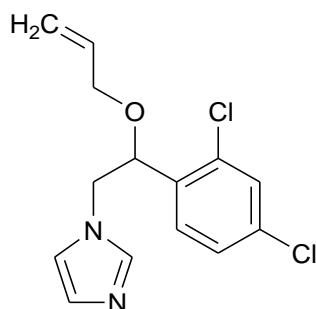


防かび剤

イマザリル

Imazalil



$C_{14}H_{14}Cl_2N_2O$: 297.18

1. 分析法の概要¹⁾

食品中のイマザリルは、アルカリ性下に酢酸エチルで抽出後、硫酸溶液及び酢酸エチルによる液液分配により精製し、液体クロマトグラフィーにより定量する。(2000年設定、2019年改正、2021年改正)

2. 分析法 (液体クロマトグラフィー)

(1) 検体の採取と試料の調製

① かんきつ類

果実約1kgを精密に量り、必要に応じて適量の水を量って加え、細切均一化する^{2,3)}。

② バナナ

果柄部を除去した果実約1kgを精密に量り、必要に応じて適量の水を量って加え、細切均一化する^{2,4)}。

③ 加工食品

一般試料採取法を準用する。

(2) 試験溶液の調製⁵⁾

試料約10gを精密に量り、5mol/L水酸化ナトリウム溶液2mL⁶⁾及び無水硫酸ナトリウム⁷⁾を20~40g加えて十分にかくはんし、酢酸エチル50mLを加え、3分間ホモジナイズする。遠心(10分間、3000回転/分)した後、上清を分取する。沈殿物に酢酸エチル50mLを加え、同様に操作する。全上清を分液漏斗に合わせ、5%炭酸ナトリウム溶液50mL、水50mLで順次洗浄した後水層を捨てる。次いで酢酸エチルに0.025mol/L硫酸溶液50mLを加

え、振り混ぜた後、水層を分取し、この操作を更に1回繰り返す、全水層を分液漏斗に合わせる。水層に5 mol/L水酸化ナトリウム溶液5 mLを加えた後⁸⁾、酢酸エチル25 mLを加えよく振り混ぜた後、酢酸エチル層を分取する。この操作を更に1回繰り返す、酢酸エチル層を分取し、無水硫酸ナトリウム10 gで脱水後、減圧乾固する。残留物はメタノール/水混液(75:25)5 mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(3) 検量線用標準溶液の調製⁹⁾

イマザリル50.0 mgを量り、メタノールに溶かし正確に100 mLとして標準溶液とする(濃度500 µg/mL)。標準溶液をメタノール/水混液(75:25)で適宜希釈し、1 mL中にイマザリルが1~10 µgを含むように検量線用標準溶液を調製する¹⁰⁾(濃度1~10 µg/mL)。

(4) 測定法

① 測定条件¹¹⁾

紫外可視吸光度検出器付液体クロマトグラフを用い、次の条件によって測定する。

カラム充填剤：オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管：内径4.6 mm、長さ150~250 mm

カラム温度：40°C

移動相：メタノール/水混液(75:25)

流速：1 mL/分

測定波長：230 nm

注入量：20 µL

② 検量線¹²⁾

検量線用標準溶液20 µLずつをそれぞれ量り、液体クロマトグラフに注入し、ピーク高さ又はピーク面積から検量線を作成する。

③ 定量^{13,14)}

試験溶液20 µLを液体クロマトグラフに注入し、得られたピーク高さ又はピーク面積と検量線によって試験溶液中のイマザリル濃度(µg/mL)を求め、次式によって試料中¹⁵⁾のイマザリル含量(g/kg)を計算する。

$$\text{イマザリル含量 (g/kg)} = \frac{C \cdot V}{W \times 1000}$$

C：試験溶液中のイマザリル(µg/mL)

V：試験溶液の量(mL)

W：試料の採取量(g)

④ 定量限界 0.0005 g/kg

試薬

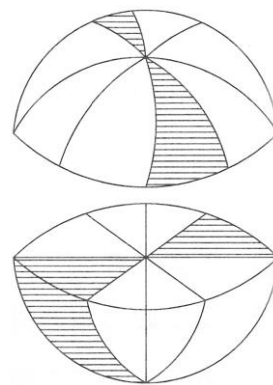
1. イマザリル：イマザリル標準品 [残留農薬試験用]
2. 水酸化ナトリウム：[特級]
3. 無水硫酸ナトリウム：硫酸ナトリウム [残留農薬試験用]
4. 酢酸エチル：[残留農薬試験用]
5. 無水炭酸ナトリウム：炭酸ナトリウム [特級]
6. 硫酸：[特級]
7. メタノール：[高速液体クロマトグラフィー用]

[注]

1) 農薬としてイマザリルが使用される場合の残留基準は、食品添加物として使用される場合（みかんを除くかんきつ類に 5.0ppm、バナナに 2.0ppm）よりも著しく低いもの（小麦に 0.01ppm、米等に 0.05ppm）もある。したがって農薬としてのイマザリルの分析法は高感度が要求され、食品添加物としてのイマザリルの分析法よりも煩雑になっている。食品添加物としてのイマザリルを分析するには、ここに記載した方法で対応できる。

2) 「食品、添加物等の規格基準 第1食品 A食品一般の成分規格6 (2) 検体」及び「食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法について」（平成 17 年 1 月 24 日付け食安発第 0124001 号厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知）別添「食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法」参照。

3) 果実 5～10 個を選び、8 分割法により平均的に検体 250～300 g をとり、ホモジナイズして試料としてもよい。8 分割法：箱又はロットの各段から、平均的な大きさのもの 5～10 個を選び、それぞれについて注図 1 のように分割し、これらのうち図中の斜線部分にあたる部位 20～40 片を検体のそれぞれから均等にとり、ホモジナイズして試料とする。水分の少ないかんきつ類の場合、果皮と果肉を分離し、果肉をホモジナイズした後、細断した果皮を少量ずつ加えながらホモジナイズすると均等な試料になりやすい。レモン、ネーブル等の果皮の硬いかんきつ類では、同量の水を精密に量って加え、ホモジナイズし、その約 100 g を精密に量って試料としてもよい。



注図 1 試料採取法

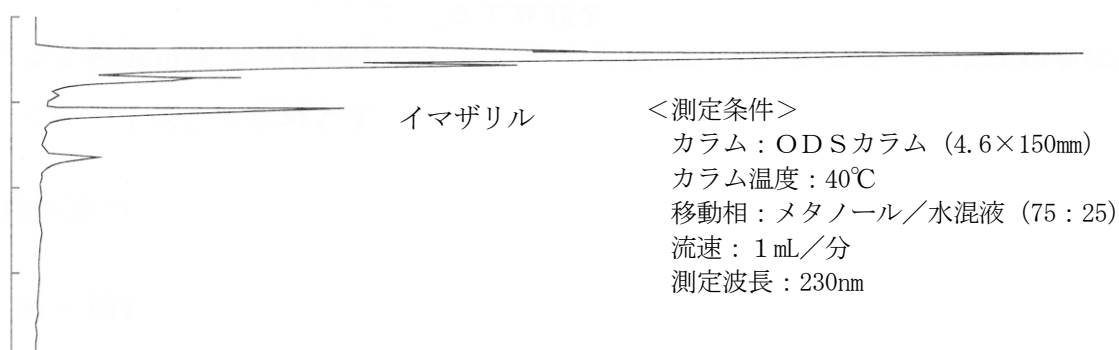
4) 1～2 房のバナナから 3～4 本を任意に採取し、先端及び果柄部を可食部の近くで切断する。果肉を果皮ごと約 1 cm ずつの輪切りにしたものを交互に、各検体についてほぼ均等に約 200 g 採取し、ホモジナイズして試料としてもよい。

5) オルトフェニルフェノール、オルトフェニルフェノールナトリウム、ジフェニル及びチアベンダゾールの分析法の試験溶液調製法を適用する場合は、酢酸エチル層を合わせた後、

本法の試験溶液の調製に記載の 0.025mol/L 硫酸溶液 50mL を加える操作以降を実施する。ただし、分析対象により夾雑成分の影響を除去できない場合もあるので、その場合は本法（イマザリルの分析法）を用いること。

- 6) 試料抽出液の液性に注意する。特に、試料がレモン等の酸性の強い柑橘類の場合、水層がアルカリ性であることを確認する。
 - ・試料からの抽出時は、水層はアルカリ性
 - ・酢酸エチルー硫酸水溶液分配時は、水層は酸性
 - ・酢酸エチルー水酸化ナトリウム溶液分配時は、水層はアルカリ性なお、酸性は pH1 付近、アルカリ性は pH11 付近を目安にする。
- 7) かんきつ類のジュースには使用しなくてよい。
- 8) 液性が pH11 付近であることを確認する。必要に応じて、5 mol/L 水酸化ナトリウム溶液を追加する。
- 9) 検量線用標準溶液の数は、直線性が確認できれば、適宜、調整してもよい。
- 10) 試験溶液中の濃度が低濃度の場合は、検量線を 0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ～5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ になるように標準原液を適宜希釈して検量線を作成する。
- 11) 測定条件は例示である。用いるカラムの内径及び長さによって、流速及び注入量等を調整する。
- 12) 必要に応じて、検量線用標準溶液の調製に用いた溶媒を分析し、溶媒由来の夾雑物のないことを確認する。
- 13) 本法による液体クロマトグラムの一例を注図 2 に示す。

試料：オレンジ



注図 2 イマザリルの液体クロマトグラム

- 14) 本法による添加回収試験結果は、次のとおりである。
 - ①試料・添加量：レモン 5 $\mu\text{g}/10\text{g}$ 、回収率 (%)：79.2、77.7、78.9、平均値 (%)：78.6
 - ②試料・添加量：レモン 25 $\mu\text{g}/10\text{g}$ 、回収率 (%)：72.8、74.4、73.2、平均値 (%)：73.5
- 15) 試料の調製の際に水を添加した場合には、次式により、検体中のイマザリル含量を求め

る。

$$\text{イマザリル含量 (g/kg)} = \frac{C \times 5}{W \times 1000} \times \frac{W_1 + W_2}{W_1}$$

C : 試験溶液中のイマザリル ($\mu\text{g/mL}$)

W : 試料の採取量 (g)

W_1 : 検体の採取量 (g)

W_2 : 検体に添加した水の量 (g)