

**加工食品中残留農薬の STQ 法による分析適合性の検討**  
**○島三記絵、小西賢治、川上正美、松尾俊介、佐々野僚一、斎藤勲**  
**(株式会社アイスティサイエンス)**

**【目的】**

筆者らは残留農薬一斉分析法である STQ 法を提案し、回収率・再現性の検討を行ってきたが、その多くは野菜、果実、穀類、豆類等であり、加工食品での分析事例は少ない。STQ 法は基本となる方法から試料に応じて抽出方法、使用する固相や溶出溶媒を変更して回収率と精製効果の向上が特長の一つとなっている。そこで今回マトリクスの異なる加工食品について STQ 法によりそれぞれの試料に適した前処理を行い、加工食品に対するその分析適合性を検討した。

**【方法】**

1. 試料

サンドイッチ(ミックスサンド)、冷凍餃子、青汁(大麦若葉粉末)、赤ワイン(いずれも市販品)

2. 試薬

標準溶液 : PL2005 農薬 GC/MS Mix I ~ VI, 7(林純薬工業株式会社)

固相カートリッジ : Smart-SPE C18-50 mg、C18-30 mg、PSA-30 mg  
(アイスティサイエンス)

3. 装置

全自動固相抽出装置 ST-L400(アイスティサイエンス)

大容量凍結粉碎機(アイスティサイエンス)

大量注入口装置 LVI-S250(アイスティサイエンス)

GCMS-TQ8040(島津製作所)

4. 実験方法

STQ 法(GC-B 法)により前処理を行った試料を GC-MS/MS で測定した。

4-1. 前処理

(1)サンドイッチ(水分含量 : 約 60 %)

予冷式ドライアイス凍結粉碎法にて均一に粉碎した試料を 10 g 秤量し、水 4 mL を添加したのち図 1-1 のフローに従って前処理を行った。精製は全自動固相抽出装置 ST-L400 にて C18-50 mg(2 個)、PSA-30 mg を用いて行った。

(2)冷凍餃子(水分含量 : 59.3 % 出典 : 日本食品標準成分表 2015 年版七訂)

予冷式ドライアイス凍結粉碎法にて均一に粉碎した試料を 5 g 秤量し、水 7 mL を添

加したのち図 1-2 のフローに従って前処理を行った。精製は全自動固相抽出装置 ST-L400 にて C18-50 mg(2 個)、PSA-30 mg を用いて行った。C18-50 mg+PSA-30 mg から  
の溶出にはアセトン-ヘキサン(10/90)を用いた。

### (3)青汁(水分含量：0 %と仮定)

乾燥粉末品である試料を 2 g 秤量し、水 10 mL を添加したのち図 1-3 のフローに従  
って前処理を行った。精製は全自動固相抽出装置 ST-L400 にて C18-50 mg(2 個)、PSA-  
30 mg を用いて行った。

### (4)赤ワイン(水分含量：88.7 % 出典：日本食品標準成分表 2015 年版七訂)

試料を 10 g 秤量し、図 1-4 のフローに従って前処理を行った。繰り返し抽出定容法  
にて抽出・定容を行い、精製は全自動固相抽出装置 ST-L400 にて C18-30 mg、C18-50  
mg 及び PSA-30 mg を用いて行った。

## 4-2. 添加回収試験

各試料とも一律基準値濃度(0.01 ppm)になるよう標準溶液を添加した。

添加回収試験は分析者 3 名が 1 日 2 回、2 日間分析し、合計 12 回の分析値から真度  
(回収率)と併行精度(RSD%)及び室内精度(RSD%)を算出した。

## 4-3. 測定条件

注入口温度	70 °C(0.16min)-120 °C/min-240 °C-50 °C/min-290 °C(26min)
注入法	大量注入法
注入量	25 µL
ガス制御	カラム流量, 1.2 mL/min
プレカラム	不活性シリカキャピラリーチューブ 0.5m×0.250 mm I.D. , 0.350 mm O.D. (ジーエルサイエンス)
カラム	VF-5ms, 30 m ×0.25 mm I.D., 0.25 µm(アジレント・テクノロジー)
オープン温度	60 °C(4min)-25 °C/min-125 °C(0min) -10 °C/min-310 °C(8min)
インターフェース温度	290 °C
MS 条件	MRM

## 【結果と考察】

添加回収試験結果は「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラ  
イン」<sup>1)</sup>を参考に評価した。真度(回収率)分布を図 2 に、真度(回収率)と併行精度(RSD%)  
及び室内精度(RSD%)を表 1 に示す。添加濃度が 0.01 ppm の場合目標値は真度(回収  
率)70~120 %、併行精度(RSD%)25 %未満、室内精度(RSD%)30 %未満であり、これ  
を満たす成分について STQ 法での適合性があると評価した。なお真度(回収率)の算出に  
ついてはフェナントレン-d 体による回収率補正は行っていない。その結果対象とした  
325 成分のうち各試料とも 9 割以上の成分で上記条件を満たす良好な結果が得られた。

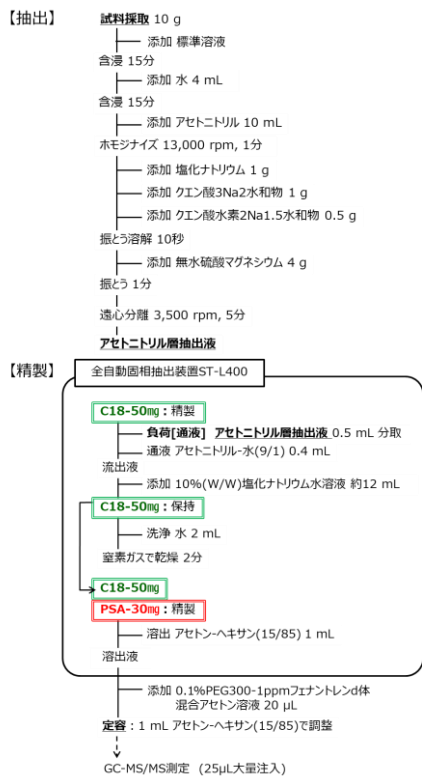


図 1-1 前処理フロー サンドイッチ

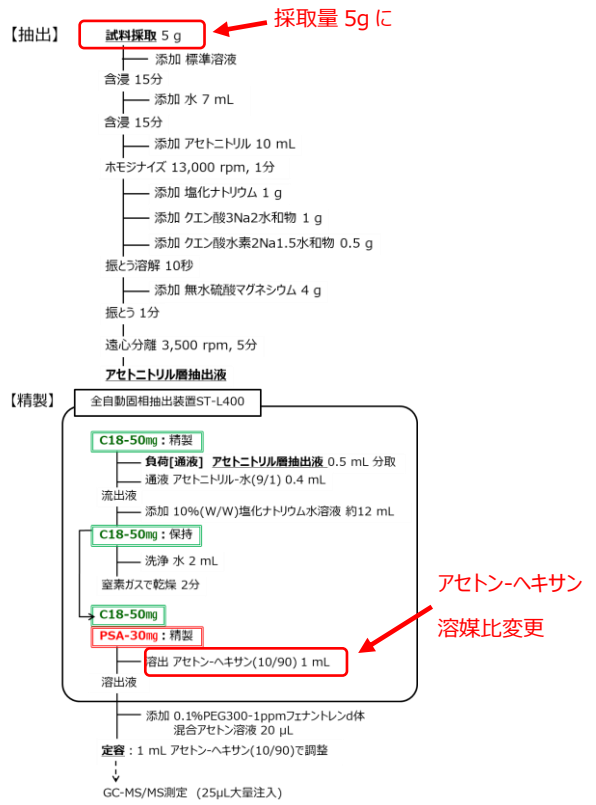


図 1-2 前処理フロー 冷凍餃子

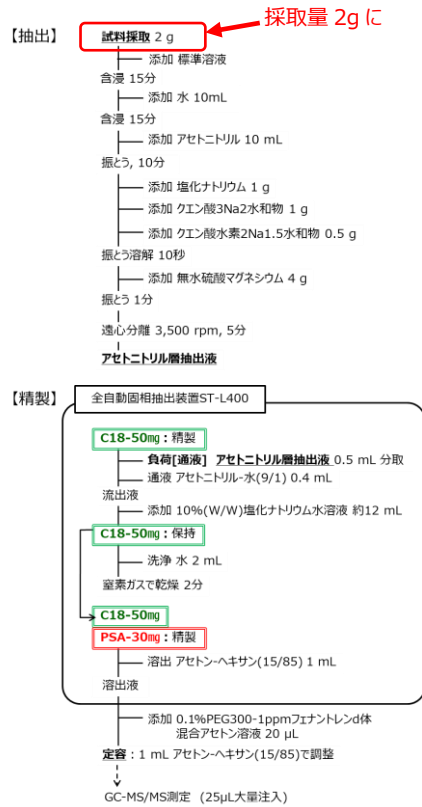


図 1-3 前処理フロー 青汁

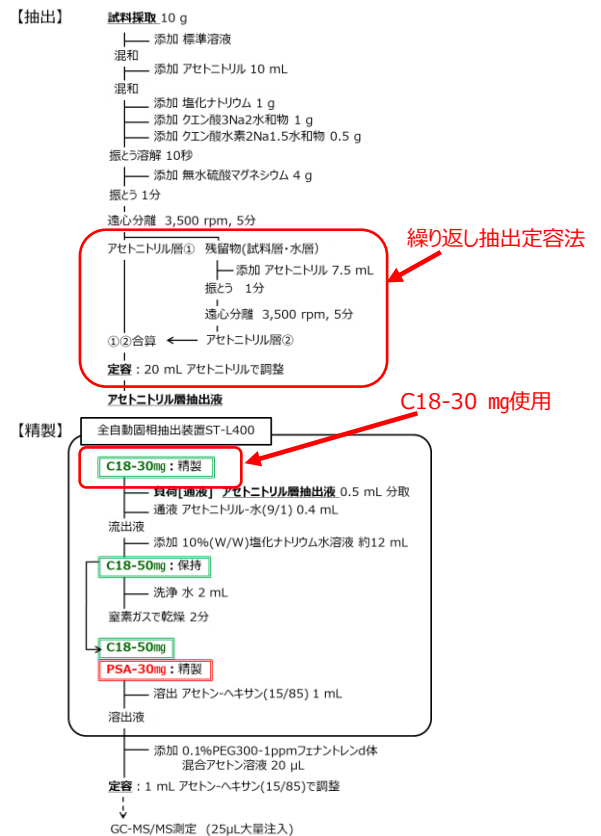


図 1-4 前処理フロー 赤ワイン

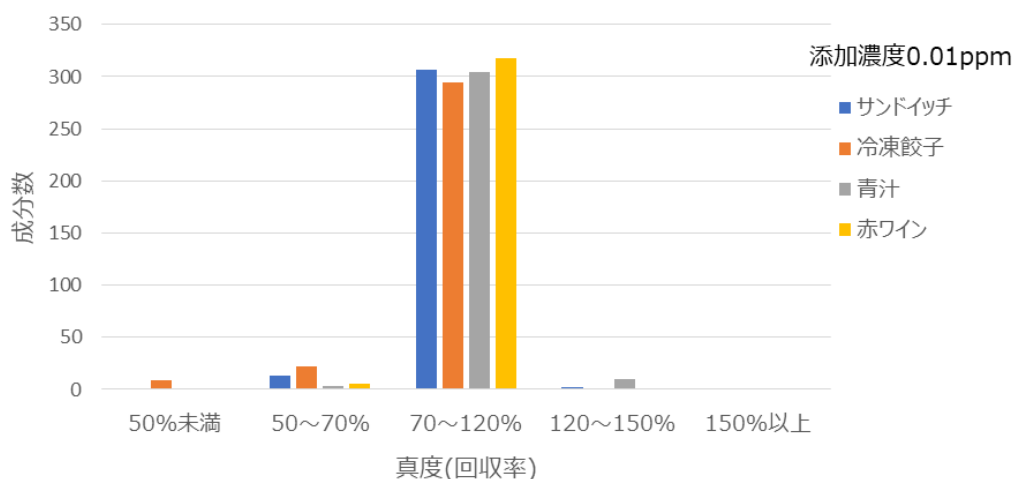


図2 各試料の真度(回収率)分布

全ての試料においてアリドクロール、クリミジン、フルジオキソニルは回収率が70%未満であった。アリドクロール、クリミジンは比較的極性が高いためGC-B法におけるC18-50 mgでの保持が弱かったと推測され、LC-MS/MS対象とした方が適していると考えられる。

#### (1) サンドイッチ

パン、トマト、タマゴ、ポテトサラダ、ハム、キュウリ、チーズ等が含まれており均一性を確保するため凍結粉碎した試料を用いた(図3)。プロシミドンが未知試料由来ピークにより評価ができなかったが307成分で目標値を満たす良好な結果が得られた。



サンドイッチ



冷凍餃子

図3. 凍結粉碎した試料

#### (2) 冷凍餃子

野菜、食肉、小麦粉、豚脂等が含まれており均一性を確保するため凍結粉碎した試料を用いた(図3)。凍結粉碎試料ではその均一性により秤量誤差を低減できる。冷凍餃子では試料由来のマトリクスの影響を減らす目的で試料採取量を5gとした。

精製ではC18-50 mg+PSA-30 mgからの溶出にアセトン-ヘキサン(15/85)を用いたところファモキサドン、ジメトモルフ、イミベンコナゾール、フルチアセトメチルと保持時間が25分以降の成分でピーク形状が悪化し保持時間が後ろにずれた。この付近に

原材料に含まれるゴマ油由来のセサミンのピークが大きく検出されたことが影響している可能性がある。溶出溶媒をアセトン-ヘキサン(10/90)に変更したところピーク形状及び保持時間のずれは改善された(図 4)が、一方でレナシルやレプトホス等親水性の農薬 24 成分で回収率が 70 %未満 (そのうち 17 成分は 50~60 %台)となった。その結果 293 成分で目標値を満たす良好な値が得られた。

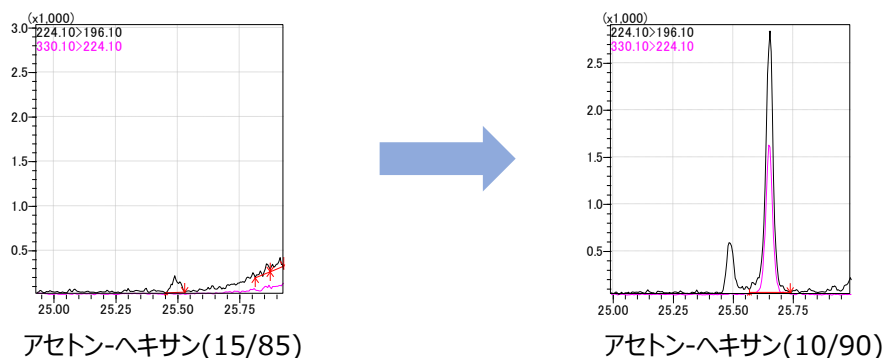


図 4. 溶出溶媒の違いによるピークの形状及び保持時間のずれ(例：ファモキサドン)

### (3)青汁

試料採取量が 2 g であるため添加濃度を試料中 0.01 ppm にした場合バイアル中の測定濃度が 1 ppb となりより高感度での測定が求められるが大量注入を行うことで 301 成分で目標値を満たす良好な結果が得られた。一部、試料由来ピークの影響を受けやすくカルベタミド、クロルフェナピルなど 8 成分で評価ができなかった。

### (4)赤ワイン

試料 10 g にアセトニトリル 10 mL を添加し続いて塩類を添加して振とう、遠心分離したところアセトニトリル層が約 12 mL となった。これは試料に含まれるエタノール(試料のアルコール分 11 %) がアセトニトリルに移行したためと推測される。そこで遠心分離後の残留物にアセトニトリル 7.5 mL を添加して繰り返し抽出を行い合算した抽出液を 20 mL に定容し定量性を確保した(図 1-4)。その結果 318 成分で目標値を満たす良好な結果が得られた。

### 【まとめ】

残留農薬一斉分析法である STQ 法(GC-B 法)を用いて加工食品の分析適合性を検討した。今回用いた試料では対象成分の 9 割以上で妥当性評価ガイドラインの目標値を満たすことができ、STQ 法は一律基準値添加濃度(0.01 ppm)における加工食品にも適合できる分析法であることが示唆された。今後は更に異なる試料で検討する予定である。

### 【参考資料】

1)厚生労働省：医薬食品局食品安全部発 第 1115001 号：食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインについて

表1 添加回収試験結果

添加濃度:0.01ppm(試料中)

No.	成分名	サンドイッチ				冷凍餃子				脅汁				赤ワイン			
		真度 <sup>1)</sup> (回収率)	併行精度	室内精度	評価	真度 <sup>1)</sup> (回収率)	併行精度	室内精度	評価	真度 <sup>1)</sup> (回収率)	併行精度	室内精度	評価	真度 <sup>1)</sup> (回収率)	併行精度	室内精度	評価
		(%)	(RSD%)	(RSD%)		(%)	(RSD%)	(RSD%)		(%)	(RSD%)	(RSD%)		(%)	(RSD%)	(RSD%)	
1	1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4-エチルフェニル)エタン	76	3	4	○	77	6	9	○	97	4	9	○	78	7	9	○
2	alpha-BHC	85	5	5	○	89	5	9	○	111	5	11	○	95	6	7	○
3	beta-BHC	86	4	4	○	88	7	8	○	111	4	5	○	95	3	6	○
4	gamma-BHC (リンデン)	83	5	5	○	91	6	8	○	101	8	11	○	91	5	8	○
5	delta-BHC	87	4	6	○	86	7	12	○	103	6	7	○	89	5	7	○
6	alpha-エンドスルファン	77	7	10	○	74	13	19	○	108	12	15	○	81	7	14	○
7	beta-エンドスルファン	79	14	15	○	75	6	10	○	101	13	16	○	85	12	14	○
8	DCIP	82	6	6	○	82	6	11	○	86	6	12	○	85	5	8	○
9	EPN	95	3	4	○	86	5	6	○	112	4	5	○	81	3	7	○
10	EPTC	82	3	4	○	84	5	12	○	93	8	10	○	87	4	6	○
11	MCPAチオエチル	80	5	5	○	87	9	12	○	96	6	14	○	88	7	9	○
12	MCPBエチル	86	4	5	○	87	4	11	○	96	5	9	○	88	4	7	○
13	TCMTB	84	6	12	○	60	7	18	○	89	20	27	○	85	4	7	○
14	XMC	102	4	8	○	94	5	9	○	106	7	15	○	90	4	8	○
15	アゾナゾール	89	3	4	○	70	7	10	○	94	3	10	○	83	4	5	○
16	アジンホスエチル	95	4	6	○	91	4	9	○	110	9	10	○	91	5	6	○
17	アジンホスメチル	124	2	5	○	90	6	6	○	125	19	19	○	86	5	7	○
18	アセトクロール	96	2	8	○	88	8	10	○	111	5	9	○	95	4	7	○
19	アトラン	94	4	5	○	89	6	10	○	101	8	15	○	96	8	10	○
20	アニコホス	97	5	8	○	89	6	7	○	110	5	13	○	88	6	7	○
21	アマトリン	91	3	7	○	87	5	8	○	100	6	11	○	89	6	6	○
22	アラクロール	99	3	3	○	90	6	11	○	107	4	9	○	93	5	7	○
23	アリドクロール	53	4	5	○	54	8	13	○	50	9	9	○	54	5	10	○
24	イザゾホス	96	5	6	○	95	5	10	○	98	5	12	○	95	8	8	○
25	イソカルボホス	104	4	7	○	87	11	14	○	119	19	30	○	97	11	12	○
26	イソキサジフェンエチル	102	3	4	○	92	5	10	○	107	7	14	○	89	5	5	○
27	イソキサジオン	98	4	5	○	89	5	9	○	111	7	10	○	81	5	6	○
28	イソフェンホス	98	3	5	○	89	3	8	○	105	5	8	○	87	5	5	○
29	イソフェンホスオキソ	102	3	4	○	89	5	8	○	106	3	9	○	90	4	6	○
30	イソプロカルブ	100	3	4	○	92	5	8	○	103	3	7	○	92	4	8	○
31	イソプロチオラン	95	5	6	○	93	7	11	○	117	6	9	○	93	6	8	○
32	イプロジオン	101	8	10	○	90	13	17	○	111	14	26	○	86	14	14	○
33	イプロベンホス	96	4	5	○	93	5	7	○	99	2	8	○	94	5	7	○
34	イメベンコナゾール	93	4	6	○	77	6	10	○	108	2	10	○	78	5	6	○
35	インダノファン	99	6	7	○	86	6	10	○	108	6	11	○	87	5	7	○
36	インドキサカルブ	98	4	5	○	87	5	10	○	115	5	11	○	80	4	5	○
37	ウニコナゾール (ウニコナゾールP)	97	4	6	○	69	4	8	○	91	8	11	○	87	7	7	○
38	エスプロカルブ	85	3	3	○	83	5	6	○	98	4	8	○	86	4	5	○
39	エタルフルラン	95	4	6	○	92	7	8	○	112	3	16	○	81	5	6	○
40	エチオン	99	4	5	○	85	4	7	○	107	4	11	○	79	5	6	○
41	エチクロセート	72	9	9	○	23	15	16	○	75	11	13	○	66	8	9	○
42	エチフェンホス	96	3	4	○	93	5	7	○	103	3	8	○	90	5	6	○
43	エトフェンブロックス	72	4	5	○	71	5	8	○	90	4	10	○	76	6	6	○
44	エトフェメート	103	3	6	○	92	5	10	○	102	6	10	○	93	5	6	○
45	エトプロホス	102	3	5	○	93	6	8	○	120	5	10	○	94	3	8	○
46	エトベンジニド	91	3	4	○	82	12	15	○	105	6	6	○	88	4	6	○
47	エトリンアゾール	82	3	4	○	84	6	10	○	94	6	12	○	93	6	9	○
48	エトリンホス	91	5	6	○	89	4	6	○	101	7	9	○	95	6	6	○
49	エホキサナゾール	94	3	3	○	84	5	10	○	101	4	12	○	88	3	7	○
50	エンドスルファンスルファート	102	8	16	○	91	17	18	○	98	28	29	○	85	13	23	○
51	オキサジソン	90	6	6	○	81	9	10	○	98	5	7	○	81	6	6	○
52	オキサジキシル	85	4	4	○	63	8	11	○	87	5	8	○	74	5	10	○
53	オキサベトリン	112	5	10	○	116	19	21	○	102	11	19	○	91	12	24	○
54	オキシフルオルフェン	92	7	8	○	88	6	10	○	115	8	20	○	79	6	10	○
55	オキスホコナゾール	96	3	5	○	72	12	23	○	95	7	10	○	84	4	6	○
56	オルトフェニルフェノール	88	7	8	○	51	10	12	○	105	6	11	○	81	3	5	○
57	オキスサホス	98	3	4	○	95	5	9	○	125	6	12	○	94	5	5	○
58	オフェンストロール	102	6	6	○	90	5	9	○	111	8	11	○	88	4	5	○
59	カルフェントラゾンエチル	102	2	3	○	88	6	9	○	112	1	10	○	90	5	5	○
60	カルベタミド	76	2	5	○	46	10	11	○	-	-	-	○	72	6	7	○
61	カルボキシ	94	6	6	○	82	5	9	○	82	10	17	○	88	4	5	○
62	カルボフェチオン	83	4	5	○	78	5	11	○	107	4	8	○	78	4	7	○
63	カルボフラン	102	2	3	○	98	5	6	○	115	4	7	○	96	2	6	○
64	キザロキプロピル (キザロキプロピル)	96	3	3	○	84	4	8	○	103	4	7	○	84	4	4	○
65	キシリルカルブ	97	3	4	○	92	5	10	○	105	6	12	○	92	3	9	○
66	キシリホス	92	5	5	○	96	5	8	○	106	5	7	○	90	6	7	○
67	キノキシフェン	62	4	5	○	74	5	9	○	95	6	9	○	84	5	7	○
68	キノクラン	86	5	6	○	75	9	11	○	116	9	10	○	81	3	5	○
69	キノメチオネート	59	5	9	○	69	7	7	○	94	9	12	○	79	5	6	○
70	キノセ	66	5	9	○	79	9	16	○	102	8	15	○	81	10	10	○
71	クリミジン	33	6	10	○	45	9	9	○	53	6	12	○	34	6	11	○
72	クリソキシメチル	99	4	5	○	92	9	10	○	105	7	7	○	91	5	8	○
73	クロソリネート	99	5	7	○	92	6	9	○	103	14	15	○	89	6	10	○
74	クロマソ	102	3	4	○	100	5	11	○	111	3	8	○	96	6	6	○
75	クロチキシン (クロチキシン)	92	6	7	○	86	5	9	○	103	9	15	○	81	8	10	○

-: 未知試料由来ピークにより評価ができなかった成分

1) フェナントレン-9体による真度(回収率)の補正は行っていない

表1 添加回収試験結果

添加濃度: 0.01ppm(試料中)

No.	成分名	サンドイッチ			冷凍餃子			青汁			赤ワイン						
		真度 <sup>1)</sup> (回収率)	併行精度	室内精度	評価	真度 <sup>1)</sup> (回収率)	併行精度	室内精度	評価	真度 <sup>1)</sup> (回収率)	併行精度	室内精度	評価				
		(%)	(RSD%)	(RSD%)		(%)	(RSD%)	(RSD%)		(%)	(RSD%)	(RSD%)		(%)	(RSD%)	(RSD%)	
76	クロムロップ	89	4	6	○	86	5	5	○	103	8	14	○	85	7	7	○
77	クロロエトキシホス	84	3	4	○	83	6	8	○	100	4	9	○	81	6	7	○
78	クロルタージメチル	89	4	4	○	90	6	8	○	102	5	7	○	92	7	8	○
79	クロルニトロフェン	77	6	8	○	76	5	8	○	112	8	12	○	81	8	9	○
80	クロルピリホス	83	4	5	○	85	6	8	○	109	12	18	○	85	6	6	○
81	クロルピリホスメチル	87	4	4	○	88	7	8	○	101	3	10	○	88	4	7	○
82	クロルフェナピル	95	12	14	○	81	13	19	○	-	-	-		84	14	22	○
83	クロルフェンソル	88	2	3	○	84	6	7	○	101	4	7	○	86	5	5	○
84	(E)-クロルフェンピホス	101	4	6	○	86	6	7	○	106	5	12	○	90	6	7	○
85	(Z)-クロルフェンピホス	95	5	6	○	92	7	9	○	98	5	9	○	95	5	6	○
86	クロルブフアム	103	6	8	○	96	5	14	○	112	9	14	○	100	4	14	○
87	クロルブロファム	92	4	7	○	86	6	6	○	114	6	7	○	85	5	9	○
88	クロルベンジド	62	7	7	○	73	4	9	○	98	4	13	○	77	6	6	○
89	クロルベンジレート	87	4	4	○	83	5	8	○	99	10	10	○	83	6	6	○
90	クロルメホス	91	2	5	○	90	5	10	○	97	4	10	○	91	5	6	○
91	クロルネフ	87	3	4	○	86	7	13	○	95	5	8	○	91	6	7	○
92	クロロプロピレート	86	4	5	○	82	5	9	○	101	7	9	○	83	4	5	○
93	シアナジン	94	8	8	○	77	12	12	○	109	7	20	○	89	10	13	○
94	シアノフェホス	99	3	5	○	98	7	8	○	105	9	11	○	90	5	8	○
95	シアノホス	97	3	4	○	96	4	10	○	98	8	8	○	97	5	9	○
96	シアリホス	90	4	4	○	89	6	8	○	105	5	12	○	87	7	8	○
97	ジエトフェンカルブ	100	3	4	○	94	6	8	○	110	5	13	○	96	4	6	○
98	ジオキサチオン	96	2	4	○	90	3	8	○	102	9	12	○	82	6	8	○
99	ジオキササンゾホス(サリチオン)	102	4	6	○	96	7	10	○	117	7	8	○	95	4	7	○
100	ジクロシメット1	95	8	9	○	92	6	9	○	96	8	8	○	91	4	6	○
101	ジクロシメット2	97	3	5	○	89	5	10	○	103	3	15	○	90	3	6	○
102	ジクロフェンチオン	83	3	4	○	81	6	7	○	96	3	7	○	84	5	7	○
103	ジクロプロトゾール	93	4	4	○	79	4	8	○	101	5	9	○	85	5	7	○
104	ジクロベニル	91	4	9	○	90	6	11	○	102	4	9	○	91	5	8	○
105	ジクロホップメチル	84	5	6	○	84	5	8	○	97	5	10	○	83	8	11	○
106	ジクロラン	97	4	7	○	98	9	10	○	135	12	13	○	98	7	8	○
107	ジクロホス	107	3	4	○	104	6	9	○	93	4	7	○	89	5	11	○
108	ジスルホトン	88	7	7	○	86	10	11	○	75	8	22	○	87	10	10	○
109	ジスルホトンスルホス	105	3	6	○	98	4	9	○	106	4	14	○	94	4	7	○
110	ジタリムホス	90	4	5	○	86	7	12	○	91	7	10	○	81	4	9	○
111	ジチオピル	96	4	5	○	87	6	12	○	97	5	8	○	85	6	7	○
112	ジニコナゾール	94	7	7	○	65	7	9	○	99	5	9	○	82	5	7	○
113	シドニエチル	96	4	5	○	93	5	10	○	108	4	9	○	84	5	6	○
114	シハロリン-1	99	4	6	○	84	5	7	○	109	7	11	○	77	5	5	○
115	シハロリン-2	97	6	8	○	85	6	11	○	114	5	8	○	75	5	8	○
116	シハロホップブチル	103	3	4	○	85	6	7	○	100	4	7	○	81	5	7	○
117	ジフェナミド	102	2	4	○	94	5	8	○	114	3	10	○	96	4	4	○
118	ジフェニル	81	5	9	○	84	5	8	○	104	8	12	○	89	6	7	○
119	ジフェニルアミン	86	3	7	○	89	4	6	○	106	10	10	○	89	5	7	○
120	ジフェノコナゾール-1	95	3	5	○	79	4	10	○	96	3	6	○	84	4	6	○
121	ジフェノコナゾール-2	95	4	5	○	82	3	8	○	96	5	8	○	85	5	6	○
122	シフルトリン-1	88	6	7	○	83	7	10	○	92	6	14	○	76	7	9	○
123	シフルトリン-2	90	4	5	○	81	4	8	○	105	10	12	○	74	8	9	○
124	シフルトリン-3	88	7	8	○	81	8	13	○	97	9	17	○	82	7	8	○
125	シフルトリン-4	95	7	8	○	83	6	12	○	99	11	19	○	78	7	9	○
126	シフルフェナミド	97	12	16	○	87	22	23	○	124	12	20	○	81	7	11	○
127	シフルフェニカン	90	4	5	○	87	4	11	○	101	3	6	○	82	5	6	○
128	シフロコナゾール-1,2	93	3	5	○	72	6	10	○	98	13	16	○	84	4	6	○
129	シフロジニル	83	4	4	○	82	6	8	○	104	10	11	○	97	6	6	○
130	シベルメトリン-1	87	5	6	○	82	7	8	○	100	5	12	○	74	8	8	○
131	シベルメトリン-2	90	5	5	○	82	5	10	○	98	13	13	○	76	6	7	○
132	シベルメトリン-3	86	3	7	○	84	8	11	○	100	12	15	○	75	10	13	○
133	シベルメトリン-4	92	5	5	○	84	4	11	○	97	9	15	○	79	8	9	○
134	シマジン	95	3	17	○	83	7	12	○	127	3	13	○	90	3	8	○
135	シメコナゾール	96	7	7	○	81	6	11	○	103	3	9	○	89	3	5	○
136	シメタトリン	90	4	4	○	86	4	10	○	102	5	12	○	87	5	6	○
137	(E)-ジメチルピホス	99	5	5	○	90	5	9	○	104	8	9	○	93	4	5	○
138	(Z)-ジメチルピホス	102	3	5	○	93	6	8	○	108	6	11	○	95	5	6	○
139	ジメテナミド(ジメテナミドP)	96	3	4	○	90	5	8	○	101	4	8	○	93	5	6	○
140	ジモルモフ-1	97	4	5	○	75	5	9	○	95	3	7	○	84	4	7	○
141	ジモルモフ-2	101	4	4	○	73	6	9	○	98	4	10	○	86	4	7	○
142	シメトリン	88	6	7	○	85	8	8	○	107	5	6	○	92	2	4	○
143	ジヒェレート	85	4	5	○	89	8	11	○	96	6	13	○	89	5	6	○
144	シラフルオフエン	52	5	7		56	4	6		-	-	-		73	6	6	○
145	シンメチリン	86	5	6	○	85	9	14	○	108	5	7	○	87	13	17	○
146	スクエップ	91	5	5	○	93	9	11	○	103	7	11	○	100	7	9	○
147	スビロキサミン-1	83	4	8	○	74	11	18	○	74	9	12	○	77	5	9	○
148	スビロキサミン-2	87	2	4	○	74	11	21	○	84	6	12	○	79	5	8	○
149	スビロジクロフェン	89	9	9	○	78	10	11	○	97	18	24	○	85	12	14	○
150	スルピホス	88	4	4	○	83	6	10	○	101	10	22	○	79	5	6	○

-:未知試料由来ピークにより評価ができなかった成分

1)フェナントレン-9体による真度(回収率)の補正は行っていない

表1 添加回収試験結果

添加濃度:0.01ppm(試料中)

No.	成分名	サンドイッチ			冷凍餃子			青汁			赤ワイン						
		真度 <sup>1)</sup>	併行精度	室内精度	評価	真度 <sup>1)</sup>	併行精度	室内精度	評価	真度 <sup>1)</sup>	併行精度	室内精度	評価				
		(回収率)				(%)				(RSD%)				(RSD%)	(%)	(RSD%)	(RSD%)
151	スルホテップ	100	4	4	○	89	4	8	○	102	5	8	○	85	7	7	○
152	ソキサミド	85	4	10	○	81	5	9	○	149	6	48	○	87	5	6	○
153	ターハッソル	78	5	5	○	61	10	13	○	115	8	10	○	83	4	5	○
154	ダイアジノン	91	5	5	○	91	6	9	○	95	7	11	○	96	12	13	○
155	ダイアレート1	85	3	5	○	85	3	6	○	104	6	13	○	88	5	5	○
156	ダイアレート2	88	6	8	○	87	6	12	○	115	11	17	○	99	7	10	○
157	チオベンカルブ	87	6	8	○	86	8	9	○	99	7	11	○	90	6	10	○
158	チオメソ	99	4	4	○	94	5	9	○	91	7	17	○	98	3	6	○
159	テクナゼン	75	3	6	○	78	8	9	○	104	6	12	○	86	5	8	○
160	テトラクロロビフェノール	95	4	4	○	88	3	11	○	104	3	8	○	91	5	5	○
161	テトラコナーゾール	97	2	5	○	85	5	9	○	104	4	12	○	87	6	7	○
162	テトラソル	79	4	4	○	79	9	10	○	106	8	18	○	81	6	7	○
163	テトラメリン-1	115	4	5	○	91	5	10	○	112	5	7	○	85	10	11	○
164	テトラメリン-2	98	4	4	○	87	4	9	○	108	5	7	○	83	5	8	○
165	テニール	95	3	6	○	91	8	10	○	107	5	10	○	89	4	5	○
166	テアコナーゾール	91	4	6	○	76	6	7	○	95	5	8	○	87	6	8	○
167	テフビリムホス	82	3	5	○	83	7	10	○	90	5	9	○	85	6	7	○
168	テプフェビラト	87	5	6	○	81	6	8	○	95	4	7	○	83	4	5	○
169	テフルリン	81	5	5	○	80	5	7	○	92	2	6	○	80	6	7	○
170	テメソ-S-メチル (メチルシメソ)	96	4	4	○	89	6	11	○	88	10	17	○	87	6	8	○
171	テメソメチル-1 (テメソメチル分解物-1)	102	10	12	○	65	16	27	○	106	12	21	○	102	6	9	○
172	テメソメチル-2 (テメソメチル分解物-2)	77	7	11	○	83	3	9	○	100	6	13	○	73	9	9	○
173	テメソカルブ	93	3	4	○	89	6	8	○	101	2	9	○	91	4	5	○
174	テメソトリン	91	4	5	○	87	6	10	○	103	7	9	○	89	5	6	○
175	テメソホス	90	3	5	○	90	6	8	○	95	4	14	○	87	6	7	○
176	テアソメチル-1	96	5	10	○	66	6	11	○	105	12	13	○	92	4	10	○
177	テアソメチル-2	95	3	5	○	55	12	13	○	115	12	17	○	82	9	10	○
178	テアソメソ	99	5	6	○	94	7	7	○	104	6	18	○	98	4	7	○
179	テアソホス	87	13	14	○	98	9	10	○	-	-	-	-	95	3	4	○
180	テアレート	72	3	5	○	75	8	12	○	91	6	10	○	87	7	9	○
181	テアホス	73	5	5	○	75	3	8	○	97	8	14	○	78	5	8	○
182	テアフルリン	91	2	4	○	90	6	9	○	118	4	9	○	80	4	7	○
183	テアフルキシストロビン	104	5	9	○	87	5	11	○	106	9	11	○	79	5	9	○
184	トルクロホスメチル	90	4	4	○	88	5	7	○	100	3	5	○	89	5	7	○
185	トルフェンビラト	87	5	5	○	70	4	16	○	-	-	-	-	82	4	5	○
186	ナフロハミド	100	4	5	○	92	6	9	○	106	4	9	○	93	5	6	○
187	ニトラリン	104	4	6	○	92	3	10	○	83	8	13	○	88	5	5	○
188	ニトラールイソプロピル	97	3	4	○	94	4	6	○	115	7	13	○	90	6	6	○
189	ニトラフェン	83	4	6	○	83	6	9	○	103	5	16	○	81	9	10	○
190	ノルフルラゾン	90	4	5	○	52	12	18	○	95	4	8	○	79	5	6	○
191	パクロトラゾール	95	3	6	○	82	5	12	○	98	3	11	○	87	5	7	○
192	パラチオン	103	6	6	○	99	7	10	○	110	3	16	○	90	6	9	○
193	パラチオンメチル	100	4	5	○	94	6	7	○	116	3	10	○	93	4	5	○
194	ハルフェンロックス	64	5	6	○	64	4	8	○	86	5	10	○	75	7	7	○
195	ヒヨリナフェン	93	5	5	○	84	6	10	○	99	5	10	○	78	5	5	○
196	ピリタノール	66	9	11	○	46	7	8	○	92	5	6	○	76	5	5	○
197	ピフェナゼート	88	2	6	○	80	8	9	○	113	6	13	○	90	8	9	○
198	ピフェノックス	100	3	7	○	86	6	14	○	124	15	18	○	80	10	11	○
199	ピフエントリン	71	5	5	○	71	5	9	○	95	5	9	○	75	5	6	○
200	ピペロニルブトキシド	90	3	5	○	88	4	8	○	97	3	8	○	86	6	7	○
201	ピペロホス	98	3	4	○	88	4	12	○	105	4	7	○	85	5	7	○
202	ピラクロストロビン	127	3	8	○	93	3	16	○	150	5	11	○	88	3	4	○
203	ピラクロホス	97	4	5	○	89	6	9	○	109	4	8	○	88	4	8	○
204	ピラゾホス	105	3	6	○	88	6	12	○	103	9	16	○	85	7	8	○
205	ピラフルフェンエチル	91	7	7	○	91	6	10	○	103	5	14	○	87	5	8	○
206	ピラタフェンチオン	108	3	5	○	93	7	9	○	107	5	9	○	89	3	6	○
207	ピラタベン	80	5	6	○	73	4	7	○	97	5	12	○	77	8	9	○
208	(E)-ピリフェノックス	82	6	8	○	77	6	9	○	94	11	14	○	85	3	10	○
209	(Z)-ピリフェノックス	90	7	9	○	81	10	17	○	95	12	13	○	89	9	15	○
210	ピリパチカルブ	90	4	5	○	83	5	7	○	100	4	9	○	81	5	6	○
211	ピリパロキシフェン	88	3	4	○	79	4	7	○	97	7	23	○	80	6	6	○
212	ピリミンフェン	81	3	4	○	75	4	7	○	101	4	8	○	83	4	4	○
213	ピリミホスメチル	97	5	5	○	85	7	9	○	100	8	12	○	92	6	8	○
214	(E)-ピリミノバクメチル	100	4	4	○	91	5	9	○	99	5	7	○	90	4	6	○
215	(Z)-ピリミノバクメチル	98	3	4	○	92	5	9	○	104	3	8	○	90	4	6	○
216	ピリメタニル	86	2	4	○	86	5	11	○	106	4	10	○	94	6	8	○
217	ピロキロン	77	1	2	○	78	7	11	○	86	8	10	○	84	3	10	○
218	ピロクロロリン	95	6	6	○	88	8	11	○	108	11	23	○	91	7	12	○
219	ファミキザドン	102	5	8	○	54	7	7	○	108	6	9	○	93	19	23	○
220	フィプロニル	105	5	6	○	86	6	8	○	110	4	17	○	93	5	5	○
221	フェナシホス	94	4	7	○	82	6	13	○	100	16	18	○	88	6	8	○
222	フェナリモル	85	4	5	○	69	5	8	○	95	6	7	○	84	5	6	○
223	フェニトロチオン	104	4	5	○	98	5	8	○	121	4	8	○	92	7	8	○
224	フェニキサニル	99	3	3	○	92	6	13	○	107	5	14	○	88	5	5	○
225	フェニキサニル (フェニキサニル分解物)	93	3	4	○	86	6	10	○	100	4	7	○	87	6	9	○

--:未知試料由来ピークにより評価ができなかった成分  
 1)フェナントレン-6体による真度(回収率)の補正は行っていない



表1 添加回収試験結果

添加濃度:0.01ppm(試料中)

No.	成分名	サンドイッチ				冷凍餃子				青汁				赤ワイン			
		真度 <sup>1)</sup> (回収率)	併行精度	室内精度	評価	真度 <sup>1)</sup> (回収率)	併行精度	室内精度	評価	真度 <sup>1)</sup> (回収率)	併行精度	室内精度	評価	真度 <sup>1)</sup> (回収率)	併行精度	室内精度	評価
		(%)	(RSD%)	(RSD%)		(%)	(RSD%)	(RSD%)		(%)	(RSD%)	(RSD%)		(%)	(RSD%)	(RSD%)	
226	フェノチオカルブ	93	4	5	○	87	7	9	○	97	5	9	○	90	5	6	○
227	フェトリン-1	80	6	7	○	81	8	11	○	132	23	24	○	81	8	9	○
228	フェトリン-2	80	4	6	○	74	5	9	○	95	7	18	○	79	4	7	○
229	フェリムゾン	88	9	10	○	84	10	25	○	98	21	36	○	83	11	18	○
230	フェニアミド	100	5	7	○	84	8	10	○	102	6	9	○	88	4	7	○
231	フェンケロホス	81	3	3	○	80	3	7	○	95	6	9	○	84	6	7	○
232	フェンシルホチオン	109	6	6	○	80	7	10	○	110	8	12	○	84	3	5	○
233	フェンチオン	94	3	4	○	88	5	8	○	98	3	14	○	90	4	6	○
234	フェントエト	96	5	5	○	93	4	11	○	107	6	14	○	93	3	5	○
235	フェンハレレート-1	83	7	8	○	80	6	10	○	98	8	11	○	80	7	7	○
236	フェンハレレート-2 (エスフェンハレレート)	83	4	7	○	81	4	9	○	97	9	10	○	76	7	8	○
237	フェンブコナゾール	96	3	3	○	60	7	7	○	95	5	9	○	82	3	5	○
238	フェンブコナゾール	85	6	6	○	81	12	13	○	100	4	8	○	76	5	7	○
239	フェンブコナゾール	94	4	5	○	81	5	7	○	96	5	9	○	88	4	5	○
240	フサライド	91	5	6	○	92	4	7	○	115	6	13	○	94	3	7	○
241	フタクロール	86	6	6	○	90	6	10	○	104	2	11	○	86	7	8	○
242	フタクロール	106	3	4	○	88	4	7	○	102	3	7	○	88	4	5	○
243	フタクロール	102	5	6	○	92	6	8	○	101	6	10	○	85	8	9	○
244	フタクロール	77	3	4	○	79	5	8	○	91	6	9	○	87	5	7	○
245	フタクロール	96	3	4	○	84	8	16	○	103	7	13	○	88	6	7	○
246	フタクロール	83	4	7	○	82	8	10	○	91	11	17	○	89	4	4	○
247	フタクロール	101	6	7	○	92	7	11	○	104	6	6	○	91	3	4	○
248	フタクロール	100	3	3	○	88	6	11	○	105	5	6	○	87	5	8	○
249	フタクロール	103	3	5	○	90	6	9	○	108	3	10	○	99	6	8	○
250	フルアクリリウム	103	3	4	○	92	10	12	○	108	10	11	○	81	3	8	○
251	フルアクリリウム	97	4	4	○	85	4	7	○	100	3	6	○	88	4	6	○
252	フルアクリリウム	61	16	18		13	22	33		64	19	22		55	26	37	
253	フルアクリリウム	97	4	6	○	85	5	8	○	103	6	10	○	78	5	6	○
254	フルアクリリウム	102	5	6	○	84	2	10	○	113	8	13	○	77	6	6	○
255	フルアクリリウム	97	3	4	○	82	7	12	○	96	8	14	○	87	7	8	○
256	フルアクリリウム	103	4	4	○	87	6	6	○	115	6	11	○	83	7	7	○
257	フルアクリリウム	100	3	6	○	88	5	8	○	101	2	6	○	89	4	6	○
258	フルアクリリウム	76	7	8	○	29	14	15		77	11	13		66	6	8	
259	フルアクリリウム	90	5	10	○	80	4	7	○	100	7	13	○	76	6	7	○
260	フルアクリリウム	85	4	9	○	83	4	9	○	103	8	11	○	76	7	8	○
261	フルアクリリウム	106	3	7	○	90	10	16	○	103	5	12	○	90	4	11	○
262	フルアクリリウム	110	4	6	○	78	7	11	○	112	6	13	○	89	5	7	○
263	フルアクリリウム	101	4	7	○	87	7	11	○	105	11	12	○	81	6	6	○
264	フルアクリリウム	96	6	6	○	26	13	15		76	11	13		67	5	7	
265	フルアクリリウム	92	4	4	○	85	6	7	○	103	5	12	○	87	6	7	○
266	フルアクリリウム	-	-	-		92	7	11	○	101	7	7	○	93	3	10	○
267	フルアクリリウム	66	4	8		71	3	7	○	92	4	9	○	77	9	9	○
268	フルアクリリウム	100	4	5	○	88	7	7	○	114	5	8	○	89	5	10	○
269	フルアクリリウム	100	3	4	○	96	4	9	○	106	4	8	○	96	5	8	○
270	フルアクリリウム	97	5	5	○	85	6	10	○	117	10	15	○	91	4	5	○
271	フルアクリリウム	96	4	5	○	89	6	8	○	94	4	11	○	89	5	6	○
272	フルアクリリウム	95	6	8	○	84	4	13	○	100	8	11	○	81	7	8	○
273	フルアクリリウム	93	4	4	○	83	6	8	○	96	7	12	○	86	7	7	○
274	フルアクリリウム	90	7	8	○	91	10	17	○	111	14	21	○	86	5	7	○
275	フルアクリリウム	92	3	3	○	95	6	11	○	104	4	10	○	99	5	11	○
276	フルアクリリウム	88	2	5	○	84	3	10	○	100	13	15	○	85	7	7	○
277	フルアクリリウム	95	3	3	○	86	7	9	○	103	2	8	○	87	4	7	○
278	フルアクリリウム	63	10	11		27	14	17		75	14	15		58	9	10	
279	フルアクリリウム	92	5	9	○	82	6	11	○	113	8	13	○	84	4	6	○
280	フルアクリリウム	97	5	6	○	85	6	9	○	111	9	14	○	89	4	7	○
281	フルアクリリウム	87	4	7	○	86	3	7	○	100	12	13	○	86	7	7	○
282	フルアクリリウム	103	3	5	○	89	4	8	○	105	7	14	○	89	5	8	○
283	フルアクリリウム	81	4	5	○	79	5	8	○	99	5	10	○	79	6	7	○
284	フルアクリリウム	79	3	5	○	80	8	9	○	104	8	9	○	85	6	7	○
285	フルアクリリウム	67	5	6		72	8	10	○	94	8	10	○	80	6	7	○
286	フルアクリリウム	89	9	11	○	68	8	9		98	8	13	○	82	4	5	○
287	フルアクリリウム	76	3	4	○	48	8	8		75	3	7	○	73	4	8	○
288	フルアクリリウム	103	3	6	○	90	3	8	○	119	9	10	○	86	14	15	○
289	フルアクリリウム	97	4	5	○	98	7	10	○	117	7	11	○	97	5	7	○
290	フルアクリリウム	76	5	7	○	71	6	8	○	120	12	16	○	77	6	6	○
291	フルアクリリウム	78	4	6	○	72	5	7	○	102	7	9	○	75	6	7	○
292	フルアクリリウム	92	3	5	○	84	7	8	○	100	5	8	○	89	5	6	○
293	フルアクリリウム	93	3	7	○	85	7	10	○	106	6	12	○	81	7	8	○
294	フルアクリリウム	100	4	5	○	84	5	6	○	101	2	9	○	81	5	8	○
295	フルアクリリウム	89	4	4	○	88	7	9	○	111	4	10	○	79	6	6	○
296	フルアクリリウム	101	2	3	○	94	5	12	○	103	5	11	○	93	6	8	○
297	フルアクリリウム	114	9	10	○	87	5	7	○	111	5	9	○	86	6	7	○
298	フルアクリリウム	100	5	5	○	90	8	12	○	120	8	16	○	90	7	9	○
299	フルアクリリウム	98	5	7	○	92	9	12	○	111	5	20	○	94	8	12	○
300	フルアクリリウム	91	5	8	○	85	6	15	○	113	14	15	○	90	10	15	○

-:未知試料由来ピークにより評価ができなかった成分  
1)フェナントレン-9体による真度(回収率)の補正は行っていない

表1 添加回収試験結果

添加濃度:0.01ppm(試料中)

No.	成分名	サンドイッチ			冷凍餃子			青汁			赤ワイン						
		真度 <sup>1)</sup> (回収率)	併行精度	室内精度	評価	真度 <sup>1)</sup> (回収率)	併行精度	室内精度	評価	真度 <sup>1)</sup> (回収率)	併行精度	室内精度	評価				
		(%)	(RSD%)	(RSD%)		(%)	(RSD%)	(RSD%)		(%)	(RSD%)	(RSD%)					
301	ホスファミド <sup>2</sup>	93	5	5	○	81	6	8	○	102	6	10	○	85	7	13	○
302	ホスメット	105	3	4	○	90	4	10	○	120	2	11	○	88	3	6	○
303	ホノホス	91	2	4	○	92	5	9	○	97	4	9	○	101	7	10	○
304	ホルモチオン	89	5	5	○	82	7	11	○	98	9	16	○	89	7	10	○
305	ホレート	95	3	5	○	88	5	11	○	106	4	13	○	92	8	10	○
306	マラチオン	103	4	5	○	96	5	7	○	108	3	9	○	94	5	6	○
307	ミクロブタニル	95	3	4	○	78	7	9	○	99	4	9	○	91	4	5	○
308	メカルハム	94	8	11	○	100	16	18	○	100	15	24	○	97	3	15	○
309	メタクリホス	100	3	4	○	96	5	8	○	103	3	7	○	96	4	7	○
310	メタキシル (メフェノキサム)	100	4	5	○	89	8	9	○	106	9	10	○	89	7	10	○
311	メチダチオン	98	3	4	○	92	5	8	○	104	3	9	○	91	4	7	○
312	ネキソロール	87	4	4	○	82	6	9	○	92	7	11	○	81	5	7	○
313	ネブレン	59	13	14		-	-	-		-	-	-		84	10	21	○
314	(E)-ネミノストロピン	100	4	4	○	92	6	10	○	105	6	9	○	87	4	7	○
315	(Z)-ネミノストロピン	99	4	5	○	87	8	9	○	101	3	7	○	90	4	6	○
316	ネラクロール (S-ネラクロール)	98	3	4	○	94	4	7	○	102	4	10	○	93	4	5	○
317	ネリアジン	77	4	5	○	74	5	8	○	80	9	13	○	80	8	10	○
318	メフェナセツ	105	3	5	○	87	6	10	○	105	5	8	○	89	5	5	○
319	メフェンピルジエチル	95	4	5	○	89	6	10	○	101	6	10	○	86	4	6	○
320	ネブロン	109	4	5	○	100	5	9	○	-	-	-		90	6	6	○
321	ネリネート	84	3	4	○	81	8	11	○	104	5	10	○	88	5	7	○
322	ネスネリン-1	94	6	12	○	66	13	30		-	-	-		82	9	9	○
323	ネスネリン-2 (ヒオレスネリン)	76	8	11	○	56	8	31		85	17	25	○	76	6	8	○
324	ネナシル	81	5	5	○	51	11	13		86	4	8	○	80	4	6	○
325	ネブトホス	63	8	9		66	6	7		97	7	11	○	75	7	7	○

-: 未知試料由来ピークにより評価ができなかった成分

1)フェナントレン-9体による真度(回収率)の補正は行っていない

Examination of analytical suitability of residual pesticides in processed foods by STQ method

Mikie Shima, Kenji Konishi, Masami Kawakami, Shunsuke Matsuo, Ryoichi Sasano, Isao Saito (AiSTI SCIENCE CO.,Ltd.)

# 加工食品中残留農薬のSTQ法による分析適合性の検討

e-mail : shima-m@aisti.co.jp

○島三記絵、小西賢治、川上正美、松尾俊介、佐々野僚一、斎藤勲  
株式会社アイスティサイエンス

## はじめに

演者らは残留農薬一斉分析法であるSTQ法(Solid phase extraction Technique with QuEChERS Method)を提案し、回収率・再現性を示してきたが、その多くは生鮮試料が中心であり、加工食品での事例は少ない。STQ法は基本となる方法から試料に応じて抽出方法、溶出時の固相や溶媒を変更して回収率や精製効果を向上することができる。そこで今回その特徴を活かし、マトリクスの異なる加工食品としてサンドイッチ(ミックスサンド)、冷凍餃子、青汁(大麦若葉粉末)、赤ワインを用いてそれぞれの試料に適したSTQ法で前処理を行い、その分析適合性を検討した。

## 実験方法

1.枝分かれ実験 分析者3名が同一の添加試料(添加濃度0.01ppm)を1日2回、2日間分析を行った。

## 2.前処理フロー

表1 試料に応じた前処理の改良点

	サンドイッチ	冷凍餃子	青汁	赤ワイン
<b>試料情報</b>	パン、トマト、タマゴ、ポテトサラダ、ハム、キュウリ、チーズ等	キャベツ、タマネギ、ニラ、ニンニク、鶏肉、豚肉、小麦粉、豚脂、ゴマ油等	大麦若葉粉末、麦芽糖等	濃縮還元ブドウ果汁
<b>原材料・特徴等</b>	性状の異なる原材料を含む	油脂を多く含む	乾燥粉末試料	アルコール分11%
<b>粉碎</b>	予冷式ドライアイス凍結粉碎	予冷式ドライアイス凍結粉碎	不要(粉末試料のため)	不要(液体試料のため)
<b>① 試料採取量</b>	10g	5g マトリクスの影響を低減するため	2g マトリクスの影響を低減するため	10g
<b>② 水添加量</b>	4mL 水分含量：約60% <sup>1)</sup>	7mL 水分含量：59.3% <sup>2)</sup>	10mL 水分含量：0% <sup>3)</sup>	なし 水分含量：88.7% <sup>2)</sup>
<b>③ 抽出方法</b>	基本フロー	基本フロー	基本フロー	繰り返し抽出定容法 エタノールがアセトニトリル層に移行し、アセトニトリルの添加量を超えるため遠心後の残留物を再度アセトニトリルで抽出し、20mLに定容する(図2)
<b>④ 固相</b>	基本フロー	基本フロー	基本フロー	C18-30 mg 疎水性夾雑物が少ないと推測されるため
<b>⑤ 溶出溶媒</b>	基本フロー	アセトン-ヘキサン(10/90) マトリクスのピーク形状への影響を低減するため	基本フロー	基本フロー

1)弊社調べ 2)出典：日本食品標準成分表2015年版七訂 3)想定値

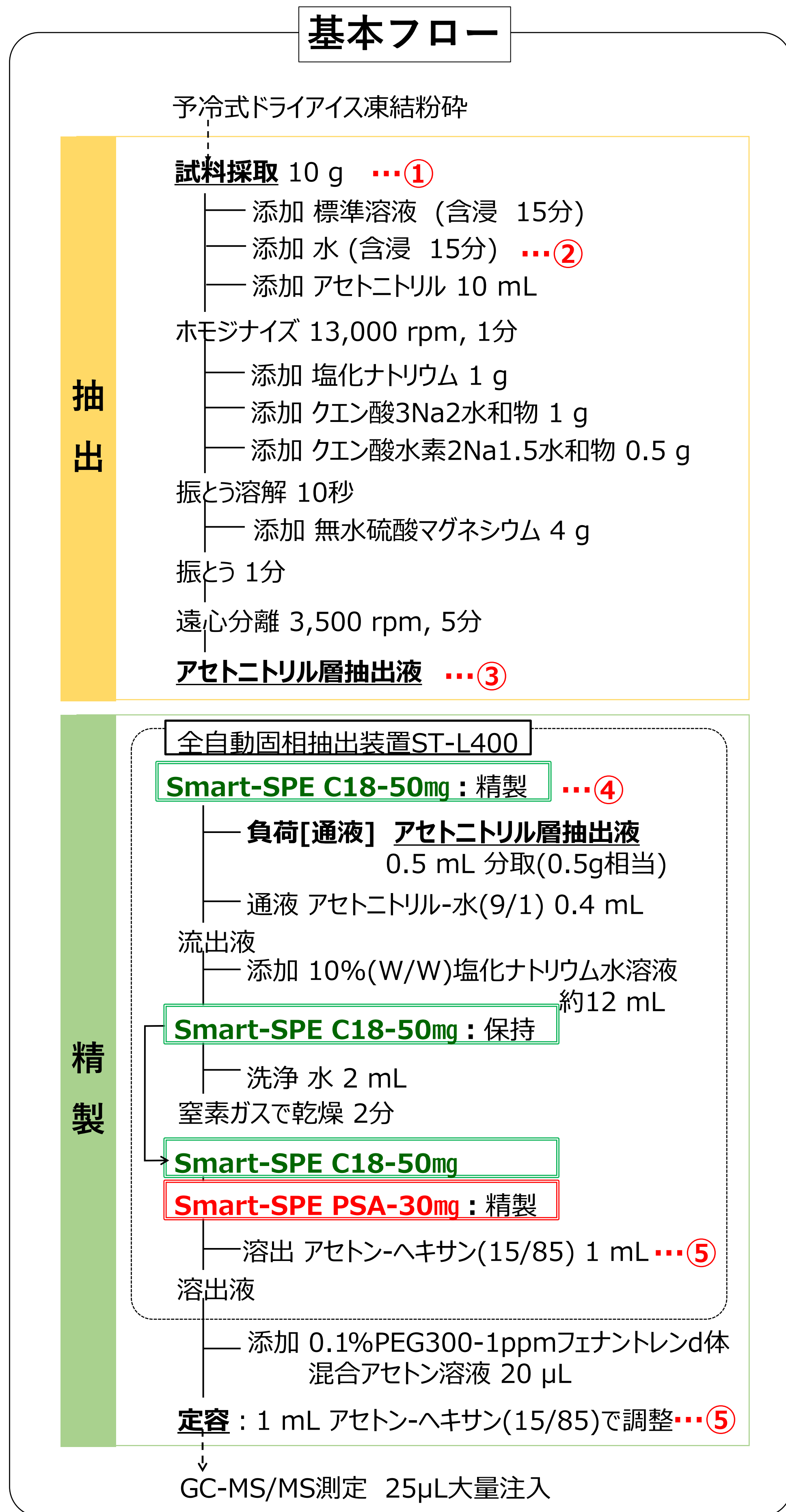


図1 STQ法(GC-B法)のフロー

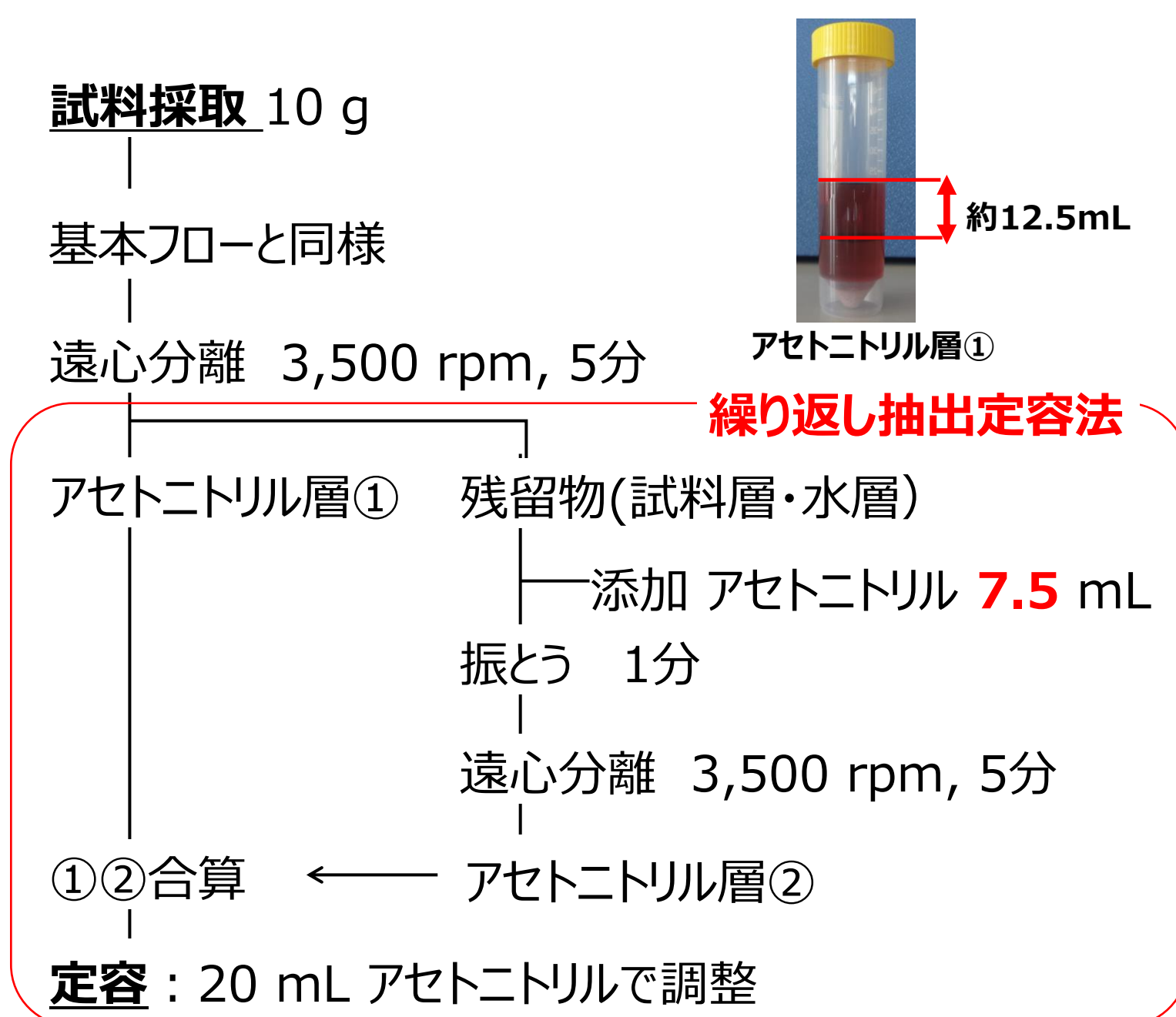


図2 赤ワインの抽出フロー

## 3.測定条件

大量注入口装置(LVI-S250：アイスティサイエンス)を用いた大量注入法によりGC-MS/MS(GCMS-TQ8040：島津製作所)MRMモードで測定した。

表2 評価結果

	添加濃度(試料中) 0.01ppm			
	サンドイッチ	冷凍餃子	青汁	赤ワイン
目標値 <sup>1)</sup> を満たした成分数	307	293	301	318
目標値 <sup>1)</sup> を満たしていない成分数	17	31	16	7
評価対象外成分 <sup>2)</sup>	1	1	8	0

1)真度(回収率)(%)：70~120、併行精度(RSD%)：25>、室内精度(RSD%)：30>  
※真度はフェナントレンd体による補正なし  
2)未知試料由来ピークにより評価ができなかった成分

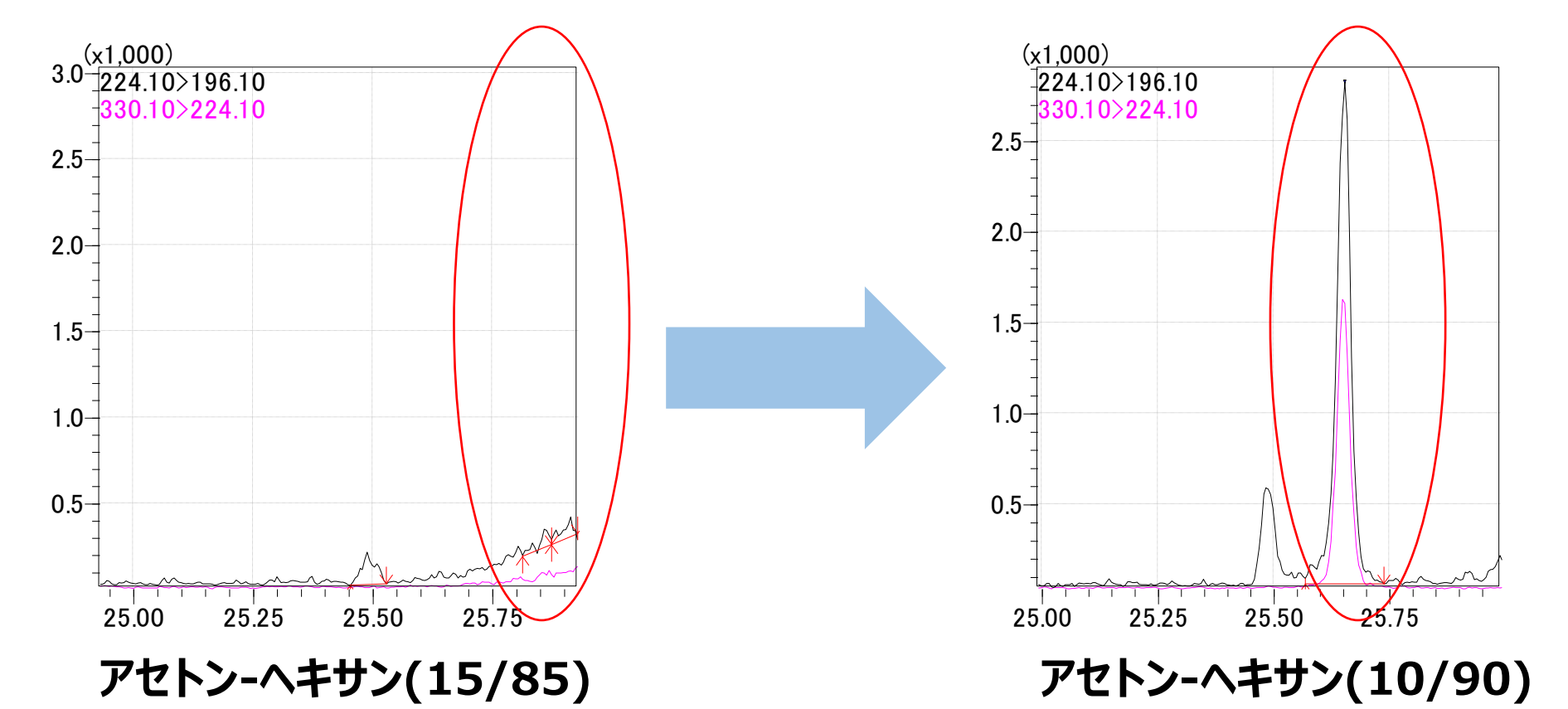


図3 冷凍餃子における溶出溶媒の違いによるクロマトグラムの比較(例：ファモキサドン)

## 結果

厚生労働省の妥当性評価ガイドライン<sup>1)</sup>を参考に添加回収試験結果を評価した。未知試料由来のピークにより一部評価ができない成分があったが、各試料とも評価対象とした325成分のうち9割以上の成分で目標値を満たすことができた(表2)。

冷凍餃子では溶出溶媒にアセトン-ヘキサン(15/85)を用いたところ一部の高沸点農薬でピーク形状が悪化し、保持時間が後ろにずれたため、アセトン-ヘキサン(10/90)に変更したところ改善され評価が可能となった(図3)。

アルコール飲料の例として日本酒を直接固相に負荷し精製したところ一部の疎水性農薬で低回収率となった(表3)。試料の水分含量が多く極性が高いため容器等に吸着した可能性が考えられる。そこで基本フローに従い抽出を行ったが、アルコール飲料はエタノールを含有しており、通常の抽出ではアセトニトリル層が添加量の10mLを超えるため、繰り返し抽出定容法により20mLに定容し定量精度を確保した。その結果回収率が改善したので赤ワインではこの方法を採用した(図2)。

## まとめ

残留農薬一斉分析法であるSTQ法(GC-B法)を用いて加工食品の分析適合性を検討した。試料に応じて前処理を変更することで評価対象の9割以上の成分でガイドラインの目標値を満たすことができ、STQ法は加工食品における添加濃度0.01ppmの試験にも適用できる分析法であることが示唆された。

## 参考資料

1)厚生労働省：医薬食品局食品安全部発 第1115001号：食品中に残留する農薬等に関する試験ガイドライン

表3 日本酒における前処理法の違いによる回収率の比較例

成分名	試料を直接固相に負荷		logPow
	繰り返し抽出定容法	回収率(%)	
エトフェンブロックス	31	82	6.9
テフルトリン	37	84	6.4
プロチオホス	41	84	5.7