畜水産物中の残留農薬の迅速一斉分析法の検討 - LC/MS/MS 編 -

〇小西賢治 1), 栢木春奈 1), 佐々野僚一 1), 石井里枝 2) 1)株式会社アイスティサイエンス, 2)埼玉県衛生研究所

【目的】畜水産物は夾雑成分に脂肪酸を多量に含んでおり、いかに精製効果を上げるかが前処理における課題となってくる。本研究では精製効果向上を目的として、抽出には前回1つ同様、アセトンを用い、固相にPSAを選択し、溶出溶媒としてアセトンーへキサン混合溶媒を使用した。また、抽出液中に微量に含まれる水分を珪藻土に保持させ、メタノールー水で溶出させて添加回収試験を行なったので報告する。

【方法】1.試料:牛肉ミンチ,うなぎ蒲焼他,2.対象農薬:アセフェートなどの高極性 農薬約60成分(林純薬社製),農薬混合標準液

試料 10g + 水 2mL (うなぎ蒲焼:水 4mL) アセトン 10mL ホモジナイズ __ 食塩 1g - クエン酸3Na2水和物 1g - クェン酸水素2Na1.5水和物 0.5g __ 無水硫酸マグネシウム 4g 撹拌(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) ーヘキサン 3mL _____ 珪藻土 0.2g(脱水) 固相 PSA-30mg(精製) — -- 吸引乾燥2分 - 洗液 アセトン/ヘキサン 珪藻土とPSAから溶出 (15/85) 1mL 濃縮·乾固 固相C18-30mgを下に連結 メタノール 0.8mL メタノール - 水(1/1) 水 0.2mL 2mL 固相 C18-30mg(精製) 溶出液 洗液 メタノール-水 - メタノール-水(1/1)で (4/1) 0.9mL 2mLに定容 溶出液 LC/MS/MS - 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

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0.01ppm, 3.固相カートリッジ: Smart-SPE PSA-30,C18-30(アイスティサイエンス社製)

4.測定条件

装置 MS: API3200 (AB SCIEX)
LC:Prominence (SHIMADZU)

カラム L-column2(粒径3µm, φ2.1×150mm)(化評研)

移動相 A液 0.5 mM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 5µL

イオン化モード ESI(+)(-) 測定モード MRM

【結果と考察】

1. 溶媒による精製効果

PSAをアセトン-ヘキサン混合溶媒で用いることにより、SCANクロマトグラム上で脂肪酸除去効果の向上が確認できた。また、濃縮時間も短く、操作性が向上した。

2. 珪藻土による保持

珪藻土は水分を保持する性質を持っている。 そこでアセトン抽出液中に微量に含まれる水 分を保持させた。水分とともに高極性農薬も 保持されたが、メタノール-水で溶出可能で あった。

3. 添加回収試験

今回検討した農薬のうち、約75%が70-120%の範囲内で良好な回収率が得られた。また前回、結果が芳しくなかった酸性農薬についても良好な回収率が得られた。

【参考文献】1) 谷澤ら,日本食品衛生学会第101 回学術講演会要旨集