第101回日本食品衛生学会学術講演会
発表資料 2011年5月　東京

畜産物中残留農薬の迅速一斉分析法の検討
― GC/MS編 ―

○佐々野僚一　谷澤春奈
株式会社アイスティサイエンス

AiSTI SCIENCE

目　的

■畜産物(牛肉･鶏肉)中の残留農薬の迅速一斉分析法

① アセトン溶媒による抽出とその抽出効率

② GC大量注入法を用いた試料量の少量化による前処理の迅速化

③ 液液分配(遠心分離)による精製効果

④ 固相ミニカラムと溶出溶媒による脂肪酸の除去効果

⑤ 添加回収試験による評価

牛肉中にはパルミチン酸やオレイン酸など脂肪酸が大量(約10～40%)に含まれており、
この脂肪酸を取り除くことが最大の課題。

対象農薬

ポジティブリスト制　GC/MS対象農薬

製品名	農薬数	濃度
農薬混合標準液　22	50種	10ppm
農薬混合標準液　31	85種	10ppm
農薬混合標準液　34	46種	10ppm
農薬混合標準液　48	61種	10ppm
農薬混合標準液　51	26種	10ppm
	合計　268種	

＊いずれも関東化学社製

前処理フロー

◎前処理フロー

試料 10g
- アセトン　10mL

ホモジナイズ
- 水　2 mL
- NaCl(食塩)　1g
- クエン酸3Na2水和物　1g
- クエン酸水素2Na1.5水和物　0.5g
- $MgSO_4$(無水硫酸ﾏｸﾞﾈｼｳﾑ)4g

撹拌(手で振とう 1分間)

遠心分離(3000rpm　5分間)

冷凍

アセトン層

分取 0.5mL(試料0.5g相当)　GC前処理法へ

分取 0.5mL(試料0.5g相当)　LC前処理法へ

分取 0.5 mL (試料0.5g相当)

Smart-SPE　C18-30 mg:精製
- 洗液　ｱｾﾄﾆﾄﾘﾙ-水(4/1)　1mL

流出液
- 添加　水 2mL

Smart-SPE　PLS3-10mg:保持
- 15%食塩水 20mL

Smart-SPE　PLS3-10mg:再保持

吸引乾燥:3分

連結　Smart-SPE　PSA-30mg :精製
- 溶出　ｱｾﾄﾝ-ﾍｷｻﾝ (15/85)　1mL

溶出液
- 添加　ﾌｪﾅﾝﾄﾚﾝd体 + PEG(300)/ｱｾﾄﾝ

定容(1 mL, ｱｾﾄﾝ/ﾍｷｻﾝで調製)

GC/MS(大量注入25 uL　:試料12.5mg相当)

GC/MS測定条件

GC/MS	
PTV Injector	LVI-S200（AiSTI Science）; Spiral Insert
Injector Temp.	70℃-120℃/min-240℃-50℃/min-290℃（38min）
Solvent Purge Time	0.27 min
Auto Samplor	CombiPAL; 50 µL Syringe (AMR)
Injection Volume	25 µL
GC	Agilent 6890N
Pre-Column	0.25mm i.d.×0.5m
Main-Column	BPX5, 0.25mm i.d.×30m, df; 0.25mm（SGE）
Post-Column	0.25mm i.d.×0.5m
Column Oven Temp.	60℃（4min）-20℃/min-160℃-5℃/min-220℃-3℃/min-235℃-7℃/min-310℃（8.3min）
MS	JMS-Q1000GC（JEOL）
MS Method	SCAN; 70 - 450 m/z
Inter Face Temp.	290℃

牛肉・鶏肉の成分について

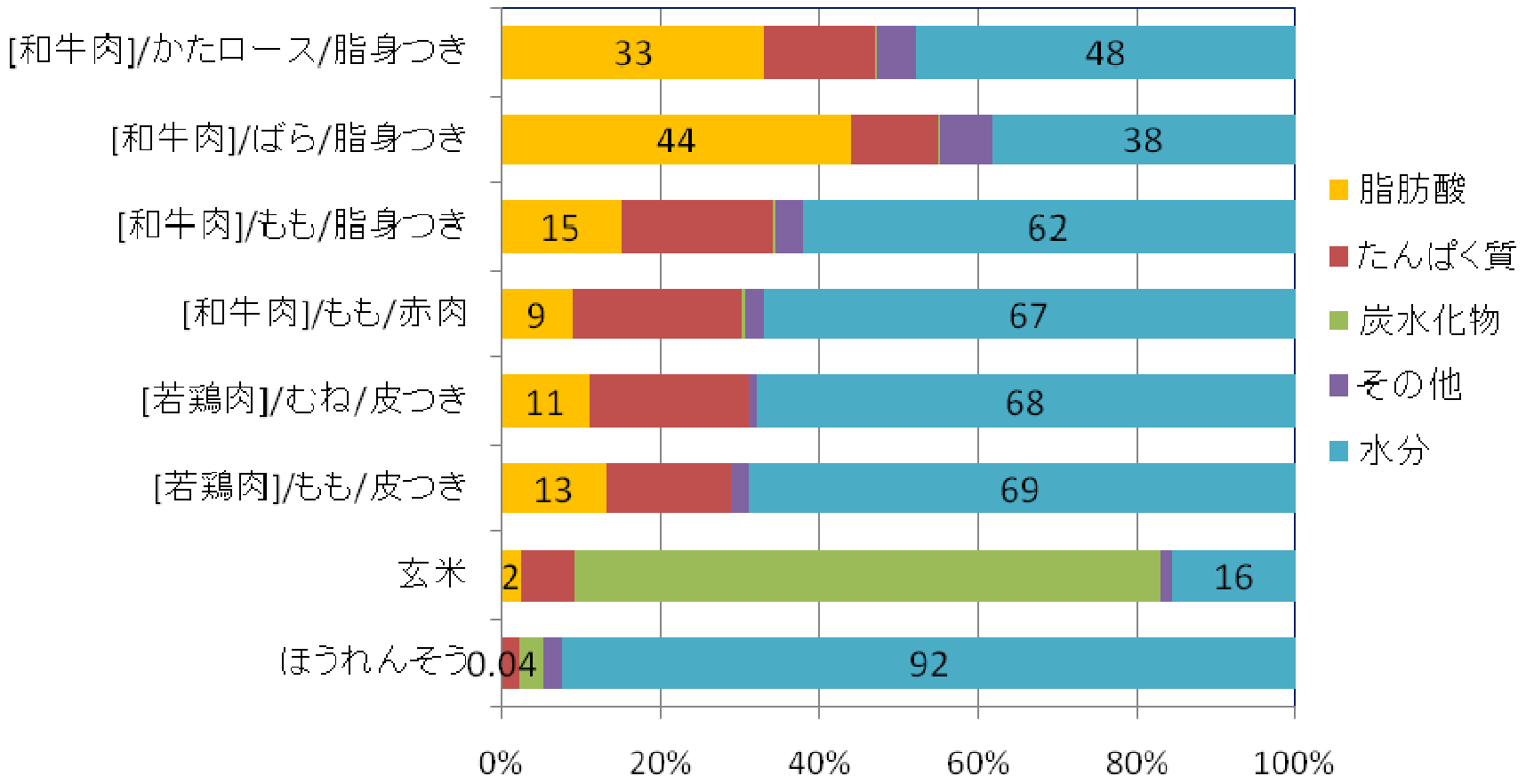


図1. 食品成分比表

牛肉・鶏肉の脂肪酸について

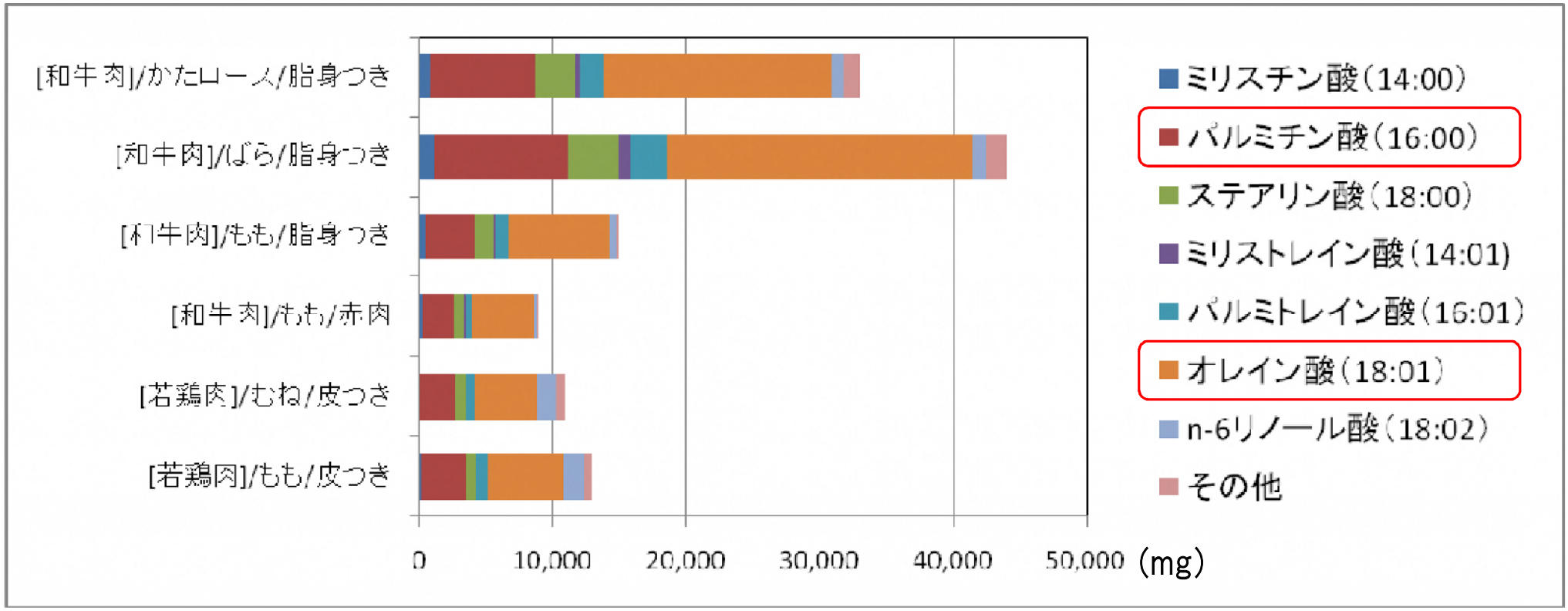
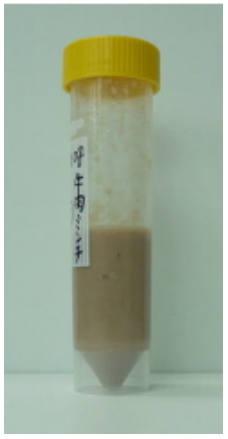


図2. 食品100g中の脂肪酸量

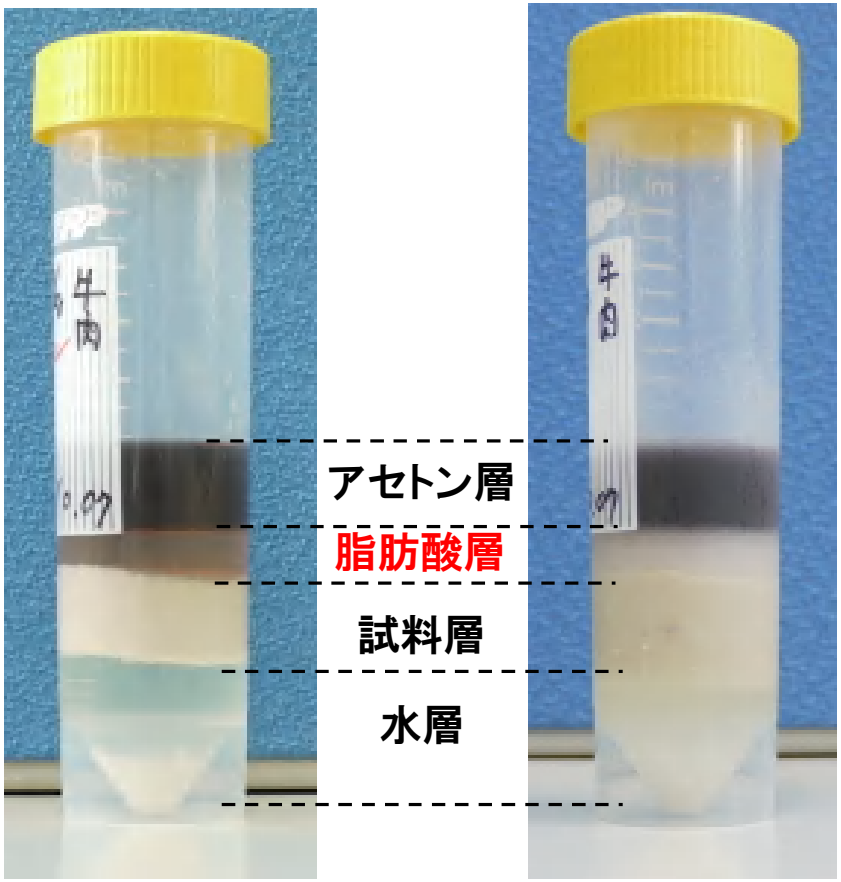
遠心分離による精製効果

牛肉ミンチ

①試料採取



②ホモジナイズ後



③遠心分離後　④冷凍後

【物性】

アセトン
比重：0.79
融点：-94℃

脂肪酸
パルミチン酸
比重：0.85
融点：63℃
オレイン酸
比重：0.89
融点：13℃

- 遠心分離によりアセトン層の下に脂肪酸層が分離され、この工程で大部分の脂肪酸を取り除くことができた。

PSA固相抽出による精製効果

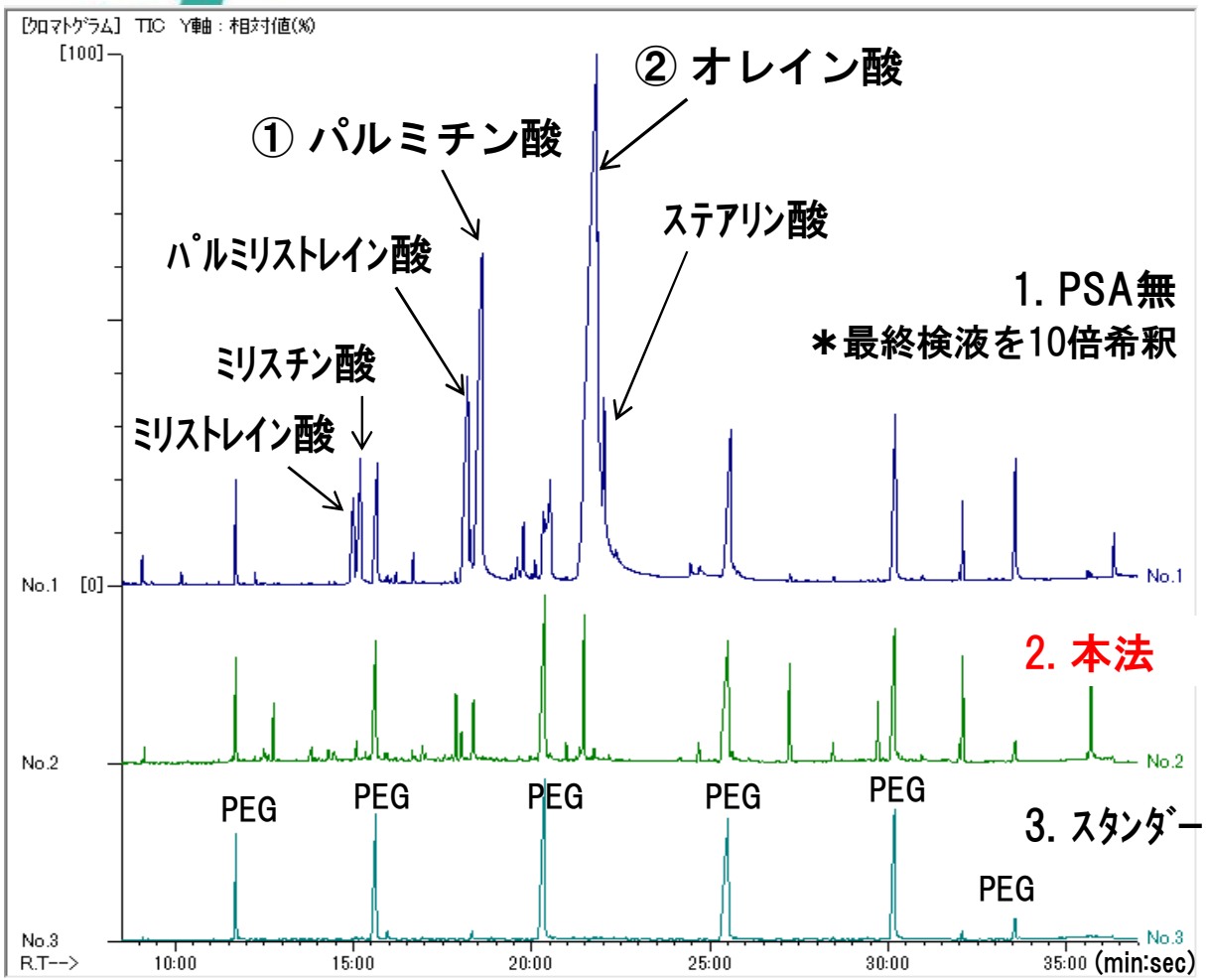
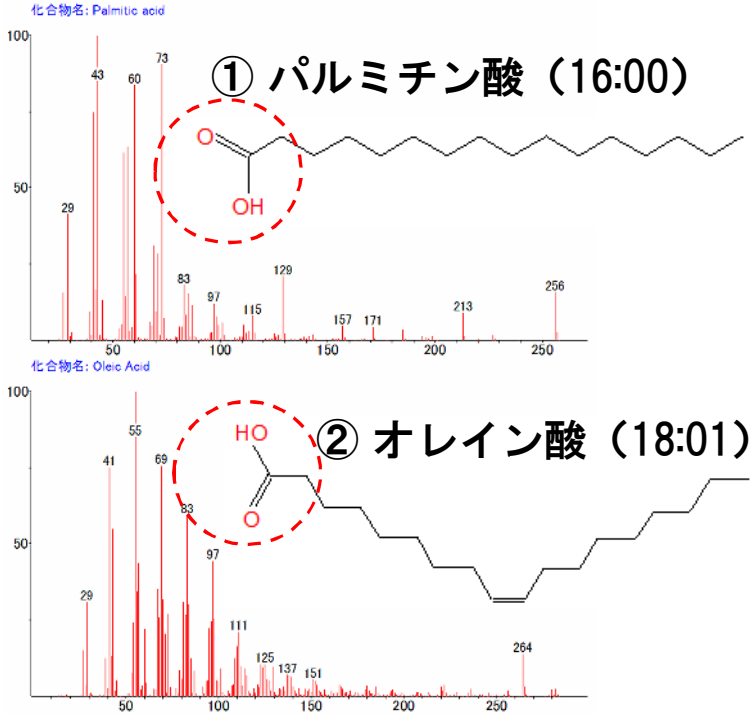


図3. SCANトータルイオンクロマトグラム比較(PSA精製効果)



PSA　-Si-$CH_2CH_2CH_2\overset{\oplus}{N}HCH_2CH2\overset{\oplus}{N}H_2$
N-プロピルエチレンジアミン
一次相互作用：極性・陰イオン交換

- 固相PSAﾐﾆｶﾗﾑと溶出液ｱｾﾄﾝ-ﾍｷｻﾝ（15/85）の組み合わせにより脂肪酸を除去できた。

SCANクロマトグラム（精製の評価）

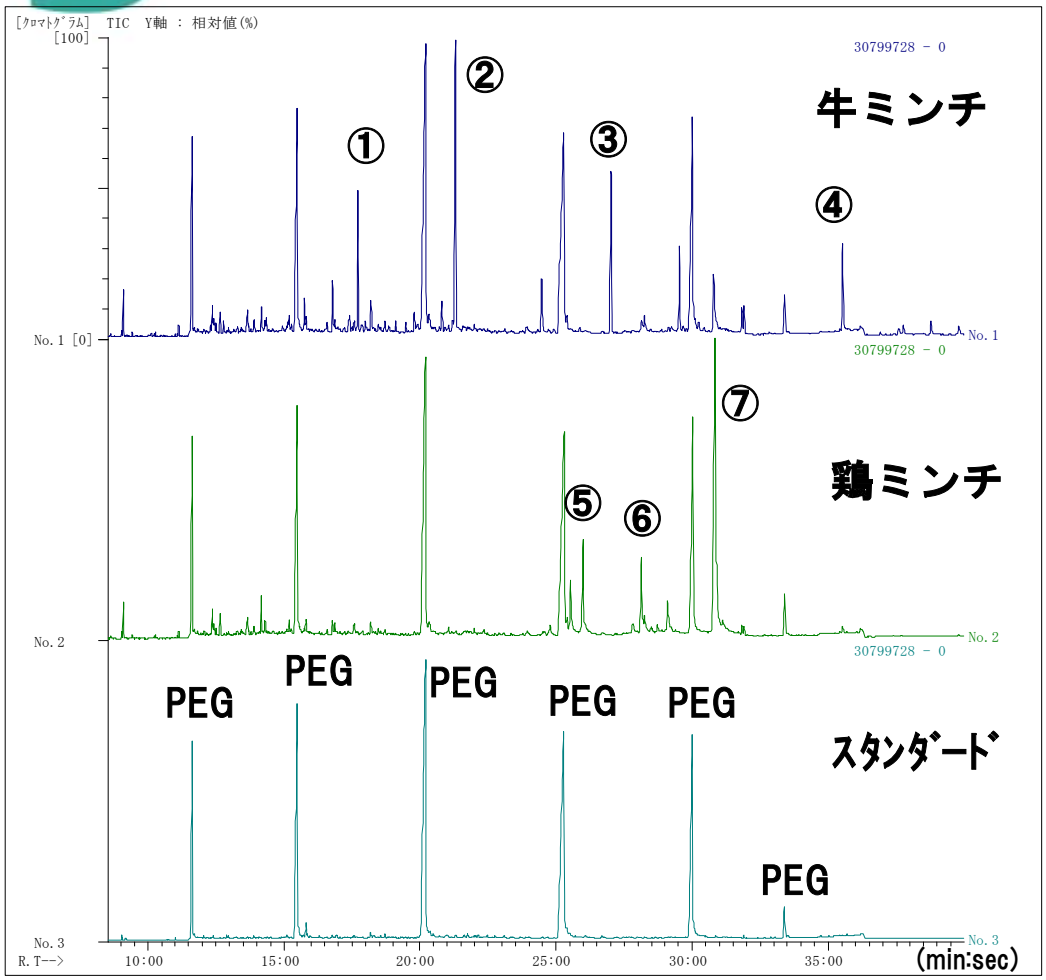
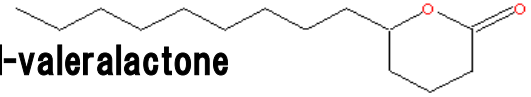


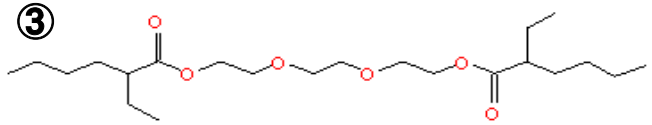
図4. 本法によるSCANトータルイオンクロマトグラム

① d-Nonyl-d-valeralactone

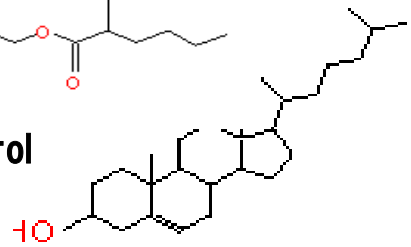
② d-Undenyl-d-valeralactone



③

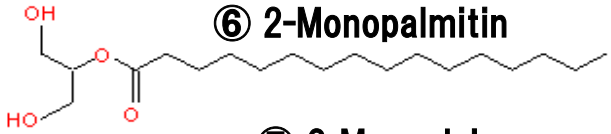


④ Cholesterol



⑤ Batilol

⑥ 2-Monopalmitin



⑦ 2-Monoolein

- 解析に影響を与えそうな大きな夾雑物は見当たらなかった。

添加回収試験結果①

試料：牛肉ミンチ　　試料中添加濃度：0.01ppm （n = 5）　絶対・直線検量線(PEG共注入標準溶液)

No.	化合物名	平均回収率 (%)	R.S.D. (%)
1	1-Naphthylacetamide	N.D.	–
2	3-Hydroxycarbofuran	51.8	9.0
3	4,4'-Dichlorobenzopher	66.9	3.0
4	Acephate	N.D.	–
5	Acetamipride	N.D.	–
6	Acetochlor	87.8	4.2
7	Acrinathrin	107.6	8.5
8	Alachlor	87.3	3.9
9	Allethrin-1,2	N.D.	–
10	Allethrin-3,4	50.3	3.5
11	Ametryn	82.1	4.0
12	Anilofos	122.3	6.8
13	Aramite-3	94.3	7.3
14	Aramite-4	89.3	6.9
15	Atrazine	92.4	5.5
16	Azaconazole	97.0	4.1
17	Azinphos-Methyl	126.0	7.6
18	Benalaxyl	99.5	3.6
19	Bendiocarb	104.9	4.6
20	Benfluranlin	73.6	4.2
21	Benfuresate	107.5	3.9
22	Benoxacor	93.7	4.5
23	BHC-alpha	68.6	3.2
24	BHC-beta-gamma	73.3	2.9
25	BHC-delta	78.5	6.4
26	Bifenox	102.6	6.7
27	Bifenthrin	65.0	4.6
28	Bitertanol-1	99.1	5.8
29	Bitertanol-2	87.4	6.7
30	Bromacil	58.7	9.6
31	Bromobutide	89.1	3.5
32	Bromofos methyl	71.9	2.9
33	Bromophos-ethyl	61.4	4.3
34	Bromopropylate	87.0	3.9
35	Buprimate	105.0	3.3
36	Buprofezin	85.0	2.0
37	Butachlor	72.4	3.0
38	Butamifos	97.3	8.1
39	Butylate	63.6	4.2
40	Cadusafos	88.3	3.9
41	Cafenstrole	137.9	6.8
42	Captafol	N.D.	–
43	Captan	N.D.	–
44	Carbaril	132.7	5.0
45	Carbofuran	88.6	5.9
46	Carboxin	59.6	8.3
47	Carfentrazone ethyl	111.2	4.2
48	Chlorbenside	52.2	6.4
49	Chlorbufam	90.4	4.8
50	Chlorethoxyphos	80.3	3.4
51	Chlorfenapyr	95.0	3.0
52	Chlorfenson	86.1	3.6
53	Chlorfenvinphos-1	103.9	5.0
54	Chlorfenvinphos-2	93.4	3.1
55	Chlorobenzilate	93.6	3.1
56	Chloroneb	71.0	4.6
57	Chlorpropham	99.1	3.4
58	Chlorpyrifos	73.7	2.4
59	Chlorpyriphos-methyl	79.1	3.3
60	Chlorthal-dimethyl	75.3	3.6
61	Chlozolinate	103.1	3.1
62	Cinidon-ethyl	82.0	5.0
63	Clomazone	92.2	3.2
64	Cyanazine	103.3	4.6
65	Cyanophos	100.8	3.9
66	Cyfluthrin-1	–	–
67	Cyfluthrin-2	89.9	5.7
68	Cyfluthrin-3	109.4	10.0
69	Cyfluthrin-4	88.6	8.9
70	Cyhalofop-butyl	107.1	4.2
71	Cyhalothrin-1	98.8	4.0
72	Cyhalothrin-2	98.0	3.5
73	Cypermethrin-1	78.2	4.3
74	Cypermethrin-2	96.6	6.0
75	Cypermethrin-3	85.3	5.8

添加回収試験結果②

試料：牛肉ミンチ　　試料中添加濃度：0.01ppm （n = 5）　絶対・直線検量線(PEG共注入標準溶液)

No.	化合物名	平均回収率 (%)	R.S.D. (%)
76	Cypermethrin-4	81.1	7.4
77	Cyproconazole-1	106.2	3.7
78	Cyproconazole-2	108.2	5.4
79	DEF(tribufos)	65.9	3.2
80	Deltamethrin	79.5	4.3
81	Demeton-S-methyl	36.8	7.7
82	Diallate-1	69.8	3.4
83	Diallate-2	73.3	3.1
84	Diazinone	80.5	3.8
85	Dichlofenthion	75.9	3.2
86	Dichlofluanid	N.D.	-
87	Dichlorvos	45.0	7.9
88	Diclocymet-1	97.7	6.7
89	Diclocymet-2	101.4	5.3
90	Diclofop-methyl	81.3	3.5
91	Dicloran	88.1	7.4
92	Dicrotofos	N.D.	-
93	Diethofencarb	110.2	4.2
94	Difenoconazole-1	90.4	7.6
95	Difenoconazole-2	95.1	5.4
96	Diflufenican	92.1	4.1
97	Dimepiperate	69.2	3.2
98	Dimethametryn	88.8	5.0
99	Dimethenamid	93.8	2.5
100	Dimethipin	78.0	5.3
101	Dimethoate	24.2	11.2
102	Dimethylvinphos-z	107.4	4.8
103	Dioxathion	98.3	3.1
104	Diphenamide	105.2	4.1
105	Disulfoton	27.5	11.5
106	Disulfoton sulfone	105.3	5.8
107	Edifenphos	94.9	5.5
108	Endosulfan	53.3	9.0
109	Endosulfan II	70.6	9.8
110	Endosulfan sulfate	89.2	7.1
111	EPN	94.3	3.7
112	Epoxiconazole	101.8	5.8
113	EPTC	70.2	4.6
114	Esprocarb	88.8	3.8
115	Ethalfluralin	76.8	3.7
116	Ethiofencarb	50.5	9.8
117	Ethion	96.5	4.9
118	Ethofumesate	114.4	3.9
119	Ethoprophos	95.3	2.0
120	Etofenprox	63.3	3.7
121	Etoxazole	77.4	3.4
122	Etrimfos	81.0	3.1
123	Fenamidone	100.8	5.6
124	Fenamiphos	97.4	5.7
125	Fenarimol	92.9	4.7
126	Fenbuconazole	99.5	6.2
127	Fenchlorphos	72.7	3.1
128	Fenitrothion	106.3	4.6
129	Fenobucarb	97.2	3.1
130	Fenothiocarb	90.9	4.1
131	Fenoxanil	104.7	5.9
132	Fenpropathrin	85.4	4.1
133	Fenpropemorph	99.4	3.5
134	Fensulfothion	118.3	6.6
135	Fenthion	79.0	3.8
136	Fenvalerate-1	83.0	4.6
137	Fenvalerate-2	87.4	5.0
138	FIPRONIL	111.1	4.4
139	Flamprop-methyl	103.2	3.7
140	Fluacrypyrim	104.7	3.9
141	Flucythrinate-1	106.9	4.8
142	Flucythrinate-2	106.8	5.7
143	Fludioxonil	58.4	18.2
144	Flufenpyl-ethyl	116.4	4.0
145	Flumiclorac-pentyl	96.2	4.8
146	Flumioxazin	105.7	6.8
147	Fluquinaconazole	100.6	5.1
148	Fluridone	69.0	5.6
149	Flusilazole	104.2	4.8
150	Fluthiacet-methyl	93.5	8.6

添加回収試験結果③

試料：牛肉ミンチ　　試料中添加濃度：0.01ppm （n = 5）　絶対・直線検量線(PEG共注入標準溶液)

No.	化合物名	平均回収率 (%)	R.S.D. (%)
151	Flutolanil	108.2	5.2
152	Flutriafol	84.4	5.7
153	Fluvalinate-1	89.8	4.9
154	Fluvalinate-2	91.9	5.2
155	Formothion	117.2	6.2
156	Fosthiazate-1	96.5	7.0
157	Fosthiazate-2	96.7	6.2
158	Halfenprox	60.3	4.7
159	Hexaconazole	94.7	4.7
160	Hexazinone	45.1	8.2
161	Imazamethabenz methy	72.7	7.6
162	Imibenconazole	104.0	5.1
163	Imibenconazole-des-be	29.6	9.8
164	Iprobenfos	97.6	3.9
165	Iprodione	103.1	4.7
166	Isazophos	92.8	2.9
167	Isofenphos	96.9	4.7
168	Isofenphos P=O	123.2	5.2
169	Isoprocarbe	91.4	3.6
170	Isoprothiolane	93.2	5.1
171	Isoxathion	98.0	3.4
172	Isoxathion-ox	103.3	6.7
173	Kresoxim-methyl	96.2	3.4
174	Lenacil	73.4	5.7
175	Malathion	108.8	4.6
176	Mecarbam	96.5	3.9
177	Mefenacet	105.1	5.3
178	Mefenpyr-diethyl	93.2	3.8
179	Mepronil	122.6	5.0
180	Metalaxyl	96.4	3.0
181	Methamidophos	N.D.	-
182	Methidathion	96.9	3.4
183	Methiocarb	101.7	5.0
184	Methoprene-1	N.D.	-
185	Methoprene-2	55.5	3.9
186	Methoxychlor	68.9	6.0
187	Metolachlor	91.7	3.2
188	Metominostrobin-e	107.6	4.9
189	Metominostrobin-z	108.0	6.1
190	Mevinphos	19.1	12.1
191	Monocrotophos	N.D.	-
192	Myclobutanil	101.2	6.5
193	Napropamide	98.1	4.0
194	Nitrothal-isopropyl	79.3	4.5
195	Norflurazon	88.8	5.0
196	Oryzalin	N.D.	-
197	Oxadiazone	82.0	2.0
198	Oxadixyl	59.4	13.6
199	Oxyfluorfene	92.7	3.7
200	p,p'-DDD	77.1	3.9
201	p,p'-DDE	47.9	2.9
202	Paclobutrazol	98.6	3.5
203	Parathion	92.9	4.3
204	Parathion-methyl	117.7	4.2
205	Penconazole	94.5	4.4
206	Pendimethalin	72.9	3.9
207	Permethrin-cis	66.0	3.6
208	Permethrin-trans	74.3	5.3
209	Perthane	69.2	3.4
210	Phenothrin-1	78.2	2.3
211	Phenothrin-2	70.3	3.8
212	Phenthoate	90.4	4.0
213	Phorate	64.9	4.0
214	Phosalone	111.4	7.2
215	Phosmet	112.5	5.8
216	Phosphamidon	74.6	8.2
217	Phthalide	78.4	3.1
218	Picolinafen	91.7	5.2
219	Piperonyl butoxide	77.7	4.0
220	Piperophos	97.6	4.6
221	Pirimicarb	29.1	8.3
222	Pirimiphos methyl	90.4	3.0
223	Pretilachlor	79.4	3.5
224	Procymidone	84.5	4.6
225	Profenofos	84.2	5.7

添加回収試験結果④

試料：牛肉ミンチ　試料中添加濃度：0.01ppm （n = 5）　絶対・直線検量線(PEG共注入標準溶液)

No.	化合物名	平均回収率 (%)	R.S.D. (%)
226	Prohydrojasmon-1	74.8	3.3
227	Prohydrojasmon-2	91.9	13.9
228	Prometryn	90.9	2.7
229	Propachlor	81.9	3.4
230	Propanil	97.4	4.1
231	Propaphos	80.0	6.0
232	Propargite(BPPS)	81.2	2.9
233	Propazine	90.1	4.8
234	Propiconazole-1	96.0	4.5
235	Propiconazole-2	89.1	4.8
236	Propoxur	83.8	6.7
237	Propyzamide	87.7	2.9
238	Prothiophos	60.6	3.9
239	Pyraclofos	84.9	6.7
240	Pyraflufen-ethyl	97.9	5.2
241	Pyrazophos	106.3	5.1
242	Pyributicarb	77.5	4.7
243	Pyridaben	72.5	4.1
244	Pyridafenthion	114.1	6.7
245	Pyrifenox-1	84.8	4.1
246	Pyrifenox-2	83.9	3.7
247	Pyrimethanil	74.8	3.0
248	Pyrimidifen	66.7	3.8
249	Pyriminobac-methyl-1	110.6	4.6
250	Pyriminobac-methyl-2	96.1	3.0
251	Pyriproxyfen	84.4	3.4
252	Pyroquilon	36.4	8.6
253	Quinoclamine	77.5	6.4
254	Quinolphos	82.6	3.3
255	Quinomethionate	37.8	8.6
256	Quinoxyfen	53.5	3.1
257	Quintozen	55.1	7.5
258	Resmethrin-1	71.0	6.2
259	Resmethrin-2	69.2	0.6
260	Silafluofen	50.5	5.6
261	Simazin	77.3	6.6
262	Simetryn	85.3	5.2
263	Spirodiclofen	73.1	5.4
264	Spiroxamine-1	104.2	5.4
265	Spiroxamine-2	97.4	5.3
266	TCMTB	N.D.	-
267	Tebuconazole	96.5	5.3
268	Tebufenpyrad	78.7	4.2
269	Tecnazene	62.2	5.7
270	Tefluthrine	74.3	3.0
271	Terbacil	64.3	7.0
272	Terbufos	72.2	3.2
273	Terbutryn	89.9	4.6
274	Tetrachlorvinphos	98.4	4.9
275	Tetraconazole	109.7	4.9
276	Tetradifon	68.0	4.7
277	Thenylchlor	95.4	3.6
278	Thifluzamide	69.9	10.7
279	Thiobencarb	82.0	3.5
280	Thiometon	38.4	11.5
281	Tolclofos-methyl	82.7	3.2
282	Tolfenpyrad	66.9	1.6
283	Toriadimefon	105.2	5.0
284	Triadimenol-1	99.7	5.5
285	Triadimenol-2	97.6	8.6
286	Triallate	57.9	2.7
287	Triazophos	131.6	5.6
288	Tricyclazole	23.7	7.9
289	Trifloxystrobin	122.0	4.7
290	Trifluralin	72.2	3.7
291	Uniconazole	108.0	4.8
292	Vinclozoline	93.0	2.5
293	XMC	95.7	4.1
294	Zoxamide	93.4	4.1

	LCでも分析可
120以上	
70-120	
50-70	
30-50	
30未満	

添加回収試験による回収率分布

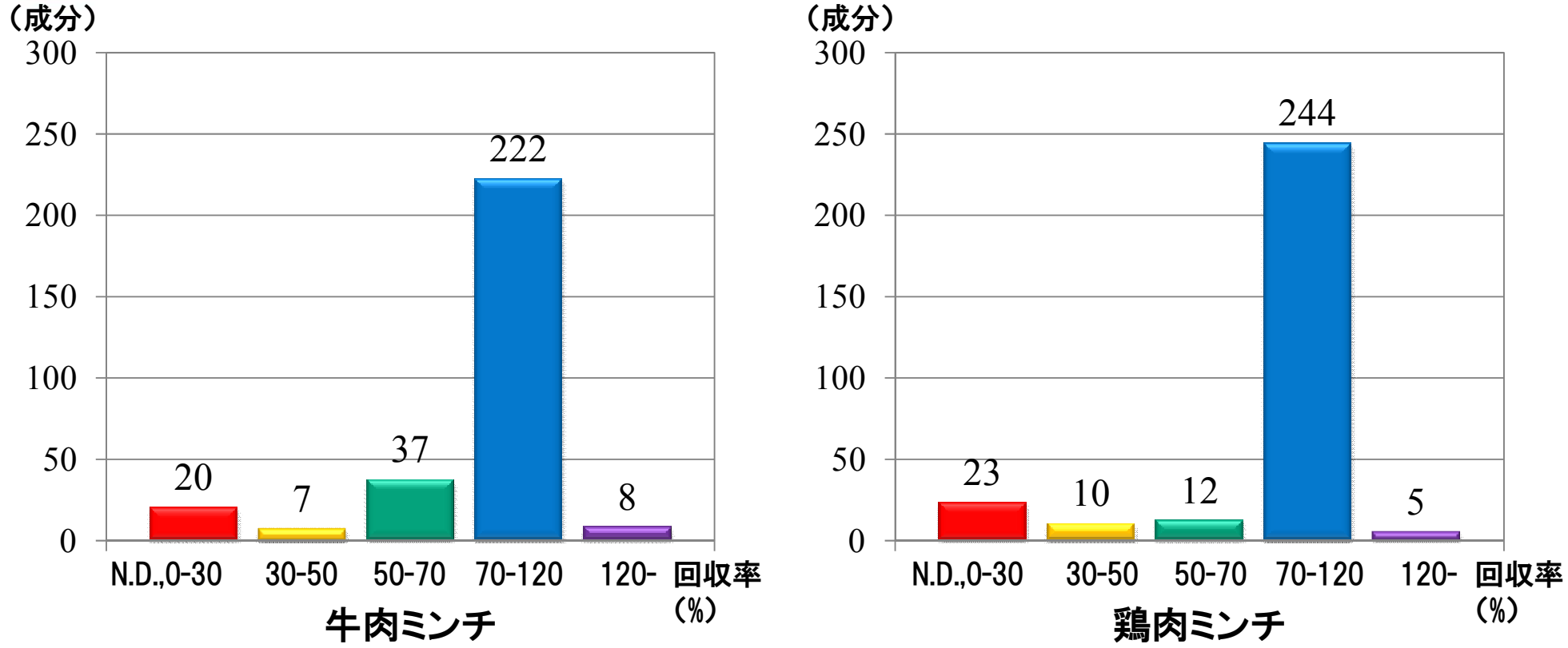


図５． 本法による添加回収試験の回収率分布

試料中添加濃度：0.01ppm　絶対・直線検量線（PEG共注入標準溶液）

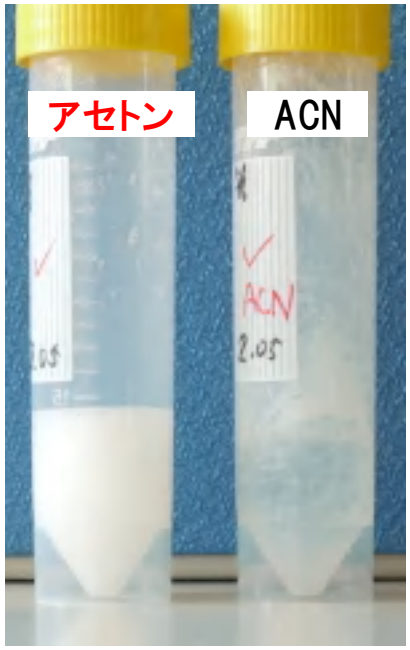
抽出評価実験方法

◎ 抽出評価実験方法

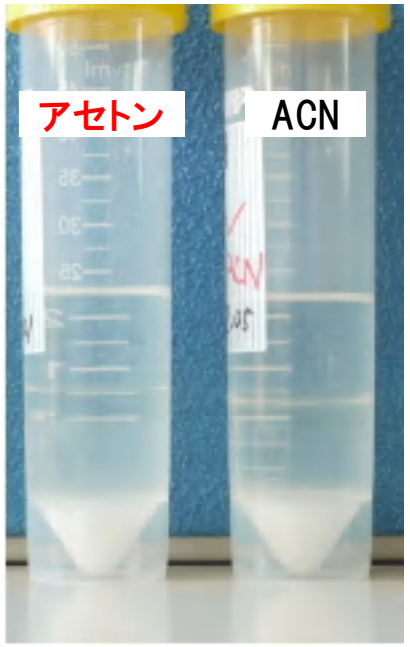
牛脂 2g
- 融解(オーブン:50℃)
  - 添加　農薬:2ppm　50uL
- 再凝固(冷蔵庫)
  - アセトン　10mL
- 振とう　①
  - 水　8mL

↓

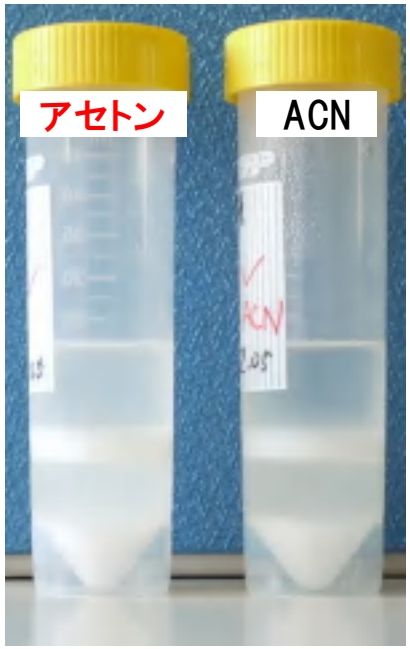
本法



① 振とう後



② 遠心分離後



③ 冷凍後

抽出実験結果①

試料：油脂（牛ラード）2g　　試料中添加濃度：0.1ppm　　絶対・直線検量線（PEG共注入標準溶液）

No.	化合物名	回収率 (%)	No.	化合物名	回収率 (%)	No.	化合物名	回収率 (%)	No.	化合物名	回収率 (%)
1	1-Naphthylacetamide	N.D.	26	Bifenox	102.8	51	Chlorfenapyr	88.9	76	Cypermethrin-4	70.7
2	3-Hydroxycarbofuran	40.4	27	Bifenthrin	53.5	52	Chlorfenson	90.4	77	Cyproconazole-1	99.1
3	4,4'-Dichlorobenzopl	75.3	28	Bitertanol-1	102.8	53	Chlorfenvinphos-1	80.2	78	Cyproconazole-2	100.9
4	Acephate	N.D.	29	Bitertanol-2	86.6	54	Chlorfenvinphos-2	88.4	79	DEF(tribufos)	70.8
5	Acetamipride	N.D.	30	Bromacil	56.4	55	Chlorobenzilate	94.6	80	Deltamethrin	72.9
6	Acetochlor	88.9	31	Bromobutide	88.6	56	Chloroneb	76.8	81	Demeton-S-methyl	3.7
7	Acrinathrin	78.2	32	Bromofos methyl	80.1	57	Chlorpropham	97.8	82	Diallate-1	74.6
8	Alachlor	91.6	33	Bromophos-ethyl	68.3	58	Chlorpyrifos	81.4	83	Diallate-2	77.6
9	Allethrin-1,2	N.D.	34	Bromopropylate	92.3	59	Chlorpyriphos-methy	84.5	84	Diazinone	77.1
10	Allethrin-3,4	66.4	35	Buprimate	91.5	60	Chlorthal-dimethyl	77.9	85	Dichlofenthion	77.8
11	Ametryn	80.0	36	Buprofezin	87.4	61	Chlozolinate	98.1	86	Dichlofluanid	N.D.
12	Anilofos	114.9	37	Butachlor	73.5	62	Cinidon-ethyl	87.4	87	Dichlorvos	38.9
13	Aramite-3	86.3	38	Butamifos	89.9	63	Clomazone	90.7	88	Diclocymet-1	98.3
14	Aramite-4	94.5	39	Butylate	62.0	64	Cyanazine	81.0	89	Diclocymet-2	100.0
15	Atrazine	76.7	40	Cadusafos	80.9	65	Cyanophos	98.6	90	Diclofop-methyl	87.0
16	Azaconazole	95.4	41	Cafenstrole	144.2	66	Cyfluthrin-1	82.7	91	Dicloran	80.5
17	Azinphos-Methyl	115.6	42	Captafol	N.D.	67	Cyfluthrin-2	82.8	92	Dicrotofos	N.D.
18	Benalaxyl	97.7	43	Captan	N.D.	68	Cyfluthrin-3	77.4	93	Diethofencarb	105.2
19	Bendiocarb	84.8	44	Carbaril	100.9	69	Cyfluthrin-4	86.0	94	Difenoconazole-1	84.6
20	Benfluranlin	75.0	45	Carbofuran	73.1	70	Cyhalofop-butyl	108.9	95	Difenoconazole-2	86.0
21	Benfuresate	100.1	46	Carboxin	18.1	71	Cyhalothrin-1	93.0	96	Diflufenican	-
22	Benoxacor	93.5	47	Carfentrazone ethyl	106.2	72	Cyhalothrin-2	92.9	97	Dimepiperate	73.2
23	BHC-alpha	80.0	48	Chlorbenside	52.8	73	Cypermethrin-1	63.1	98	Dimethametryn	70.2
24	BHC-beta-gamma	75.4	49	Chlorbufam	79.4	74	Cypermethrin-2	75.6	99	Dimethenamid	89.8
25	BHC-delta	78.5	50	Chlorethoxyphos	80.7	75	Cypermethrin-3	71.8	100	Dimethipin	88.3

抽出実験結果②

試料：油脂（牛ラード）2g　　試料中添加濃度：0.1ppm　　絶対・直線検量線（PEG共注入標準溶液）

No.	化合物名	回収率 (%)	No.	化合物名	回収率 (%)	No.	化合物名	回収率 (%)	No.	化合物名	回収率 (%)
101	Dimethoate	20.7	126	Fenbuconazole	97.8	151	Flutolanil	106.2	176	Mecarbam	94.4
102	Dimethylvinphos-z	103.8	127	Fenchlorphos	75.7	152	Flutriafol	89.4	177	Mefenacet	109.1
103	Dioxathion	88.8	128	Fenitrothion	104.5	153	Fluvalinate-1	69.5	178	Mefenpyr-diethyl	98.3
104	Diphenamide	100.3	129	Fenobucarb	95.3	154	Fluvalinate-2	69.3	179	Mepronil	118.1
105	Disulfoton	2.8	130	Fenothiocarb	92.7	155	Formothion	63.6	180	Metalaxyl	81.2
106	Disulfoton sulfone	100.1	131	Fenoxanil	107.8	156	Fosthiazate-1	92.6	181	Methamidophos	N.D.
107	Edifenphos	99.0	132	Fenpropathrin	83.4	157	Fosthiazate-2	88.8	182	Methidathion	98.4
108	Endosulfan	59.7	133	Fenpropemorph	95.4	158	Halfenprox	44.9	183	Methiocarb	100.8
109	Endosulfan II	72.1	134	Fensulfothion	121.4	159	Hexaconazole	95.4	184	Methoprene-1	N.D.
110	Endosulfan sulfate	89.2	135	Fenthion	54.8	160	Hexazinone	41.5	185	Methoprene-2	52.7
111	EPN	95.5	136	Fenvalerate-1	73.2	161	Imazamethabenz me	57.5	186	Methoxychlor	66.5
112	Epoxiconazole	102.7	137	Fenvalerate-2	75.7	162	Imibenconazole	92.3	187	Metolachlor	94.5
113	EPTC	78.7	138	FIPRONIL	102.8	163	Imibenconazole-des	40.0	188	Metominostrobin-e	102.7
114	Esprocarb	76.4	139	Flamprop-methyl	106.3	164	Iprobenfos	92.6	189	Metominostrobin-z	102.5
115	Ethalfluralin	74.5	140	Fluacrypyrim	100.4	165	Iprodione	100.6	190	Mevinphos	18.4
116	Ethiofencarb	2.4	141	Flucythrinate-1	96.5	166	Isazophos	87.4	191	Monocrotophos	N.D.
117	Ethion	99.4	142	Flucythrinate-2	97.7	167	Isofenphos	86.2	192	Myclobutanil	101.8
118	Ethofumesate	107.1	143	Fludioxonil	69.9	168	Isofenphos P=O	116.7	193	Napropamide	103.8
119	Ethoprophos	85.8	144	Flufenpyl-ethyl	109.8	169	Isoprocarbe	81.6	194	Nitrothal-isopropyl	79.6
120	Etofenprox	63.9	145	Flumiclorac-pentyl	96.7	170	Isoprothiolane	107.7	195	Norflurazon	87.2
121	Etoxazole	81.3	146	Flumioxazin	107.5	171	Isoxathion	87.9	196	Oryzalin	N.D.
122	Etrimfos	85.0	147	Fluquinaconazole	107.1	172	Isoxathion-ox	103.2	197	Oxadiazone	88.5
123	Fenamidone	106.6	148	Fluridone	76.0	173	Kresoxim-methyl	93.4	198	Oxadixyl	49.8
124	Fenamiphos	72.7	149	Flusilazole	94.0	174	Lenacil	75.3	199	Oxyfluorfene	91.5
125	Fenarimol	95.5	150	Fluthiacet-methyl	98.1	175	Malathion	111.8	200	p,p'-DDD	84.5

抽出実験結果③

試料：油脂（牛ラード）2g　　試料中添加濃度：0.1ppm　　絶対・直線検量線（PEG共注入標準溶液）

No.	化合物名	回収率 (%)	No.	化合物名	回収率 (%)	No.	化合物名	回収率 (%)	No.	化合物名	回収率 (%)
201	p,p'-DDE	49.9	226	Prohydrojasmon-1	78.2	251	Pyriproxyfen	90.7	276	Tetradifon	77.7
202	Paclobutrazol	90.7	227	Prohydrojasmon-2	81.9	252	Pyroquilon	34.5	277	Thenylchlor	100.5
203	Parathion	90.9	228	Prometryn	76.9	253	Quinoclamine	72.6	278	Thifluzamide	71.7
204	Parathion-methyl	108.3	229	Propachlor	79.1	254	Quinolphos	84.5	279	Thiobencarb	80.4
205	Penconazole	87.2	230	Propanil	96.0	255	Quinomethionate	53.8	280	Thiometon	8.8
206	Pendimethalin	76.8	231	Propaphos	50.6	256	Quinoxyfen	59.8	281	Tolclofos-methyl	82.3
207	Permethrin-cis	61.2	232	Propargite(BPPS)	91.2	257	Quintozen	59.7	282	Tolfenpyrad	80.9
208	Permethrin-trans	71.2	233	Propazine	70.0	258	Resmethrin-1	73.6	283	Toriadimefon	99.6
209	Perthane	75.5	234	Propiconazole-1	93.2	259	Resmethrin-2	80.0	284	Triadimenol-1	91.9
210	Phenothrin-1	72.4	235	Propiconazole-2	90.2	260	Silafluofen	35.3	285	Triadimenol-2	88.0
211	Phenothrin-2	69.7	236	Propoxur	66.3	261	Simazin	64.8	286	Triallate	64.1
212	Phenthoate	86.8	237	Propyzamide	89.7	262	Simetryn	76.7	287	Triazophos	119.9
213	Phorate	38.9	238	Prothiophos	68.2	263	Spirodiclofen	76.9	288	Tricyclazole	22.8
214	Phosalone	111.1	239	Pyraclofos	79.8	264	Spiroxamine-1	100.2	289	Trifloxystrobin	109.9
215	Phosmet	112.4	240	Pyraflufen-ethyl	92.5	265	Spiroxamine-2	93.6	290	Trifluralin	76.2
216	Phosphamidon	60.9	241	Pyrazophos	101.8	266	TCMTB	-	291	Uniconazole	102.9
217	Phthalide	86.9	242	Pyributicarb	77.2	267	Tebuconazole	96.7	292	Vinclozoline	90.7
218	Picolinafen	96.2	243	Pyridaben	77.4	268	Tebufenpyrad	81.0	293	XMC	84.3
219	Piperonyl butoxide	79.7	244	Pyridafenthion	113.5	269	Tecnazene	65.0	294	Zoxamide	90.3
220	Piperophos	100.5	245	Pyrifenox-1	86.7	270	Tefluthrine	68.4			
221	Pirimicarb	30.3	246	Pyrifenox-2	86.4	271	Terbacil	55.3		LCでも分析可	120以上
222	Pirimiphos methyl	93.3	247	Pyrimethanil	76.3	272	Terbufos	42.4			70-120
223	Pretilachlor	81.3	248	Pyrimidifen	64.8	273	Terbutryn	77.6			50-70
224	Procymidone	88.0	249	Pyriminobac-methyl-	110.9	274	Tetrachlorvinphos	95.5			30-50
225	Profenofos	90.4	250	Pyriminobac-methyl-	99.9	275	Tetraconazole	98.3			30未満

まとめ

GC/MSを用いた畜産物(牛肉・鶏肉)中の残留農薬分析の迅速一斉分析を目的とし、アセトン溶媒による抽出を行い、GC大量注入を用いることで試料量の少量化による前処理の迅速化を図った。

- 牛肉中にはパルミチン酸やオレイン酸など脂肪酸が大量(約10～40%)に含まれており、この脂肪酸を取り除くことが最大の課題であった。
- 遠心分離によりアセトン層の下に脂肪酸層が分離され、この工程で大部分の脂肪酸を取り除くことができた。
- アセトン層に溶け込んでいる脂肪酸は固相カートリッジPSAと溶出液ｱｾﾄﾝ-ﾍｷｻﾝ(15/85) の組み合わせによりそれらの脂肪酸を除去できた。
- 一部の農薬を除いて良好な回収率と再現性を得ることができた。
- 遠心分離後の精製操作は、試料量が少量であり、エバポレーターなどの濃縮工程が無いため、迅速な前処理を達成できた。