

## 作物中残留農薬の迅速一斉分析法 –GC/MS 編–

株式会社アイスティサイエンス

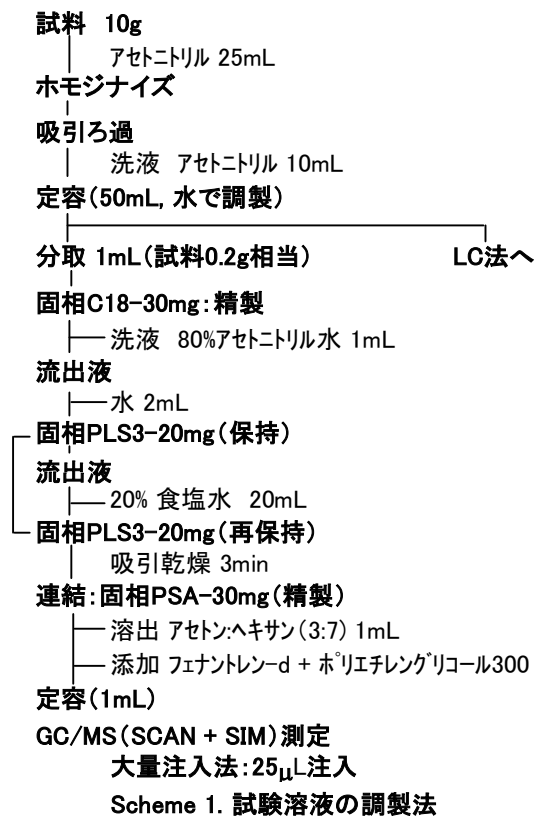
○佐々野僚一、谷澤春奈

【目的】ポジティブリスト制の導入により、残留農薬分析においてはより効率的で高精度・高感度な一斉分析が求められるようになってきている。これまで、演者らは前処理の迅速化を目的として GC 大量注入法による試料量の少量化と固相抽出法による再濃縮を組み合わせた作物中残留農薬迅速一斉分析法を報告してきた。今回、農薬数 255 種における一律基準 0.01ppm での添加回収試験を行い、良好な結果を得られたので報告する。同時に、低濃度における異常回収率の低減手段の評価や一斉分析の One-Injection 化についても報告する。

【方法】1. 対象農薬:ポジティブリスト制度 GC/MS 対象 50 種(農薬混合標準液 22)、85 種(農薬混合標準液 31)、GC/MS 対象 46 種(農薬混合標準液 34)、GC/MS 対象 61 種(農薬混合標準液 48)、GC/MS 対象 13 種(農薬混合標準液 1111)(関東化学)、合計 255 種。固相カートリッジ:SAIKA-SPE(アイスティサイエンス)

2. 試料:ほうれん草、他

3. 試料調製



Scheme 1. 試験溶液の調製法

【参考文献】1)奥村為男, 環境化学 Vol.5, No.3, p.575-583(1995)

### 4. 測定条件

GC注入口 LVI-S200(アイスティサイエンス)、胃袋型インサート  
注入口温度 70°C(0.25min)-120°C/min-240°C(1min)  
-50°C/min-270°C(30min)

GC/MS Q100GC(日本電子)

プレカラム 0.25mm i.d.×0.5m

分離カラム ENV-5ms 0.25mm i.d.×30m, df 0.25μm

ポストカラム 0.25mm i.d.×0.5m

カラム温度 60°C(4min)-20°C/min-160°C-5°C/min-220°C-  
3°C/min-235°C-7°C/min-310°C(8min)

キャリアーガス コンスタントフロー:1ml/min

スプリット流量 150ml/min(0.25min)-0ml/min(4min)-30ml/min  
注入量 25μl

### 【結果と考察】

1.異常回収率の低減;低濃度における異常(120%以上)回収率を防ぐために、本法ではスタンダードおよび検液へのPEG 共注入<sup>1)</sup>を採用しており、今回その効果を評価した。PEG 共注入を行わない場合、低濃度ほど、異常回収率が顕著に見られたが、PEG 共注入をすることでほとんどの農薬において異常回収率を防ぐことができ、感度が向上し、またピーク形状もよくなった。

2. One-Injection による一斉分析;今回、農薬 XX 成分を One-Injection でしかも試料中濃度 0.01ppm(一律基準)での測定を達成するために SCAN 法と SIM 法を組み合わせさせた。農薬が重なりやすい後半半ばまでは SCAN 法による測定を行い、ピレスロイド系などの異性体が多い後半半ば以降は SIM 法による測定を行った。SCAN 法による測定を行った部分は解析する上でも定量イオンの変更が自由にでき、さらにスペクトルによる定性も可能であった。一部の農薬を除き試料中濃度 0.01ppm における測定が可能であった。

3.添加回収試験:ほうれん草を用いて試料中濃度 0.01ppm での添加回収試験(n=5)を行った結果、農薬 255 種中 222 種は 70~120%以内の良好な回収率が得られ、RSD もほぼ 10%未満であった。しかしながら LogPow が 1 以下の高極性農薬であるアセフェト、マトホス、モクワホスなどは回収されなかった(30%以下)。これは前処理の再保持工程で極性が高すぎるために固相に保持されていないことが予想される。そのため、これらの農薬は LC 法での分析法で行うこととした。

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。