

畜産物中残留農薬の迅速一斉分析法の検討 - LC/MS/MS 編 -

○谷澤春奈, 佐々野僚一 株式会社アイステイサイエンス

【目的】LC/MS/MSを用いて畜産物中の残留農薬の迅速一斉分析法の検討を行った。脂肪を溶解できるアセトンで抽出後、固相ミニカラムによる精製を行い、高～低極性農薬までを対象とした迅速一斉分析法を検討したので報告する。

【方法】1.試料：牛肉ミンチ，2.対象農薬：アセフェートなど高極性農薬約60成分（林純薬社製），農薬混合標準溶液53,54,58,45,55（関東化学社製）の約140成分，添加濃度：試料中濃度0.02ppm，3.固相カートリッジ：Smart-SPE SAX-30,PSA-30,C18-50（アイステイサイエンス社製）

試料 10g + 水 2mL
|
アセトン 10mL
ホモジナイズ
|
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
|
無水硫酸マグネシウム 4g
|
攪拌（手で振とう, 1分）
|
遠心分離（5分, 3000rpm）
|
冷凍（30分）
|
アセトン層
|
分取 0.5mL（試料0.5g相当）
|
アセトニトリル-トルエン（3/1） 0.5mL
①固相 SAX-30mg+PSA-30mg（精製）
|
洗液 アセトニトリル-トルエン（3/1） 0.5mL
濃縮・乾固
|
メタノール 0.8mL + 水 0.2mL
②固相 C18-50mg（精製）
|
洗液 メタノール-水（4/1） 0.9mL
溶出液
|
メタノール-水（4/1）で2mLに定容
LC/MS/MS

Scheme 1. 試験溶液の調製法

5. 測定条件

装置	MS:API3200 (AB SCIEX) LC:Prominence (SHIMADZU)
カラム	L-column2 (粒径3 μ m, ϕ 2.1 \times 150mm) (化評研)
移動相	A液 0.5mM酢酸アンモニウム水溶液 B液 0.5mM酢酸アンモニウム含有メタノール
分析時間	メソッド①30分(Pos+), メソッド②20分(Neg-)
流速	0.2mL/min, 注入量 5 μ L
イオン化モード	ESI(+)(-)
測定モード	MRM

【結果と考察】脂肪を溶解でき、かつアセフェートなどの高極性農薬も分析するため、抽出にはアセトンを用いた。アセトンにより抽出される牛肉中の多量の脂質（脂肪酸など）を除去するため、以下の検討を行った。

1.液液分配による脱脂効果

遠心分離後にアセトン層（上層）と試料層（中間層）の間に脂質の層ができ、30分冷凍することで脂質を固化させ大部分を除去することができた。

2.固相ミニカラムによる脱脂・精製

①脂質中の大半を占める脂肪酸を除去するためPSA、SAX+PSA、GCS（グラファイトカーボン）+PSAを用いSCANクロマトグラムを確認したところ、SAX+PSAが最も脂肪酸の除去効果が高かった。使用溶媒としてアセトン-ヘキサン混液を試みたが、アセトン抽出液中に微量に含まれる水が分離したため、微量の水と混和するアセトニトリル-トルエン（3/1）を用いた。

②脂質や低極性成分の除去として、さらにC18をメタノール-水（4/1）で用い精製を行った。

3.添加回収試験

アセフェートなどの高極性農薬も70%以上の良好な回収率が得られ、SAX+PSAにより脂肪酸の除去効果が上がり、夾雑成分によるイオン化阻害も低減することができた。