2系統の前処理が必要。前処理に合計約12時間(5検体の場合)を要するが、STQ法においては、一括処理で約3時間で処理が可能

その2 夾雑ピークの影響を受けにくい

指針法では、TBZについてはHPLC/FL、IMZについてはHPLC/UV測定となっており、夾雑物ピークによる定量妨害や偽陽性判定のおそれがある。

この分析法は、LC/MS/MSによる選択的測定が可能で、妨害等を受けにくく、定量値の信頼性が向上している。



HPLC/FL測定における夾雑ピークによる妨害

その3 回収率及び精度が良好

【添加濃度 : 0.1μg/g(定量下限値相当)】

項目	レモン			グレープフルーツ		
	回収率 (%)	精度(RSD%)		回収率 (%)	精度(RSD%)	
		併行	室内		併行	室内
DP	101	4.0	3.3	99	3.6	3.1
OPP	99	1.9	2.6	100	3.2	2.9
TBZ	90	3.5	3.4	95	4.1	4.2
IMZ	99	2.2	3.4	95	3.7	3.2
FLD	101	3.7	3.4	102	4.0	3.3
AZX *	92	4.9		91	8.7	
PYR *	94	4.6		94	4.3	

* : 妥当性評価試験は未実施。数値は添加回収試験(n=5)の結果

残留農薬妥当性評価ガイドラインに従った基準値及び定量下限値相当の添加濃度による妥当性評価試験において、すべてのパラメータ(選択性、定量限界、真度及び精度)について基準値に適合した。

LC/MS/MS測定においてもイオン化抑制等もみられず指針法と比較しても良好な回収率が得られた。

(参考: 指針法に記載する回収率)

DP(81~100%)、OPP(83~90%)

TBZ(88~92%)、IMZ(73.5~78.6%)