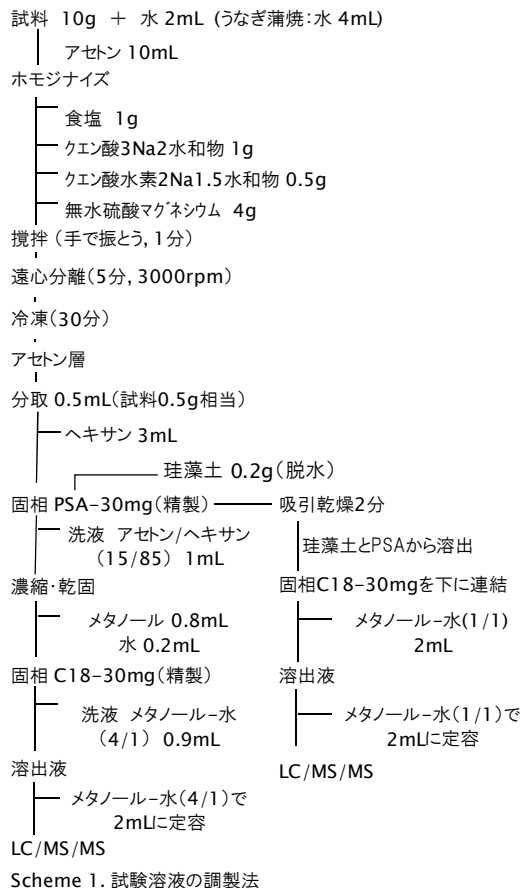


# 畜水産物中の残留農薬の迅速一斉分析法の検討 - LC/MS/MS 編 -

○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<sup>1)</sup>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-ヘ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-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



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)<br>LC:Prominence (SHIMADZU) |
| カラム     | L-column2 (粒径3μm, φ2.1×150mm) (化評研)               |
| 移動相     | A液 0.5mM酢酸アンモニウム水溶液<br>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