

# LC/MS/MS を用いた作物中残留農薬の迅速一斉分析法の検討

株式会社アイスティサイエンス

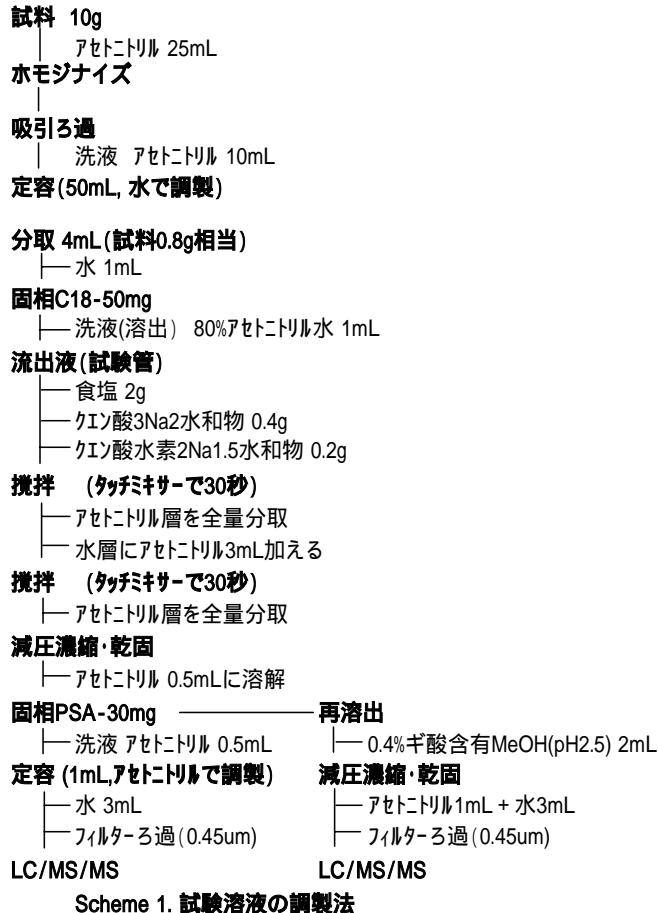
谷澤春奈 佐々野僚一

【目的】ポジティブリスト制の導入から早や一年が経ち、基準値設定農薬数の大幅な増加から、食品中の残留農薬分析においては、GC/MS と LC/MS/MS を用いた多成分一斉分析がほぼ定着し、中でもより効率的な迅速一斉分析が求められている。今回、LC/MS/MS を用いて前処理法を中心に通知法 LC 法 法(一斉分析法)に挙げた農薬(新たに追加された農薬は除く)と一部の高極性農薬を対象として、より効率的な方法を検討し、良好な結果が得られたので報告する。

【方法】1. 対象農薬:ポジティブリスト制度 LC/MS 対象 37 種(農薬混合標準液 44)、19 種(農薬混合標準液 45)、GC/MS 対象 50 種(農薬混合標準液 22)の内 4 種(アセフェート, メタドホス, カルバリル, フェノカルブ)(関東化学社製)、固相カートリッジ: SAIKA-SPE(アイスティサイエンス社製)

2. 試料: ほうれん草、他

3. 試料調製



## 4. 測定条件

装置	MS: API3200 Q TRAP (Applied Biosystems) LC: Prominence HT (SHIMADZU)
カラム	L-column (粒径5 $\mu$ m, $\phi$ 2.1 $\times$ 150mm)
移動相	A液 5mM酢酸アンモニウム水溶液 B液 5mM酢酸アンモニウム含有メタノール
分析時間	メソッド 30分(Pos+), メソッド 30分(Neg-)
流速	0.2mL/min
注入量	10 $\mu$ L
イオン化モード	ESI(+)(-)
測定モード	MRM(Multiple Reaction Monitoring)

## 【結果と考察】

1. 前処理法の効率化: 高~低極性農薬や中性、酸性、塩基性農薬など多岐にわたる分析対象農薬を1つの方法でより効率良く分析するため、精製も含めて下記の検討を行った。

緩衝液としてリン酸緩衝液(pH7)とクエン酸緩衝液(pH5~5.5)を比較した結果、リン酸緩衝液では酸性農薬が解離し水層へ移行するためアセトニトリル層での回収率が低下した。一方クエン酸緩衝液はややpHが酸性寄りになるため酸性農薬の水層への移行を抑制でき、他の農薬と共にアセトニトリル層への回収が可能となった。

精製として、まずC18ミカラムを用い低極性の植物成分やクロロフィル、高級脂肪酸エステル類を除去し、次に液液分配により極性の高い植物成分や糖類、水を除去した。最後にアニオン交換/極性カラムであるPSAを用いて高級脂肪酸や色素を除去した。またC18へ負荷する際、試料を水で希釈し溶媒濃度を下げ、一度カラムに保持させた後、少量の80%アセトニトリル水で溶出することで、効率良く低極性の夾雑成分を除去できた。

2. 添加回収試験: ほうれん草を用いて試料中濃度0.1ppmでの添加回収試験(n=5)を行った結果、60成分中54成分は70~120%以内の良好な回収率が得られ、RSDもほぼ10%未満に抑えることができた。また高極性農薬であるアセフェート、メタドホスも60%以上の回収率が得られた。今回の前処理法は、高~低極性や中性、酸性、塩基性農薬など幅広い農薬を一度に効率良く分析することができ、機器測定におけるマトリックス効果も低減できた。今後さらに農薬を追加し、複雑なマトリックスを用いて実践的な検討を行う予定である。