

薬 剤 名 ○種類名 ●商品名	委託者名	剤型・有効成分 および含有率	新継 の別	試験実施場所 (数)	試験のねらい; 処理方法; 処理時期; 散布薬量等	今回 判定	判定理由・内容・ その他
			前回 判定				
HW-920 (つづき)		1,1-ジメチル ウレア……3%		重茶セ, 福岡 茶指. (5)	初～中期; 750～1000 g/a (製品)を雑草茎葉に 散布.		
MB-206 ○リニユロ ●ロロック ス	丸和バイ オケミカ ル	粒剤 3-(3,4-ジ クロルフェニル) -1-メトキシ -1-メチル尿 素 ……1.5%	継	茶業試験場, 埼玉茶試, 三 重茶セ, 福岡 茶指. (4)	一年生雑草に対する除草 効果および薬害の有無; 春および夏期(除草後), 雑草発芽前; 600, 800 g/a (製品)を畦間土壌処理	継	継: 600, 800 g/a の 薬量ではイネ科 (メ ヒシバ) に効果不十 分, 増量し, 800, 1000 g/a 程度で再 検討.

B. 生育調節剤

薬 剤 名 ○種類名 ●商品名	委託者名	剤型・有効成分 および含有率	新継 の別	試験実施場所 (数)	試験のねらい; 処理方法; 処理時期; 散布薬量等	今回 判定	判定理由・内容・ その他
			前回 判定				
GT ○ _____ ●グリーンナ ー	日本グリ ンナー	液剤 マイクロクリ ス タリンワックス ……11.3% オレイン酸 ……2.02% モルフォリン ……1.12%	継	埼玉茶試, 長 野南信地方試, 岐阜中山間地 農試, 奈良農 試(茶業). (4)	茶樹の寒早害防止; 12月 ～2月にわたり; 10, 20 倍液を反復3回, 毎回, 300～400 l/10a 散布.	継	今年度は効果判定困 難(試験期間内暖冬 で経過し, 明確な結 果が得られない).
キクノー ○パラフィ ン ●キクノー	三和産業	乳剤 パラフィン ……24%	継	埼玉茶試, 長 野南信地方試, 岐阜中山間地 農試, 奈良農 試(茶業). (4)	茶樹の寒早害防止; 12～ 2月にわたり; 10, 30倍 液を反復, 3回, 毎回, 300～400 l/10a 散布.	継	今年度は効果判定困 難(試験期間内暖冬 で経過し, 明確な結 果が得られない).

外 国 文 献 抄 録

農薬残留分析実施上の良き慣行(案)

今回は, 国連FAO, WHOで作業中の上記
案について, 日本植物調節剤研究協会研究所職
員がほん訳したので, それを掲載することとし
た。

1977年: オランダハーグで行なわれた国際食
品規格委員会残留農薬規格部会, 分析方法特別
作業委員会の集会 (a meeting of the
ad hoc Working Group on Methods
of Analysis of the Codex Commi-
tee on Pesticide Residues)。

1978年：イギリス農薬残留分析方法委員会（UK Committee on Analytical Methods for Pesticide Residues）。

西ドイツで行なわれた純正応用化学国際連合農薬残留分析委員会の集会（the IUPAC Commission on Pesticide Residues Analysis）。

において論議されたものである。

たまたま、昨年、農薬検査所の中村課長が集会に参加して本文を入手した。この種の草案は、国連から各国政府に送付し、意見を求める習慣があって、本文に関しても近く何らかの接触がある見通しという。

なお、本文の用語のうち

PVC：polyvinyl chloride（塩化ビニル）。

PTFE：polytetra fluoroethylene（テフロン、フルオンなどの商品名で呼ばれている弗素樹脂）。

p-value（p-値）：extraction p-valueのこと。等量の互に混合しない2つの溶媒系で上部の溶媒に溶けている物質の割合、0～1.0で表わされる。と解される。

（鈴木照磨）

分析方法特別作業委員会の報告の中に、つぎのような記述がある。

“国際貿易を公正に進める場合、基本になる事項の中に、分析結果の信頼性というのがある。とくに農薬残留分析では、分析方法がふさわしいものであるかどうかというだけでなく、分析者の経験や農薬の分析が正しく実行されているかどうかということも、信頼につながるのである。”

本文は、分析が正しく実行されるよう基準を定めるため、分析者、設備・装置、分析方法に

分けてまとめたものである。

I. 分析者

残留分析は訓練された化学者によって、よく知られた一連の方法を用いて行われている。しかし、他の分析より誤差の限界が小さく、どんな誤りも分析全体を無効にするので、細かい注意が必要である。研究員は適当に重複し継続して従事するほか、1年以上の経験を要し、装置の正確な使い方や残留分析の原理・基本操作について教育を受ける必要がある。また、自ら行っている分析法の各段階の目的を理解すると共に、記載されている通り忠実に実施し、偏っていないように注意すること、さらに、複雑な用語についても正確に理解することが必須である。

理想としては、残留分析実験室が設置された時に、研究員は経験豊富な助言や教育のできる定評ある研究室で訓練を続けるのがよい。その実験室がもっと広範囲の農薬残留分析に従事しようとするなら、多くの定評ある研究室で経験をつんだ方がよい。

II. 施設・設備

A. 実験室

実験室と付属設備設置の理想は、できる限り安全であること、できる限り試料が汚染しないことである。付属設備は、使用されると思われる化学薬品に耐える材料で作らなければならない。このような理想状態では、試料の受領と保存、試料の処理、抽出およびクリーンアップ、検出定量などを行なう部屋は、それぞれ別に設ける。抽出、クリーンアップを行なう部屋は、溶媒実験室の仕様に準じ、ガスの抜きとり設備は高性能でなければならない。要するに、汚染

を避けることは、残留農薬分析施設にとって最少限の要請である。

また、実験室の安全は、その必要と望ましい状態とについて、よく考えて決めなければならない。それは、世界のある地方で行なわれているきびしい労働条件を他の地域に押しつけることが、現実には合わないからである。実験室での喫煙・飲食・お化粧は許されない。実験室には少量の溶剤だけを置くべきで、大部分は主として実験する場所から離して貯える。毒性のある溶剤や試薬の使用は避け、廃液はすべて安全に保管して、時々処分する。

主として実験する場所は、溶剤実験室と同様の扱いをし、照明・粉砕器・冷蔵庫は全てスパークしないようにする。抽出・クリーンアップ・濃縮は、換気のよい所、たとえば、ドラフトやガスフードの中で行なう。減圧・加圧のもとで、ガラス器具を使うときは、安全板を用いる。安全めがね・手袋・防護服・緊急洗浄器・こぼれ除去装置は、充分にそろえておき、研究員はその使用方法を熟知すると同時に、危険の大きさも知っておく。また、多くの農薬は、毒性もしくは発がん性があるので、試料を扱う間は危険は少ないが、標準品を扱うときは厳重な注意が必要である。消火装置も、しっかりしたものをつける。研究員は定期的に健康診断を受ける。

B. 設備と備品

1. 備品

実験室には十分な電気・水・種々のガスが必要である。ガスはパイプで供給するにしろ、ボンベから供給するにしろ、品質検査済のものを用いる。試薬・溶媒・ガラス器具・固定面などは充分に必要なものである。

ガスクロマトグラフ（以下GCという）・天びん・分光光度計などの手入れが必要であり、

おそらく予備の部品もいくらか必要であろう。

2. 必要な設備

理想としては、設備は（たとえばマイクロプロセッサー付GCのように）進歩に遅れないため、定期的に新しくすべきである。けれども、一般には仕事に要求される精度をもっていれば充分である。したがって、日用品の追跡調査をCodexが制定した許容量に照らして測定する場合の設備は、一般研究室ほど厳密なものでもなくともよい。

すべての実験室には、既知の高純度標準品が必要である。それらの種類は、追跡調査試料に含まれるすべての農薬と、ごくあたり前の分解物を含んでいなければならない。

III. 分析

A. 汚染の回避

農薬の残留分析が他の分析と著しく違うところは、汚染の問題があることである。定量法の最終段階で、極微量の汚染があると、誤った結果をみちびき、感度が低くなるおそれがある。その結果として、要求される検出限界が出せなくなるであろう。

汚染は、環境からも、実験の操作によっても起こるであろう。

1. 環境からの汚染

ベンチ磨き・保護クリーム・殺菌剤を含む薬用石けん・殺虫スプレー・香水・化粧品などの日用品は、すべて実験室の汚染の原因となるが、電子捕獲検出器（ECD）付GCを使うときは、とくに重要な汚染源となる。汚染をさけるには、これらの日用品の使用を禁止するほかない。

また、グリス・可塑剤・ゴム栓・ゴムチューブ・定期航空便がまくオイル・抽出管・ろ紙・脱脂綿などは、すべて最終試料液の汚染源とな

る。

農薬標準品は、常に主な残留分析室から離れた部屋に保管すべきである。

また、野外試料の扱い、その処理、製剤分析なども、別の部屋で行なうべきである。

2. 操作中の汚染

ガラス器具・シリンダ・GCのカラムなどは、前の試料によって汚染されていることがある。ガラス器具は、すべて洗剤で洗い、よく水ですすいで最後に分析用溶媒ですすぐ。残留農薬分析用ガラス器具は、別に在庫をおくべきである。化学薬品、吸着剤や一般溶媒にも妨害物質を含むかもしれないので、そのときは加熱による精製を要するであろうし、溶媒は再蒸留して使う必要がある。脱イオン水は、疑問が多いので、蒸留水を使う方がよい。水道水や井戸水で、充分な場合が多い。残留分析室には、PVCを含まない装置を使う。可塑剤を含む物質も望ましくない。PTFEとシリコン・ゴムは使えるが、そのほかのものは状況次第である。試料保存用容器も汚染源となるので、いつもスリガラス栓付のガラス罎を使う。分析機器は、個室に安全に保管する。汚染の種類とその影響とは、定量方法と定量レベルによって変わる。これらの汚染問題は、GC法や高速液体クロマトグラフ法（HPLC）の場合に重要なのであって、光学的な方法で定量する場合は、あまり問題にならない。残留レベルが比較的高い場合は、溶媒等からの妨害は検出量に比べて問題にならない。一方、特殊な検出器を用いることによって、多くの問題は解決できる。汚染物質が残留物質の検出を妨げない場合には、問題は生じない。

B. 損失の回避

1. 保存中の損失

理想としては、試料は直射日光を避け、冷所

に保存し、2～3日中に分析すべきである。しかし、試料は6～9カ月の長期にわたって保存される例が非常に多いので、次のような注意が必要である。

保存温度は、およそ-20℃とする。この温度では、酵素反応による農薬の分解は、非常に遅いのである。もし疑問があれば、同じ条件で保存した添加試料を調べてみる。

試料はすべて凍結後、再び均質化する。そのままでは水分が蒸発したり、氷が晶出してそれを捨て、分析結果を誤るおそれがあるからである。検出しようとする農薬が、試料保存用容器に入らないよう注意しなければならない。容器は、密閉することができ、試料にはしっかりとラベルを貼り、試料名を明記し、試料ノートに記帳しておかなければならない。

2. 分析中の損失

抽出物と最終試料液は、直射日光に当ててはならない。

C. 分析法の確認

分析法確認のため払われる努力には、かなりの相違がある。Codexや国内の許容量にしたがって、日常業務として追跡調査を行なう場合は、標準法が使われる。この場合は確認が楽である。研究室では、入手した試薬や溶剤などの資材を定期的に検定している。分析法の信頼性は、たとえば標準品の回収により確かめるべきであろう。適当なレベルの標準品を加え、妨害物のある場合とない場合について、同様に操作する。光線や操作の途中における保存・温度などが、薬品や試料の安定性に及ぼす影響も調べておかなければならない。

検出一定量の組合せ〔GCや液体クロマトグラフ（LC）におけるように〕を決める場合には、流量・温度などの影響も重要である。分析

法の開発あるいは改良を行なっている研究室では、試料の量・分配率などの変動の及ぼす影響、GC、LC分析の能率、分離能、カラムの安定性や種々のカラムクリーンアップ系などの検討も行なっている。

D. 分析法の精度の保持

農薬残留分析を行なっている研究室では、どこでも許容量と検出限界について、実施中の方法を定期的に検討する必要がある。

1. 回収率の調査

農薬を含ませた試料から農薬を回収することは、抽出効率を測るために行なわれる。しかし、その調査は、僅かの意味しかないことを知っておく必要がある。時間を経た試料のように、現実の姿の回収率を求めることに、もっと努力する必要がある。また、親化合物を含ませ、妥当な回収率を得る方法が、熟成した物質からできた重要な代謝物の定量には向かないということも認めねばならない。回収率は、異物を除いたあとで70～110%，平均80%以上必要である。

2. 空試験と妨害

農薬の残留がないといわれている基質を定期的に調べて、汚染が起っていないことを確認する必要がある。

3. 標準品の安定性

一連の試料の分析作業中に、一定の間隔で標準液を加えることは、定量段階の性能を検定することになる。さらに、標準品溶液が保存中に光や熱で分解したり、溶媒の蒸散によって濃縮されたりすることのないよう注意しなければならない。同じ注意は、標準品の安定性についてもあてはまる。

4. 追試試料の分析

分析法（分析者でもよいが）の追試をする場合に、分析作業の間に一定の間隔で追試試料を

加えるのは、大変よい方法である。追試試料は定期的試料にもするが、何ら特別な意味を持たないものである。

5. 共同研究あるいは共通試料分析への参加

国内あるいは国際的な機関が特定の方法や特定の物質について、共同研究を行なっている。これに参加することは、実験室にとっても自らの技術を評価する上でも理想的である。もし許されるならば、共通試料を追試に用いる試料に使うとよい。そうすると、分析者は実験室の性能を検定するため、特別の努力をする必要がなくなる。

E. 確認テスト

測定値の範囲がある程度までわかっている通常の分析業務では、確認テストは必要ないのが普通である。結果が疑わしいときのみ、確認テストを行なう。確認テストには、次のような事項がある。

- 溶媒の分配率の利用 P-値など
- 多成分GCカラムの利用 この方法は、広範囲に使われているが、基本となるクロマトグラフ技術は共通であるため、あまり価値がない。
- 他のクロマトグラフ技術の利用 薄層クロマトグラフ（TLC）や高性能液体クロマトグラフを使うと、GCで分離された物質の確認が可能である。条件にもよるが、熱に不安定な物質を扱う場合には、とくにこの2つの方法がGC法よりすぐれている。物質の同定をするときは、GC法カラムに信頼をかけるより、できるだけ確認の技術を実施した方がよい。
- 他の検出器との組合せ利用
- 化合物誘導体の利用 この方法は、広範囲に利用されており、誘導体化についても多

くの成書がある。関連した技術として、化合物の化学構造を変える紫外線の利用などがある。

- GC 法 質量分析法 (MS) の利用
残留分析実験室ではあまり使われていないが、特殊な装置をおく研究室では、広く用いられている。
- 分取 GC による予備分取 含まれる残留農薬の性質の差によって、分取される化合物の同定にも役立つ。

F. 分析結果の報告

報告の問題は、分析を依頼した機関の要望に左右されるところが大きい。報告の書き方に厳

しい規定を設けることは難しく、必要とする精度すらきめられない。仕事を始める前に分析者と依頼者が採用した分析法の妥当性と分析結果から導かれる判断について、十分に正しく認識するように勧める。報告は、常に結果を得るために用いた方法を述べておく必要がある。

Good Analytical Practice in Pesticide Residue Analysis.

G. M. Telling

Proc. Analyt. Div. Chem. Soc.

Jan. 38, 1979.

植 調 協 会 だ よ り

◎ 会議開催日程のお知らせ

- 第39回役員会
日時：昭和55年5月20日(火)、14～17時
場所：東天紅（東京都台東区池之端1-4-33, TEL 828-5111）

◎ 人事異動

昭和55年3月31日付

依願退職 事務局技術部第一課技師 大輪和子

昭和55年4月1日付

任	事務局技術部第一課技師	石岡 純子
任	事務局技術部第二課技師	泉沢由起子
任	研究所技師	横山 昌雄
任	研究所技師	奥田 浩喜

編 集 後 記

雨に打たれて散りゆく桜の花びらには、何となく哀れに思うことがあるが、耕地より引き抜かれ、路傍に捨てられた雑草には、人間の心は通じないのか、誰しも感情の湧くことはないようだ。農村では、雑草と病害虫のたたかいに明け暮れてきたせいか、とくに作物栽培にとって悪影響を及ぼす雑草に対しては、よい感情を持てる筈がない。しかし、これらの雑草を活用できるならば、省エネ時代の片棒になってくれるに違いない。一口に、雑草として眼のかたきにするよりは、荒野の雑草を活用することに眼

を向ける必要性があるのではないだろうか。

財団法人 日本植物調節剤研究協会
東京都港区虎ノ門一丁目17番1号
電話 東京(03)502-4188(代)

昭和55年4月発行

植調第14巻第1号

¥250(送料140)

編集人 日本植物調節剤研究協会専務理事 吉沢長人
発行人 植調編集印刷事務所 広田伸七

東京都港区愛宕1-2-2 全国農村教育協会内
発行所 植調編集印刷事務所
電話 東京(03)436-3388番