

白米及び糠中の残留パラチオンの検査について

齋 藤 ミ キ
松 洲 忠 美
栄 戸 勇

I 緒 言

石川県衛生研究所に於て、二化メイ虫防除用として散布した農薬パラチオンが同県産の玄米に残留し、かなりの量(300gに付き1mg)において検出されたことが昭和32年7月6日の某新聞紙上に報道されて大なる関心をよんだ。以来各所に於ては調査が行われ、この検査報告も出ている。秋田県では未だ稲には余り使用されていないが、該農薬が次第に使用される傾向に在るので、私は秋田県産の米に果してパラチオンが残留しているものであるか、又今後危険はないものでなかるうか、この点を知るために本検査を行った。

II 検査材料

農林省東北農業試験場栽培第一部(大曲)に依頼し試料の提供を受けた。試料としてばパラチオンを散布した米及びで糠、これを比較試験用とするため無散布の米と糠を依頼した。散布米と糠は防虫用としてE.P.Nの800(1000倍液を7月1日、700倍を8月14日、パラチオンの1000倍液を8月22日散布して居り、収穫後白米と糠に分離したもので、米の種類は「ぎんなさり」である。尚比較試料用米は「新7号」である。

III 検査方法

試料の米は粉砕器にかけ粉末とする。米、糠の粉末をそれぞれ100g秤取し、ベンゼンを加えて振盪し、一夜放置後乾燥炉紙で吸引炉過してベンゼンの浸出液を得たこれを二分して次の反応を行なった。

(a) Averell-Norris 法の改良法 (農林省農業検査所 法)

ベンゼン液に濃塩酸1ml、亜鉛末0.2g、水10mlを加え水浴上でベンゼンを溜除する(88°C以下)。残留物にエチルアルコール10ml、パラフィン1g、亜鉛末0.2gを加え、水浴上で10分間静かに煮沸する。放冷後濾過し、濾液に0.2%亜硝酸ナトリウム液1mlを加えて振りまぜ、10分間放置後2.5%スルファミン酸アンモン液

mlを加え、更に振りまぜて10分間放置する。次に1%α-ナフチルエチレンジアミン塩酸塩mlを加え振りまぜる。パラチオンが存在すれば赤紫色を呈するが本試験に於ては何れも微帯黄緑色となり、紫色を呈しなかった。

(b) パラニトロフェノール法

ベンゼンの浸出液に稀塩酸3滴を加え、水浴上でベンゼンを溜出する。(88°C以下)。残留物にアルコール6mlを加えて溶解せしめ、N-アルコール製水酸化ナトリウム液5mlを加え、還流冷却器を付した後その上から少量宛30%過酸化水素1mlを滴下し水浴上で静かに煮沸する。パラチオンが存在すれば黄色を呈するが、無散布米、散布米は何れも白色沈澱物を有する微帯黄色を呈し糠は何れも黄色濁濁を呈した。更にこれを放置していると褐色を帯びた黄色となり、陽性といえるところの美麗な黄色ではなかった。

(c) インドフェノール法

上記(b)の黄色液に稀塩酸5ml、亜鉛末0.5gを加え水浴上で約5分間沸騰させた後冷後濾過する。濾液に10%アンモニア水5mlを加えてアルカリ性とし、1%O-クレゾール液0.5mlを加え放置するとパラニトロフェノールが存在すれば美麗な青色を呈するが、本試験では何れも反応せず殆んど無色であった。

VI 検査成績及び結果

検査法(a)、(c)の反応に対しては何れも陰性を示したが、(b)の反応に於ては陽性らしき反応を示した。即ち黄色に呈色はしたが、黄色が褐色を帯びたものであり、パラニトロフェノールに依るものと稍々異なる色調を帯びている。又(c)の反応の操作中稀塩酸と亜鉛末で還元した場合、二層に分離し、上層は褐黄色で下層は無色である。依ってこれはパラニトロフェノールではなく、米糠中に存在する類似物質即ち脂肪に依るものと思われたので更に次の方法を試みた。即ち(b)の反応に於てパラフィンを1g加えN-アルコール製水酸化ナトリウムで分解して放冷後濾過し、濾液を分液ロートにとりエーテルを加えて振盪し、水層をとり、(c)の反応を

行なった。その結果二層に分離することなく、無色であった。以上のことを考えと (b) の反応で黄色を帯びた物質は恐らくパラニトロフェノールに依るものでなく、試験中に存在する脂肪酸であると考えられる。

V 結 論

大曲の東北農業試験場栽培第一部から提供された試料即ち1000倍液パラチオンを散布した稲より精製した白米及び糠に付いて試験を行なったところ、何れもパラチオ

ンを検出することが出来なかった。然し、パラチオンの散布量又は散布回数等が相当影響あるものと思われるので、絶体的に白米、糠には残留しないとは言明出来ないが、少なくとも秋田県産の白米、糠は衛生上危険はないものと考えられる。終りに臨み本検査に御協力を賜った大曲の東北農業試験場栽培第一部長及び佐々木技師に厚く感謝する。

参 考 文 献

- (1) 植物防疫 9. 1957

☆.....☆.....☆

EDTA 滴定による温泉水中の

マグネシウム定量法について

☆.....☆.....☆

齋 藤 ミ キ

I 緒 言

温泉水中のマグネシウム定量法としては、温泉検査指針に基いて (NH₄)₂ HPO₄ による磷酸塩定量法を行っていたが、Mg²⁺ の含有量が微量の場合に沈澱の熟成に難点があり、又正確にこれを定量することが困難である。更に長時間を要する等の欠点を感じていたので、この欠点を補う為にEDTA 滴定による測定法を試みた。EDTA 滴定によるMg²⁺ の定量は既に多く報告されているが、私は温泉検査指針に基き、一応防害イオンを取除きEDTA による直接滴定を実施して満足すべき結果を得たので、実験の概要を報告する次第である。

II 試 薬

(a) M 塩化カルシウム溶液

試薬特級炭酸カルシウムを 110 °C で約 1 時間乾燥後 5.0045g を正確に秤取し少量の塩酸を加え溶解し水を加えて正確に 1000 ml とする。

(b) M/20 塩化マグネシウム溶液

試薬特級炭酸マグネシウム 4.25g を秤取し、少量の塩酸を加え溶解し水を加え正確に 1000ml とする。本力価は M/20EDTA 溶液で滴定する。

(c) M/20EDTA 溶液

EDTA (エチレンジアミン酢酸ナトリウム) 粉末 18.65g を秤り、水を加えて 1000ml とする。

力価検定

M/20CaCl₂ 溶液 5ml 及び M/20 MgCl₂ 溶液 5ml を正確にとり、バッファー溶液 10ml を加え、更に水を加えて

100ml とする。指示薬 EBT 溶液を加えて M/20EDTA 溶液で滴定する。.....(1)

次に M/20MgCl₂ 溶液 5ml をとり、バッファー溶液 10ml 及び水を加えて 100ml とし、M/20EDTA 溶液で滴定する。.....(2)

M/20EDTA 溶液の力価は

$$\frac{M/20 \text{ CaCl}_2 \text{ 5ml}}{(1)-(2)} = \frac{5}{8.8-3.8} = 1$$

∴ M/20 EDTA/ml = 1.216mg Mg

(d) Buffer 溶液

塩化アンモニウム 67.5g、28% NH₄ OH 570ml を加え水で 1000ml とする。

(e) E B T 溶液

エリオクロームブラック T 0.2g をメチルアルコールに溶かして 1000 ml とする。

(f) 20% KCN 溶液

III 実 験

(a) M/20 塩化マグネシウムの検定

◎ M/20 EDTA 滴定法

検液 5ml とり、Buffer 溶液 10ml を加え更に水を加えて 100ml とし、EBT 溶液を指示薬として M/20EDTA 溶液で滴定したところ、3.8 ml を消費した。依って計算すると 4.6208mgMg を得た。

◎ (NH₄)₂ HPO₄ による重量法

検液 5ml をとり Buffer 溶液 10ml 及び水を加えて 100ml とする。これ (NH₄)₂ HPO₄ 溶液を加え加熱放置後濾過し、濾紙上の残渣を NH₄ NO₃ 含有の 2.5% NH₄ OH で充分洗滌後ルツボで灰化し、焦性磷酸マグネシウムとして