

## 生薬中の有機塩素系残留農薬の分析について

滋賀県健康福祉部医務薬務課薬業振興担当  
(薬業技術振興センター)  
藤田 直樹

### 1 はじめに

生薬中の残留農薬については、平成9年12月に告示された第十三改正日本薬局方第一追補からニンジン、ニンジン末、コウジン、センナおよびセンナ末の5品目について、安全性の立場から純度試験に総BHCおよび総DDTの残留基準が新たに設定された。

今回、残留農薬の基準は設定されていないが消費量が多く、漢方処方などに高頻度で配合されているトウキ末、センキュウ末、シャクヤク末、ケイヒ末およびカンゾウ末の5生薬について、有機塩素系農薬のBHC類およびDDT類の残留農薬検査を行った。

### 2 実験方法

#### (1) 対象とした生薬

トウキ末 : 日本薬局方トウキ末 (産地: 韓国)  
センキュウ末 : 日本薬局方センキュウ末 (産地: 北海道)  
シャクヤク末 : 日本薬局方シャクヤク末 (産地: 奈良県)  
ケイヒ末 : 日本薬局方ケイヒ末 (産地: ジャワ島)  
カンゾウ末 : 日本薬局方カンゾウ末 (産地: 中国) の各1検体。

#### (2) 検査対象農薬

BHC類4種 ( - BHC、 - BHC、 - BHC、 - BHC )  
DDT類4種 ( o,p' - DDT、 p,p' - DDT、 p,p' - DDT、 p,p' - DDE )

#### (3) 検査方法

##### ア 試料溶液の調製

第十四改正日本薬局方 (以下、「日局14」という。) ニンジン末の純度試験の総BHCおよび総DDTの試料溶液の調製方法に準じた。

##### イ GC測定条件

GCの測定条件は、次のとおりである。

装置 : GC - 14 B  
検出器 : ECD (電子捕獲型検出器)  
注入量 : 2  $\mu$ L (スプリットレス注入)  
カラム : (定量用) Rt x - 1701 (0.25mm  $\times$  30m, 0.25  $\mu$ m)  
(確認用) DB - 5 (0.25mm  $\times$  30m, 0.25  $\mu$ m)  
カラム温度 : 60 (2min) 20 /min 200 2 /min 260 (5min)  
注入口温度 : 250

検出器温度 : 270  
 キャリヤ - ガス : 高純度ヘリウムガス 160kpa  
 メイクドアップガス : 高純度窒素ガス 50kpa

### 3 結果

#### (1) 検量線

0.02 ~ 1 µg/mL の標準溶液を調製し、各対象物質について検量線を作成したところ良好な直線性が得られた。(相関係数 0.99 以上)

#### (2) 添加回収実験

各生薬末 5 g に最終濃度が 1 ppm (µg/g) となるように各農薬を添加し回収実験を行った。

表 1 のとおりいずれの生薬においても各農薬は 76 % 以上の回収率が得られた。今回の試料の 5 生薬については、残留農薬の分析法および基準値は設定されていないが、良好な回収率が得られたことで本分析方法は適用可能と判断した。

表 1 各生薬への添加回収実験結果 (1 ppm 相当の添加)

農薬の種類 (略名)	回収率 (%)				
	トウキ末	センキュウ末	シャクヤク末	ケイヒ末	カンゾウ末
- B H C	91.5	86.2	91.4	83.8	100.3
- B H C	100.8	95.8	98.6	93.1	101.0
- B H C	91.9	90.7	94.0	84.4	99.2
- B H C	90.3	93.1	94.9	91.7	101.1
o,p' - D D T	102.0	101.0	99.8	91.4	92.6
p,p' - D D T	93.1	98.9	98.7	85.8	87.5
p,p' - D D D	88.9	97.0	100.3	81.1	80.4
p,p' - D D E	87.6	93.1	100.7	77.3	76.7

#### (3) 測定結果

各生薬の測定結果は、表 2 のとおりである。

シャクヤク末から、総 D D T として 0.011 ppm が検出された。

これは、ニンジン等の 5 種類の生薬に設定されている残留農薬基準(総 D D T として 0.2 ppm)の約 1 / 20 である。

表 2 各生薬へ測定結果

(単位: ppm)

農薬の種類	トウキ末	センキュウ末	シャクヤク末	ケイヒ末	カンゾウ末
総 B H C	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
総 D D T	N.D.	N.D.	0.011	N.D.	N.D.

(検出限界: 0.01 ppm)

(平成 16 年 3 月)