

## STQ 法による加工食品中残留農薬分析の検討(2)

○島三記絵、小西賢治、川上正美、斎藤勲 (株式会社アイスティサイエンス)

### 【目的】

筆者らは食品中の残留農薬一斉分析法である STQ 法<sup>\*</sup>(自動分析法を含む)を提案しており、青果物だけでなく冷凍食品、レトルト食品、総菜などの加工食品への検討も行っている<sup>1)2)</sup>。本報告ではその続編として炭水化物、脂質、香辛料、乾燥野菜など複雑なマトリックスで構成され、いずれも乾燥品であるためマトリックスが濃縮された状態にあるインスタント食品の春雨スープ、コーンポタージュ、ラーメン(袋めん)における STQ 法の汎用性について検討を行った。

※STQ 法 : Solid Phase Extraction Technique with QuEChERS method

### 【方法】

#### 1. 試料

春雨スープ、コーンポタージュ、ラーメン(袋めん) : いずれも市販品で乾燥タイプのもの

#### 2. 試薬

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

固相カートリッジ : Smart-SPE C18-50 mg、PSA-30 mg、SCX-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)

大量注入口装置 : LVI-S250(アイスティサイエンス)

GC-MS 装置 : GCMS-TQ8040(島津製作所)

WILEY REGISTRY 12<sup>th</sup> Edition/NIST 2020 Mass Spectral Library(WILEY)

#### 4. 実験方法

試料を粉砕、抽出後、全自動固相抽出装置 ST-L400 を用いて STQ-GCB1 法及び STQ-GCB2 法(以下 GCB1 法、GCB2 法)により精製を行った試料を大量注入口装置付 GC-MS/MS で測定した。添加回収試験は併行数 n=5、添加濃度は春雨スープおよびコーンポタージュは試料中濃度 0.01ppm(バイアル中濃度 2.5ppb)、ラーメンは試料中濃度 0.05ppm(バイアル中濃度 2.5ppb)で行った。

##### 4-1. 前処理

###### (1) 春雨スープ、コーンポタージュ

均一に粉砕した試料を 5.0 g 秤量し、図 1 のフローに従って GCB1 法にて精製を行っ

た(最終検液 4 倍希釈)。

(2)ラーメン(添付スプを含む)

均一に粉碎した試料を 1.0 g 秤量し、図 1 のフローに従って GCB1 法と GCB2 法にて精製を行った(最終検液 20 倍希釈)。

<GCB1 法>

固相カートリッジ：C18-50 mg(2 個)、PSA-30 mg

溶出溶媒：アセトン-ヘキサン(15/85)

<GCB2 法>

固相カートリッジ：C18-50 mg(2 個)、PSA-30 mg、SCX-30 mg

溶出溶媒：アセトン-ヘキサン(30/70)

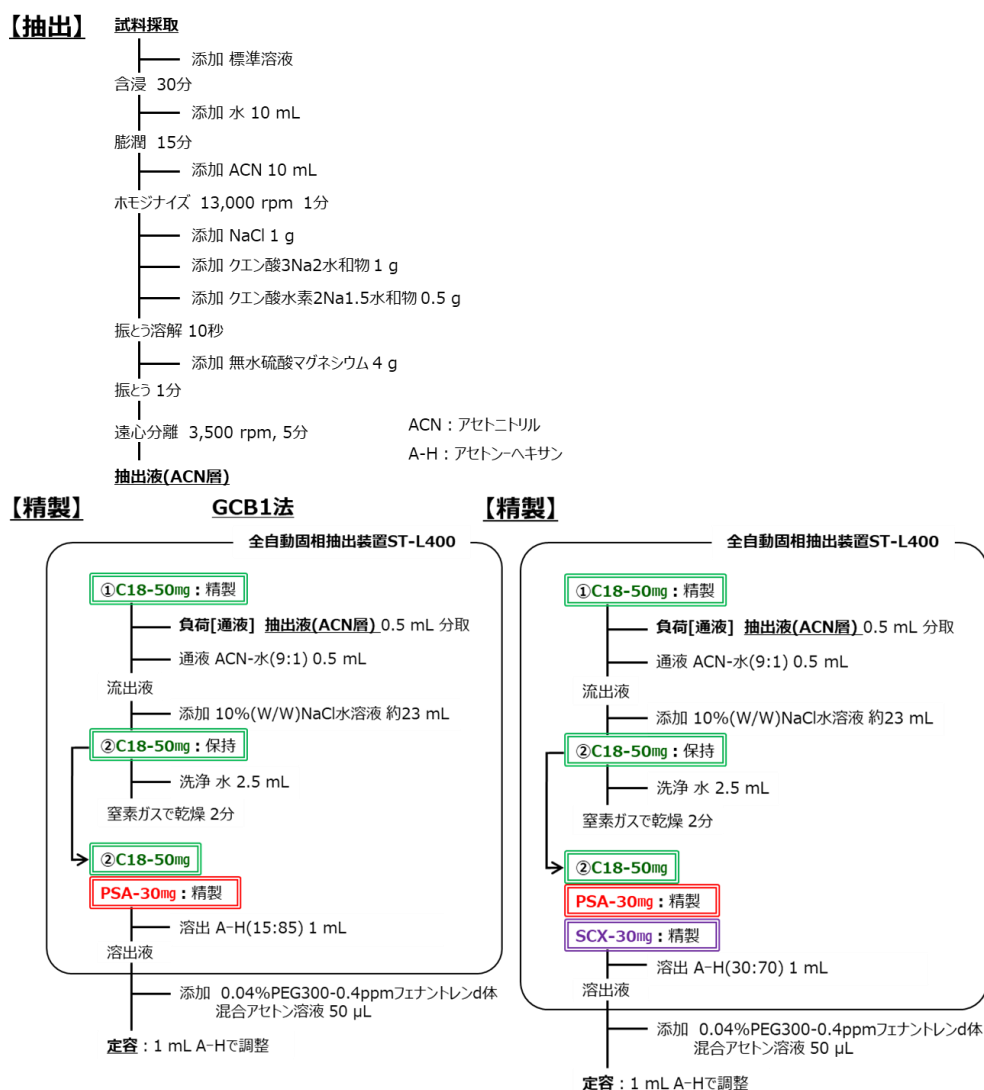


図 1. 前処理フロー

#### 4-2. 測定条件

注入口温度	: 70 °C(0.16 min)-120 °C/min-240 °C-50 °C/min-290 °C(26 min)
注入法	: 大量注入法
注入量	: 25 µL
キャリアガス	: ヘリウム
ガス制御	: 線速度, 40 cm/min
プレカラム	: 不活性シリカキャピラリーチューブ 0.5 m×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(4 min)-25 °C/min-125 °C(0 min) -10 °C/min-310 °C(8 min)
インターフェース温度	: 290 °C
MS 条件	: MRM

#### 【結果および考察】

##### 1. 添加回収試験

各試料から図2に示すような成分が検出された(成分名はいずれもマススペクトルから推定される化合物)。コーンポタージュではピペリンやトコトリエノールの保持時間付近の農薬で120%を超える成分がいくつかみられ、マトリックス効果が推測された。各試料ともアリドクロールなど比較的極性の高い農薬で低回収率の傾向がみられたが、GCB1法で対象成分の約9割で回収率70~120%、RSD20%未満の良好な結果が得られ、GCB1法での汎用性が確認できた(表1)。

##### 2. SCXの検討

図2.c)-1よりラーメンでは他のマトリックス成分に比べピペリンが多く検出されており、マトリックス効果を低減するため試料採取量を1.0gとした。ピペリンはSCX精製による除去効果が手銭らにより報告されている<sup>3)</sup>。そこでラーメンについてSCXを追加したGCB2法も検討を行った。

SCXを追加したGCB2法で、溶出溶媒をアセトン-ヘキサン15:85としたところ、ピペリンのピークは減少したが(図2.c)-2)、回収率が10%未満となる成分が約100成分あった(ジフェノコナゾール、ピリミホスメチル、ブプロフェジンなど)。これらは構造にNが含まれプラスに帯電しているため溶出されなかったと思われる。

溶出溶媒のアセトン-ヘキサン比を15:85、30:70、50:50で比較したところ50:50ではピペリンの除去に再現性がみられなかった。30:70ではピペリンの除去効果には再現性があり、15:85で低回収率(50%未満)であった成分のうち十数成分ではあるが回収率が70%以上に向上したためGCB2法のアセトン-ヘキサン比を30:70とした。上述通りSCXでは回収されない成分も多いが、本試験では約200成分についてGCB2法での汎用性が確認できた(表1)。

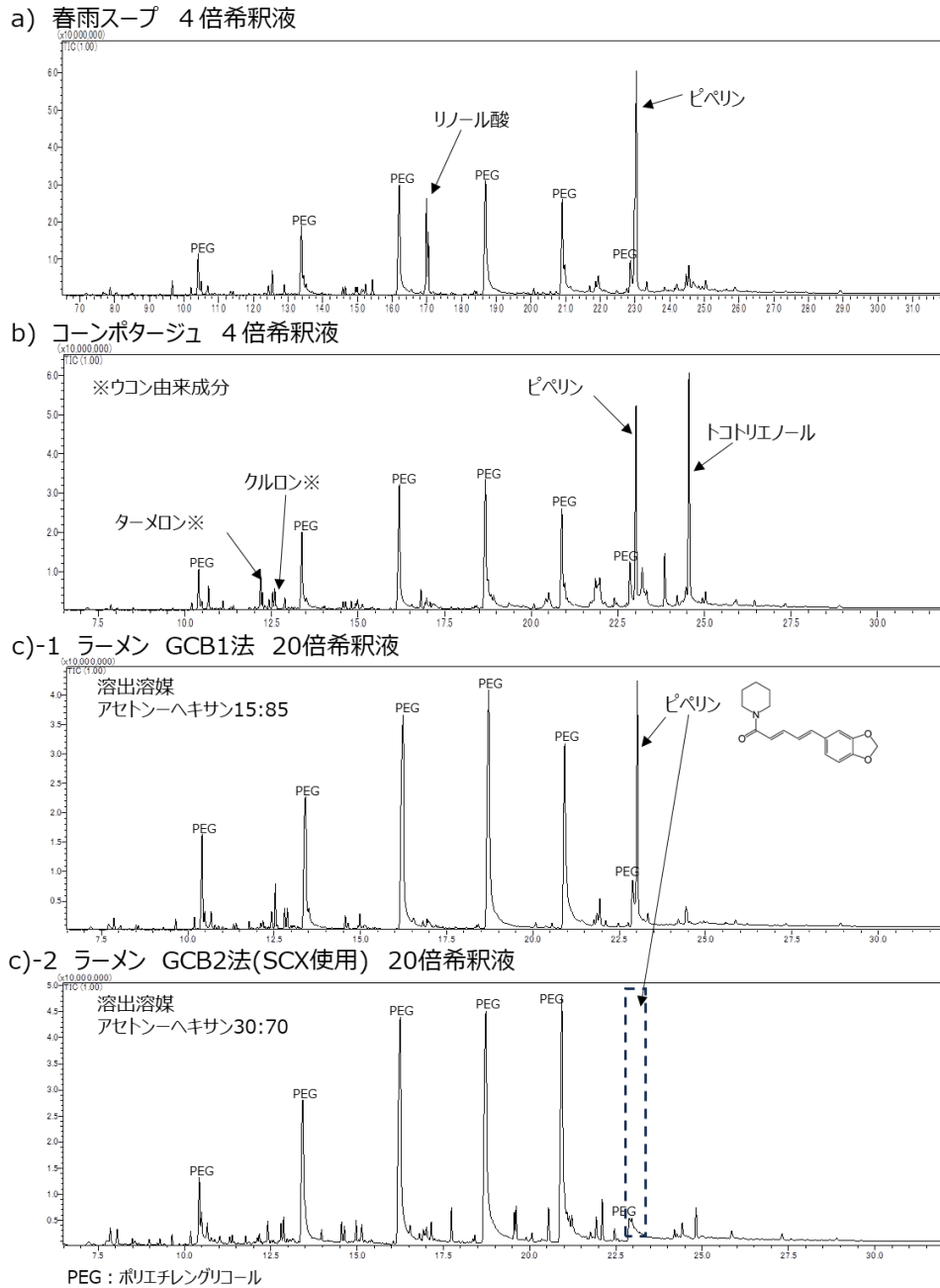


図2. 各試料のSCAN クロマトグラム

**【まとめ】**

複雑なマトリックスを含むインスタント食品についてSTQ-GCB1法における汎用性を検討した。春雨スープ、コーンポタージュでは一律基準濃度で、ラーメンでは試料中濃度0.05ppmで回収率、再現性ともにいずれの試料も概ね良好な結果が得られ、STQ法の汎用性が確認できた。今後も様々な試料についてSTQ法の汎用性を検討していく予定である。

表1 添加回収試験結果

(n=5)

No. 化合物名	春雨スープ		コーンポタージュ		ラーメン			
	試料中0.01ppm		試料中0.01ppm		試料中0.05ppm			
	GCB1法		GCB1法		GCB1法		GCB2法	
	A-H(15/85)		A-H(15/85)		A-H(15/85)		A-H(30/70)	
	回収率 <sup>1)</sup> (%)	RSD (RSD%)	回収率 <sup>1)</sup> (%)	RSD (RSD%)	回収率 <sup>1)</sup> (%)	RSD (RSD%)	回収率 <sup>1)</sup> (%)	RSD (RSD%)
1 1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4-イソプロピルフェニル)エタン	96	3.7	95	4.6	80	3.7	76	1.1
2 alpha-BHC	98	2.6	99	4.1	97	1.9	91	2.5
3 beta - BHC	96	3.8	95	4.1	90	3.0	87	1.7
4 gamma - BHC (リンデン)	100	2.9	99	2.6	95	2.2	91	2.6
5 delta - BHC	102	4.1	103	3.8	83	3.6	74	4.3
6 alpha-エンドスルファン	104	4.5	80	7.7	80	6.9	80	2.2
7 beta-エンドスルファン	94	9.0	94	5.1	89	3.4	86	5.5
8 DCIP	83	5.2	89	7.0	96	2.3	86	1.7
9 EPN	101	4.9	117	5.2	90	4.2	93	2.4
10 EPTC	95	2.5	98	5.0	100	2.6	91	3.4
11 MCPAチオエチル	94	2.6	95	2.7	89	2.5	85	2.5
12 MCPBエチル	98	4.0	101	3.0	92	2.4	87	1.7
13 TCMTB	79	9.9	66	8.1	60	6.2	46	9.2
14 XMC	99	4.5	105	5.4	95	1.1	86	1.6
15 アクリナトリン-1	115	3.8	170	10.3	82	5.3	89	3.4
16 アクリナトリン-2	122	5.7	116	8.1	75	4.6	70	6.9
17 アザリコナゾール	86	4.5	95	4.2	84	2.0	0	- <sup>2)</sup>
18 アジリノホスエチル	99	6.3	116	4.9	99	3.0	88	2.8
19 アジリノホスメチル	124	4.5	145	4.9	101	3.6	98	3.7
20 アセトクロール	100	4.5	107	3.9	98	3.0	86	1.5
21 アトラジン	101	4.9	112	4.2	106	0.9	0	- <sup>2)</sup>
22 アニロホス	109	4.6	120	4.8	95	2.2	91	2.7
23 アメトリン	90	6.4	96	3.0	88	3.0	0	- <sup>2)</sup>
24 アラクロール	96	4.5	103	5.6	102	1.9	92	1.3
25 アリドクロール	36	11.2	33	13.0	39	8.8	31	2.6
26 イサゾホス	101	3.7	106	4.7	103	2.8	85	2.2
27 イソカルボホス	106	8.2	110	5.5	96	9.4	101	4.8
28 イソキサジフェンエチル	101	3.4	113	5.0	93	3.2	86	4.8
29 イソキサチオン	99	3.9	114	6.4	87	1.5	85	3.6
30 イソフェンホス	99	3.3	103	3.0	95	2.5	84	1.8
31 イソフェンホスオキソソソ	101	4.8	111	4.1	93	2.2	64	6.3
32 イソプロピルロカルブ	99	3.5	100	3.9	98	1.4	88	1.6
33 イソプロピルロチオラン	106	4.2	104	2.0	96	2.6	89	4.2
34 イプロジオン	124	4.9	118	6.5	78	8.2	72	8.6
35 イプロペンホス	97	3.1	109	3.7	98	1.5	91	2.0
36 イミベリコナゾール	108	4.7	129	4.7	101	3.7	0	- <sup>2)</sup>
37 インドメタゾール	107	4.5	112	4.1	98	3.6	27	6.0
38 インドキサカルブ	112	4.1	126	5.4	93	3.5	88	5.9
39 ウニコナゾール (ウニコナゾールP)	85	6.2	103	7.7	91	3.3	0	- <sup>2)</sup>
40 エスプロカルブ	97	2.8	96	3.5	89	2.6	86	2.0
41 エタルフルラリン	112	2.2	117	4.6	98	4.8	100	4.9
42 エチオン	106	4.3	114	4.7	90	4.3	85	2.3
43 エチクロゼート	60	5.8	70	5.4	67	10.0	0	- <sup>2)</sup>
44 エチルイフェンホス	106	2.9	110	4.5	106	2.7	92	1.5
45 エトフェンプロックス	95	2.9	93	4.6	76	4.9	75	1.7
46 エトメセート	101	3.1	107	4.0	99	3.9	92	1.9
47 エトプロホス	106	3.0	90	3.9	108	1.7	95	2.9
48 エトベリコナゾール	116	4.2	120	3.6	102	3.8	77	1.8
49 エトリジアゾール	100	2.8	100	5.3	99	0.7	93	1.5
50 エトリムホス	97	3.6	102	3.7	98	1.1	1	- <sup>2)</sup>
51 エボキサコナゾール	95	3.8	104	4.0	93	3.0	0	- <sup>2)</sup>
52 エンドスルファンスルファート	100	9.2	99	7.1	82	6.7	62	10.9
53 オキサジアゾール	97	3.3	97	5.2	90	2.8	85	1.8
54 オキサジキシル	81	9.4	82	10.2	78	6.1	69	2.2
55 オキサヘトリニル	97	4.7	102	8.8	94	5.9	93	4.5
56 オキシプロルフェン	107	4.7	109	7.5	85	7.1	83	6.8
57 オキサコナゾール	92	4.8	102	6.0	81	2.3	0	- <sup>2)</sup>
58 オルトフェニルフェノール	80	4.2	84	4.4	80	4.5	87	2.1
59 カスタホス	106	3.1	111	4.4	105	1.4	98	1.6
60 カフェンストロール	117	4.4	130	6.7	102	2.8	88	3.4

1) フェナントレン-d体による回収率の補正は行っていない

2) 回収率が10%未満のため算出せず

表1 添加回収試験結果

(n=5)

試料 添加濃度 方法 溶出溶媒 No. 化合物名	春雨スープ		コーンポタージュ		ラーメン			
	試料中0.01ppm		試料中0.01ppm		試料中0.05ppm			
	GCB1法		GCB1法		GCB1法		GCB2法	
	A-H(15/85)		A-H(15/85)		A-H(15/85)		A-H(30/70)	
	回収率 <sup>1)</sup> (%)	RSD (RSD%)	回収率 <sup>1)</sup> (%)	RSD (RSD%)	回収率 <sup>1)</sup> (%)	RSD (RSD%)	回収率 <sup>1)</sup> (%)	RSD (RSD%)
61 カルフェントラゾ <sup>ン</sup> エチル	105	3.5	110	5.5	96	1.7	91	2.6
62 カルベ <sup>ン</sup> タミド <sup>ン</sup>	69	12.3	65	22.9	61	14.6	0	- <sup>2)</sup>
63 カルボ <sup>ン</sup> キシソ <sup>ン</sup>	86	5.5	99	5.6	84	2.2	72	4.7
64 カルボ <sup>ン</sup> フェノチオン	105	4.8	104	3.6	83	5.3	81	2.5
65 カルボ <sup>ン</sup> フラン	95	5.1	98	6.0	91	4.2	87	3.3
66 キザ <sup>ン</sup> ロホップ <sup>ン</sup> エチル(キザ <sup>ン</sup> ロホップ <sup>ン</sup> PEチル)	113	2.8	117	5.2	95	3.9	68	5.1
67 キシリルカルブ <sup>ン</sup>	100	4.0	105	4.8	100	1.9	91	2.0
68 キナルホス	96	2.8	101	3.9	94	2.1	62	6.6
69 キノキシフェ <sup>ン</sup>	84	4.0	82	3.9	80	3.0	0	- <sup>2)</sup>
70 キノクラミン	69	13.8	65	14.8	69	5.4	62	2.1
71 キノメチオネート	89	4.8	76	4.5	79	3.6	77	2.7
72 キントゼ <sup>ン</sup>	99	4.4	85	6.4	83	5.7	84	1.8
73 クリミジ <sup>ン</sup>	41	9.0	40	9.6	45	5.5	0	- <sup>2)</sup>
74 クレノキシムメチル	98	5.1	108	6.1	94	2.8	92	3.2
75 クロゾ <sup>ン</sup> リネート	96	2.5	104	2.8	91	3.9	83	6.7
76 クロマゾ <sup>ン</sup>	103	3.0	107	3.5	104	2.2	100	1.4
77 クロメトキシフェ <sup>ン</sup> (クロメトキシニル)	110	5.5	112	3.2	95	3.3	85	5.2
78 クロメゾ <sup>ン</sup> ロップ <sup>ン</sup>	92	3.0	111	6.0	84	3.3	86	2.6
79 クロルエトキシホス	100	2.5	99	3.8	89	2.6	85	8.2
80 クロルタールジ <sup>ン</sup> メチル	96	3.0	99	3.5	93	1.4	89	2.0
81 クロルニトロフェ <sup>ン</sup>	102	6.3	106	9.6	89	4.6	85	5.5
82 クロルビ <sup>ン</sup> リホス	95	3.1	100	3.2	85	2.4	84	2.2
83 クロルビ <sup>ン</sup> リホスメチル	99	3.9	102	5.6	91	3.5	90	2.8
84 クロルフェナビ <sup>ル</sup>	92	2.8	120	7.1	83	6.6	93	10.7
85 クロルフェンソ <sup>ン</sup>	97	3.1	101	3.5	89	2.6	77	2.2
86 (E)-クロルフェンビ <sup>ン</sup> ホス	100	4.3	115	4.8	90	2.5	95	1.5
87 (Z)-クロルフェンビ <sup>ン</sup> ホス	96	3.6	101	3.7	97	2.9	92	2.9
88 クロルゾ <sup>ン</sup> ファミ <sup>ン</sup>	107	2.3	114	7.2	108	3.4	96	5.3
89 クロルゾ <sup>ン</sup> ロファミ <sup>ン</sup>	92	3.2	108	4.2	101	4.1	80	2.3
90 クロルベ <sup>ン</sup> ソ <sup>ン</sup> ド <sup>ン</sup>	89	4.7	83	3.5	79	4.6	72	1.5
91 クロルベ <sup>ン</sup> ソ <sup>ン</sup> ジ <sup>ン</sup> レート <sup>3)</sup>	98	3.7	105	4.9	86	3.8	81	1.7
92 クロルメホス	101	3.2	103	4.6	101	0.9	94	1.7
93 クロルネブ <sup>ン</sup>	98	3.3	101	3.5	97	1.6	92	1.0
94 クロルゾ <sup>ン</sup> ロビ <sup>ン</sup> レート <sup>3)</sup>	98	2.7	100	4.5	87	3.0	82	1.0
95 シアナジ <sup>ン</sup>	90	8.3	90	9.5	88	2.7	0	- <sup>2)</sup>
96 シアノフェ <sup>ン</sup> ホス	108	4.5	106	3.7	100	5.0	94	4.5
97 シアノホス	96	4.2	105	2.6	98	2.8	95	1.1
98 ジ <sup>ン</sup> アリホス	100	4.0	105	5.4	86	2.3	81	3.3
99 ジ <sup>ン</sup> エトフェ <sup>ン</sup> カルブ <sup>ン</sup>	106	3.5	115	4.1	96	3.6	90	2.1
100 ジ <sup>ン</sup> オキサチオン	133	5.3	117	5.5	97	3.7	88	4.9
101 ジ <sup>ン</sup> オキサベ <sup>ン</sup> ソ <sup>ン</sup> ホス(サリチオン)	101	3.3	112	3.1	103	1.7	99	2.4
102 ジ <sup>ン</sup> クロシメット-1	93	6.1	102	5.2	98	4.1	85	3.2
103 ジ <sup>ン</sup> クロシメット-2	94	4.2	102	5.9	98	2.6	86	3.2
104 ジ <sup>ン</sup> クロフェ <sup>ン</sup> チオン	95	3.1	96	3.4	89	1.8	83	1.0
105 ジ <sup>ン</sup> クロゾ <sup>ン</sup> トラゾ <sup>ン</sup> ール	99	4.1	108	5.5	91	5.9	0	- <sup>2)</sup>
106 ジ <sup>ン</sup> クロベ <sup>ン</sup> ニル	94	3.6	98	4.2	99	0.9	91	1.4
107 ジ <sup>ン</sup> クロホップ <sup>ン</sup> メチル	91	2.7	93	4.2	91	2.3	84	1.6
108 ジ <sup>ン</sup> クロラン	104	3.1	109	7.6	117	3.8	102	3.6
109 ジ <sup>ン</sup> クロルホ <sup>ス</sup>	76	6.1	81	8.3	80	1.5	73	1.7
110 ジ <sup>ン</sup> スルホ <sup>ン</sup>	102	3.8	104	3.9	95	1.6	88	1.3
111 ジ <sup>ン</sup> スルホ <sup>ン</sup> スルホ <sup>ン</sup>	99	2.1	110	4.6	87	1.8	84	5.6
112 ジ <sup>ン</sup> タリムホス	95	2.3	98	3.3	87	3.9	89	3.4
113 ジ <sup>ン</sup> チオビ <sup>ル</sup>	101	4.1	105	4.8	90	4.0	88	2.5
114 ジ <sup>ン</sup> ニコナゾ <sup>ン</sup> ール	95	4.4	102	6.4	86	2.8	0	- <sup>2)</sup>
115 シニド <sup>ン</sup> エチル	115	3.8	129	5.0	101	3.1	95	1.7
116 シハロトリソ <sup>ン</sup> -1	107	4.8	113	8.0	80	2.8	80	2.8
117 シハロトリソ <sup>ン</sup> -2	101	3.1	116	5.3	83	2.6	80	1.9
118 シハロホップ <sup>ン</sup> チル	105	4.1	119	5.2	91	3.8	87	2.4
119 ジ <sup>ン</sup> フェナミド <sup>ン</sup>	101	4.6	106	5.0	99	1.1	67	7.0
120 ジ <sup>ン</sup> フェニル	94	3.2	95	5.2	89	2.6	88	2.2

1) フェナントレン-d体による回収率の補正は行っていない

2) 回収率が10%未満のため算出せず

3) クロロベンジレートとクロロプロピレートは分離不可のため合算

表1 添加回収試験結果

(n=5)

試料 添加濃度 方法 溶出溶媒 No. 化合物名	春雨スープ		コーンポタージュ		ラーメン			
	試料中0.01ppm		試料中0.01ppm		試料中0.05ppm			
	GCB1法		GCB1法		GCB1法		GCB2法	
	A-H(15/85)		A-H(15/85)		A-H(15/85)		A-H(30/70)	
	回収率 <sup>1)</sup> (%)	RSD (RSD%)	回収率 <sup>1)</sup> (%)	RSD (RSD%)	回収率 <sup>1)</sup> (%)	RSD (RSD%)	回収率 <sup>1)</sup> (%)	RSD (RSD%)
121 ジ`フェニルアミン	104	3.9	106	4.1	97	1.5	2	- <sup>2)</sup>
122 ジ`フェノコナゾ`-ル-1	98	5.4	106	4.1	89	2.3	0	- <sup>2)</sup>
123 ジ`フェノコナゾ`-ル-2	101	7.3	111	5.7	90	2.9	0	- <sup>2)</sup>
124 シフルトリン-1	114	2.9	119	4.4	82	4.7	77	3.0
125 シフルトリン-2	116	3.6	118	4.3	82	5.2	80	4.7
126 シフルトリン-3	109	2.9	114	5.3	78	2.7	81	5.2
127 シフルトリン-4	102	3.5	112	4.7	78	5.8	84	8.4
128 シフルフェナミド`	102	6.2	98	6.7	90	6.1	80	3.7
129 ジ`フルフェニカン	94	5.8	99	5.3	91	2.8	67	6.1
130 シブ`ロコナゾ`-ル-1,2	92	6.3	101	5.1	90	1.7	0	- <sup>2)</sup>
131 シブ`ロジ`ニル	90	4.2	95	3.7	82	2.6	0	- <sup>2)</sup>
132 シバ`ルメトリン-1	113	2.8	110	6.8	78	7.5	79	4.5
133 シバ`ルメトリン-2	108	4.3	113	5.9	79	4.5	82	5.9
134 シバ`ルメトリン-3	105	5.2	117	5.8	86	6.2	76	2.2
135 シバ`ルメトリン-4	106	4.0	116	5.1	79	4.0	80	7.0
136 シマジ`ン	84	5.5	84	6.7	87	4.0	0	- <sup>2)</sup>
137 シメコナゾ`-ル	92	3.7	105	3.5	93	1.9	0	- <sup>2)</sup>
138 ジ`メタメトリン	89	3.0	97	4.6	87	3.2	0	- <sup>2)</sup>
139 (E)-ジ`メチルピ`ンホス	99	4.7	111	3.5	101	2.5	93	2.6
140 (Z)-ジ`メチルピ`ンホス	100	4.7	112	4.6	97	2.4	89	2.2
141 ジ`メタナミド` (ジ`メタナミド` P)	98	3.2	105	3.0	99	2.5	95	2.8
142 ジ`メトモルフ-1	111	5.7	118	5.1	95	3.5	0	- <sup>2)</sup>
143 ジ`メトモルフ-2	113	3.8	122	4.0	100	3.1	0	- <sup>2)</sup>
144 シメトリン	80	4.3	86	4.2	82	2.6	0	- <sup>2)</sup>
145 ジ`ピ`ヘ`レート	96	4.1	95	3.7	93	3.2	82	1.5
146 シラフルオフェン	83	4.1	77	5.5	63	6.2	63	1.2
147 シンメチリン	103	1.3	99	2.2	100	2.4	82	5.7
148 スウェップ`	103	3.3	100	3.4	101	5.0	94	3.1
149 スピ`ロキサミン-1	61	7.2	72	4.0	57	6.0	0	- <sup>2)</sup>
150 スピ`ロキサミン-2	90	17.3	77	5.3	61	6.3	0	- <sup>2)</sup>
151 スピ`ロジ`クロフェン	92	3.3	102	8.7	75	12.9	81	7.9
152 スルブ`ロホス	104	3.7	114	5.8	88	3.7	80	3.4
153 スルホテップ`	100	3.5	115	4.4	99	2.9	92	3.6
154 ヴ`キサミド`	95	5.8	112	5.3	70	8.7	74	5.2
155 タ`バ`シル	62	9.9	63	12.7	67	6.8	60	4.2
156 タ`イアジ`ノ	92	4.1	94	3.0	90	3.8	0	- <sup>2)</sup>
157 タ`イアレート-1	106	3.3	102	3.6	96	2.8	93	1.5
158 タ`イアレート-2	107	4.0	101	4.4	102	4.2	97	1.6
159 チオヘ`ンカルブ`	97	4.2	102	0.7	90	2.2	89	2.2
160 チオメト`ン	107	3.1	115	4.2	107	1.5	94	4.3
161 テクナゼ`ン	105	3.8	96	5.5	89	2.8	90	2.7
162 テトラクロルピ`ンホス	100	4.0	106	3.3	96	3.6	90	2.7
163 テトラコナゾ`-ル	99	5.3	107	4.4	92	2.7	0	- <sup>2)</sup>
164 テトラジ`ホ	93	5.2	96	5.5	87	6.6	81	4.2
165 テトラメトリン-1	105	3.7	118	5.8	97	3.6	87	1.9
166 テトラメトリン-2	108	1.9	115	5.0	92	3.8	86	3.3
167 テニルクロ`ル	104	4.7	105	4.3	93	4.9	93	3.3
168 テブ`コナゾ`-ル	86	3.0	98	4.2	88	3.5	0	- <sup>2)</sup>
169 テブ`ピ`リムホス	94	4.1	95	3.7	85	2.2	2	- <sup>2)</sup>
170 テブ`フェンピ`ラト`	99	3.0	103	6.2	89	4.3	44	8.7
171 テフルトリン	90	3.7	91	3.4	83	2.5	79	1.7
172 テ`メト`ン-S-メチル (メチルジ`メト`ン)	90	5.2	93	7.5	90	3.5	75	5.3
173 テ`ルタメトリン-1 (トラロメトリン分解物-1)	106	5.9	134	5.5	92	5.2	79	5.8
174 テ`ルタメトリン-2 (トラロメトリン分解物-2)	103	2.4	108	6.1	95	6.2	78	5.2
175 テルブ`カルブ`	97	4.5	104	4.5	95	2.5	90	1.2
176 テルブ`トリン	89	4.8	99	4.7	89	2.0	0	- <sup>2)</sup>
177 テルブ`ホス	103	2.9	105	4.5	95	2.5	93	2.6
178 トリアジ`メノール-1	81	7.7	94	9.0	81	5.1	0	- <sup>2)</sup>
179 トリアジ`メノール-2	84	6.4	90	7.6	86	2.9	0	- <sup>2)</sup>
180 トリアジ`メホ	103	4.4	104	3.1	98	3.8	0	- <sup>2)</sup>

1) フェナントレン-d体による回収率の補正は行っていない

2) 回収率が10%未満のため算出せず

表1 添加回収試験結果

(n=5)

試料 添加濃度 方法 溶出溶媒 No. 化合物名	春雨スープ		コーンポタージュ		ラーメン			
	試料中0.01ppm		試料中0.01ppm		試料中0.05ppm			
	GCB1法		GCB1法		GCB1法		GCB2法	
	A-H(15/85)		A-H(15/85)		A-H(15/85)		A-H(30/70)	
	回収率 <sup>1)</sup> (%)	RSD (RSD%)	回収率 <sup>1)</sup> (%)	RSD (RSD%)	回収率 <sup>1)</sup> (%)	RSD (RSD%)	回収率 <sup>1)</sup> (%)	RSD (RSD%)
181 トリアゾ <sup>ル</sup> ホス	110	2.9	115	5.6	102	3.9	49	9.9
182 トリアルレート	90	3.1	85	4.1	85	3.3	79	2.1
183 トリアゾ <sup>ル</sup> ホス	99	3.6	93	5.2	84	3.5	84	3.9
184 トリアゾ <sup>ル</sup> リン	111	4.0	108	5.2	95	2.1	96	3.4
185 トリアゾ <sup>ル</sup> キシストロピ <sup>ン</sup>	110	4.4	110	5.7	93	4.1	91	3.2
186 トルクロホスメチル	98	2.2	101	5.1	91	1.3	89	1.7
187 トルフェンビ <sup>ラ</sup> ド	101	3.7	110	5.2	89	4.2	28	22.1
188 ナ <sup>ル</sup> ロバ <sup>ミ</sup> ド	104	5.7	110	4.5	96	4.4	42	18.8
189 ニトラリン	102	4.3	117	5.1	101	3.1	108	1.7
190 ニトタ <sup>ル</sup> イソ <sup>ル</sup> ロピ <sup>ル</sup>	108	4.2	113	4.0	96	2.1	98	1.7
191 ニトロフェン	110	4.3	98	4.1	82	3.6	84	4.3
192 ノルフルラ <sup>ン</sup>	82	5.9	92	4.1	86	1.7	30	19.4
193 バ <sup>ル</sup> ク <sup>ル</sup> トラ <sup>ル</sup> ール	92	7.0	104	4.1	97	1.5	0	- <sup>2)</sup>
194 バ <sup>ル</sup> ラチオン	113	4.6	112	3.9	97	4.0	95	3.4
195 バ <sup>ル</sup> ラチオンメチル	113	4.0	116	4.6	103	2.4	100	2.9
196 ハルフェン <sup>ル</sup> ロックス	100	3.0	92	5.2	68	6.6	70	2.0
197 ビ <sup>ル</sup> コリナフェン	102	3.3	106	5.0	88	1.8	82	2.4
198 ビ <sup>ル</sup> テルタノール-1,2	89	5.0	98	5.0	81	2.5	0	- <sup>2)</sup>
199 ビ <sup>ル</sup> フェナセ <sup>ル</sup> ート	120	4.3	131	6.6	106	3.8	18	11.8
200 ビ <sup>ル</sup> フェノックス	107	4.4	113	6.0	96	5.2	96	5.7
201 ビ <sup>ル</sup> フェントリン	87	4.2	88	4.4	72	5.3	72	1.3
202 ビ <sup>ル</sup> ロニル <sup>ル</sup> トキシド	96	3.6	105	3.4	90	2.9	83	1.9
203 ビ <sup>ル</sup> ロホス	107	4.6	117	4.0	92	2.4	78	3.0
204 ビ <sup>ル</sup> ラクロストロピ <sup>ン</sup>	165	5.4	186	5.9	116	2.8	78	4.7
205 ビ <sup>ル</sup> ラクロホス	104	2.8	114	3.7	96	3.3	85	1.0
206 ビ <sup>ル</sup> ラ <sup>ル</sup> ホス	121	3.6	125	6.6	98	2.4	9	- <sup>2)</sup>
207 ビ <sup>ル</sup> ラフルフェンエチル	97	6.2	103	6.0	91	4.5	83	1.5
208 ビ <sup>ル</sup> リダ <sup>ル</sup> フェンチオン	110	6.0	124	5.2	100	2.9	93	3.7
209 ビ <sup>ル</sup> リダ <sup>ル</sup> ベン <sup>ル</sup>	101	2.9	100	5.2	85	4.3	77	1.5
210 (E)-ビ <sup>ル</sup> リフェノックス	70	7.0	81	8.4	73	7.4	0	- <sup>2)</sup>
211 (Z)-ビ <sup>ル</sup> リフェノックス	73	6.0	82	7.8	76	3.6	0	- <sup>2)</sup>
212 ビ <sup>ル</sup> リ <sup>ル</sup> チカル <sup>ル</sup>	102	4.3	110	5.3	86	3.4	14	33.8
213 ビ <sup>ル</sup> リ <sup>ル</sup> ロキシフェン	100	3.7	98	4.7	84	4.0	0	- <sup>2)</sup>
214 ビ <sup>ル</sup> リミジ <sup>ル</sup> フェン	85	4.1	87	3.8	80	3.2	0	- <sup>2)</sup>
215 ビ <sup>ル</sup> リミホスメチル	100	4.1	106	3.8	89	3.2	0	- <sup>2)</sup>
216 (E)-ビ <sup>ル</sup> リミノバ <sup>ル</sup> ックメチル	93	3.5	103	4.3	96	2.5	1	- <sup>2)</sup>
217 (Z)-ビ <sup>ル</sup> リミノバ <sup>ル</sup> ックメチル	105	3.5	111	4.0	96	2.3	1	- <sup>2)</sup>
218 ビ <sup>ル</sup> リメタニル	107	13.1	88	5.6	85	3.1	0	- <sup>2)</sup>
219 ビ <sup>ル</sup> ロキロン	72	6.9	72	8.9	77	4.7	1	- <sup>2)</sup>
220 ビ <sup>ル</sup> ンク <sup>ル</sup> ロ <sup>ル</sup> リン	106	2.6	104	4.3	94	4.1	87	1.7
221 ファモキサ <sup>ル</sup> ド <sup>ル</sup> ン	98	3.8	110	5.7	91	3.2	91	6.2
222 ファ <sup>ル</sup> ロニル	95	3.9	108	3.8	100	4.2	94	2.8
223 フェナミホス	90	6.1	105	5.3	87	4.3	33	17.3
224 フェナリモル	91	4.1	96	4.1	91	2.3	0	- <sup>2)</sup>
225 フェントロチオン	117	2.7	120	4.8	99	3.8	101	4.6
226 フェノキサニル	101	3.1	109	5.1	101	3.2	92	0.7
227 フェノキサ <sup>ル</sup> ロ <sup>ル</sup> グ <sup>ル</sup> エチル (フェノキサ <sup>ル</sup> ロ <sup>ル</sup> グ <sup>ル</sup> Pエチル)	96	3.6	103	5.7	92	2.6	83	2.7
228 フェノチオカル <sup>ル</sup>	101	3.4	104	3.2	98	2.2	88	2.8
229 フェノトリ <sup>ル</sup> -1	103	5.3	71	13.8	84	5.6	85	6.7
230 フェノトリ <sup>ル</sup> -2	110	2.4	91	4.4	80	7.6	75	3.7
231 フェリム <sup>ル</sup> ン	82	9.3	92	9.7	87	5.1	0	- <sup>2)</sup>
232 フェンアミド <sup>ル</sup> ン	100	4.7	108	5.0	96	3.8	0	- <sup>2)</sup>
233 フェンク <sup>ル</sup> ロ <sup>ル</sup> ホス	100	4.0	94	3.3	87	2.5	85	2.4
234 フェンスルホチオン	102	7.2	129	9.0	86	4.6	21	30.1
235 フェンチオン	101	2.9	106	5.4	93	3.4	91	2.9
236 フェントエート	93	4.2	105	4.6	99	2.6	85	1.6
237 フェンバ <sup>ル</sup> レレート-1	96	3.8	106	4.3	82	3.3	78	4.5
238 フェンバ <sup>ル</sup> レレート-2 (エスフェンバ <sup>ル</sup> レレート)	101	4.0	104	4.8	80	3.8	77	5.3
239 フェン <sup>ル</sup> コナ <sup>ル</sup> ール	95	3.5	107	4.2	87	1.0	0	- <sup>2)</sup>
240 フェン <sup>ル</sup> ロバ <sup>ル</sup> トリ <sup>ル</sup>	99	4.2	102	5.8	84	4.2	81	2.1

1) フェナントレン-d体による回収率の補正は行っていない

2) 回収率が10%未満のため算出せず



表1 添加回収試験結果

(n=5)

試料 添加濃度 方法 溶出溶媒 No. 化合物名	春雨スूप		コーンポタージュ		ラーメン			
	試料中0.01ppm		試料中0.01ppm		試料中0.05ppm			
	GCB1法		GCB1法		GCB1法		GCB2法	
	A-H(15/85)		A-H(15/85)		A-H(15/85)		A-H(30/70)	
	回収率 <sup>1)</sup> (%)	RSD (RSD%)	回収率 <sup>1)</sup> (%)	RSD (RSD%)	回収率 <sup>1)</sup> (%)	RSD (RSD%)	回収率 <sup>1)</sup> (%)	RSD (RSD%)
241 フェン <sup>+</sup> ロビ <sup>-</sup> モル <sup>+</sup>	89	4.0	95	3.6	77	4.3	0	- <sup>2)</sup>
242 フサライド <sup>+</sup>	102	3.1	105	5.8	99	2.0	95	1.4
243 フ <sup>+</sup> タクロール	92	3.4	96	5.4	89	2.5	88	2.9
244 フ <sup>+</sup> タフェナシル	118	3.8	133	5.4	97	2.6	90	1.2
245 フ <sup>+</sup> タミホス	106	5.8	107	5.1	89	4.3	93	4.1
246 フ <sup>+</sup> チレート	94	3.4	95	4.7	94	2.3	90	1.7
247 フ <sup>+</sup> ビ <sup>-</sup> リメート	88	5.0	98	3.9	89	4.9	0	- <sup>2)</sup>
248 フ <sup>+</sup> ブ <sup>-</sup> ロフェジ <sup>+</sup> ン	91	6.0	89	4.0	85	6.3	0	- <sup>2)</sup>
249 フラム <sup>+</sup> フ <sup>-</sup> ロップ <sup>+</sup> メチル	97	5.6	107	3.8	97	3.3	90	2.7
250 フラメト <sup>+</sup> ビ <sup>-</sup> ル	99	3.6	115	6.2	96	5.1	1	- <sup>2)</sup>
251 フリラゾ <sup>-</sup> ール	96	3.1	110	2.9	103	2.0	93	2.1
252 フルアクリ <sup>+</sup> ビ <sup>-</sup> リム	107	4.6	118	6.4	94	2.6	86	3.0
253 フルキンコナゾ <sup>-</sup> ール	103	4.2	110	5.6	90	2.0	1	- <sup>2)</sup>
254 フルジ <sup>+</sup> オキソニル	48	11.1	48	11.0	49	18.5	86	3.1
255 フルシト <sup>+</sup> リネート-1	106	3.5	119	5.9	88	4.0	84	3.9
256 フルシト <sup>+</sup> リネート-2	109	4.1	118	6.0	85	3.7	82	3.5
257 フルシラゾ <sup>-</sup> ール	102	5.1	103	7.0	94	3.5	0	- <sup>2)</sup>
258 フルチアセ <sup>+</sup> ットメチル	120	5.4	135	5.8	95	3.8	0	- <sup>2)</sup>
259 フルト <sup>+</sup> ラニル	95	3.4	104	5.3	93	2.7	91	1.6
260 フルト <sup>+</sup> リアホル	62	6.0	70	4.2	63	8.6	0	- <sup>2)</sup>
261 フルバ <sup>+</sup> リネート-1	99	6.7	111	7.3	72	7.0	70	9.5
262 フルバ <sup>+</sup> リネート-2	104	3.2	105	6.3	73	8.5	69	11.5
263 フルフェ <sup>+</sup> ンビ <sup>-</sup> ルエチル	112	2.0	124	6.2	100	3.2	90	2.8
264 フルミ <sup>+</sup> オキサジ <sup>+</sup> ン	114	5.9	147	6.4	105	5.2	98	1.7
265 フルミク <sup>+</sup> ロラック <sup>+</sup> ベ <sup>-</sup> ンチル	124	3.5	138	6.0	96	3.9	92	4.4
266 フルリ <sup>+</sup> ン	71	4.8	72	4.3	71	5.6	0	- <sup>2)</sup>
267 フ <sup>+</sup> レチラ <sup>+</sup> クロール	100	2.6	101	2.5	96	2.7	88	1.7
268 フ <sup>+</sup> ロジミ <sup>+</sup> ト <sup>+</sup> ン	99	6.1	102	3.2	91	4.2	93	1.0
269 フ <sup>+</sup> ロチ <sup>+</sup> オホス	91	5.9	84	3.1	79	5.2	73	4.2
270 フ <sup>+</sup> ロバ <sup>+</sup> ク <sup>+</sup> ロール	97	3.7	107	4.5	98	1.0	93	2.1
271 フ <sup>+</sup> ロバ <sup>+</sup> ジ <sup>+</sup> ン	101	3.7	109	2.6	104	2.2	96	1.3
272 フ <sup>+</sup> ロバ <sup>+</sup> ニル	99	5.9	111	2.9	100	3.2	91	3.9
273 フ <sup>+</sup> ロバ <sup>+</sup> ホス	93	4.2	102	4.5	93	2.8	85	3.8
274 フ <sup>+</sup> ロバ <sup>+</sup> ルキ <sup>+</sup> ット-1,2	96	4.4	100	1.7	87	3.3	81	1.5
275 フ <sup>+</sup> ロビ <sup>+</sup> コナゾ <sup>+</sup> ール-1	87	5.2	113	5.2	92	1.6	16	24.5
276 フ <sup>+</sup> ロビ <sup>+</sup> コナゾ <sup>+</sup> ール-2	90	5.1	103	3.7	94	3.4	0	- <sup>2)</sup>
277 フ <sup>+</sup> ロビ <sup>+</sup> サ <sup>+</sup> ミド <sup>+</sup>	92	3.3	100	4.3	93	1.4	87	2.2
278 フ <sup>+</sup> ロフェ <sup>+</sup> ノホス	99	3.1	110	4.7	93	1.8	89	1.8
279 フ <sup>+</sup> ロホ <sup>+</sup> キスル	87	6.2	88	6.7	87	2.7	78	1.5
280 フ <sup>+</sup> ロマ <sup>+</sup> シル	38	11.6	36	15.2	39	13.4	51	4.8
281 フ <sup>+</sup> ロム <sup>+</sup> コナゾ <sup>+</sup> ール-1	93	6.1	103	4.7	87	3.4	0	- <sup>2)</sup>
282 フ <sup>+</sup> ロム <sup>+</sup> コナゾ <sup>+</sup> ール-2	102	5.1	115	7.0	96	4.1	0	- <sup>2)</sup>
283 フ <sup>+</sup> ロメ <sup>+</sup> トリ <sup>+</sup> ン	92	3.3	98	4.1	91	1.7	0	- <sup>2)</sup>
284 フ <sup>+</sup> ロモ <sup>+</sup> フ <sup>+</sup> チド <sup>+</sup>	106	4.3	118	4.5	101	1.3	92	6.0
285 フ <sup>+</sup> ロモ <sup>+</sup> フ <sup>+</sup> ロビ <sup>+</sup> レート	97	4.1	100	4.8	86	3.9	81	2.1
286 フ <sup>+</sup> ロモ <sup>+</sup> ホス	99	3.2	93	6.1	90	4.0	91	1.6
287 フ <sup>+</sup> ロモ <sup>+</sup> ホスエチル	92	4.3	85	3.3	79	4.2	77	2.5
288 ヘキサ <sup>+</sup> コナゾ <sup>+</sup> ール	80	3.2	98	5.4	84	6.3	0	- <sup>2)</sup>
289 ヘキサ <sup>+</sup> ジ <sup>+</sup> ノ <sup>+</sup> ン	69	7.7	73	7.8	73	4.9	0	- <sup>2)</sup>
290 ヘ <sup>+</sup> ナラ <sup>+</sup> キシル	99	2.9	100	4.6	98	2.5	95	3.0
291 ヘ <sup>+</sup> ノキサ <sup>+</sup> コール	98	2.8	105	3.4	100	4.1	89	2.2
292 ヘ <sup>+</sup> ノメ <sup>+</sup> トリ <sup>+</sup> ン-1	91	3.9	91	9.8	75	6.8	71	2.6
293 ヘ <sup>+</sup> ノメ <sup>+</sup> トリ <sup>+</sup> ン-2	102	4.2	94	3.9	80	4.3	74	2.8
294 ヘ <sup>+</sup> ノコ <sup>+</sup> ナゾ <sup>+</sup> ール	94	3.8	98	4.2	89	3.0	0	- <sup>2)</sup>
295 ヘ <sup>+</sup> ノデ <sup>+</sup> イメ <sup>+</sup> タリン	106	4.4	114	5.4	88	3.9	90	4.6
296 ヘ <sup>+</sup> ノト <sup>+</sup> キサ <sup>+</sup> ジ <sup>+</sup> ン	107	4.1	113	5.1	89	2.1	85	2.5
297 ヘ <sup>+</sup> ノソ <sup>+</sup> ラリン	108	4.6	111	5.1	96	3.9	98	1.7
298 ヘ <sup>+</sup> ノソ <sup>+</sup> ラセート	98	4.9	103	3.0	98	3.3	88	3.0
299 ホ <sup>+</sup> サ <sup>+</sup> ロ <sup>+</sup> ン	117	3.4	131	6.0	95	3.5	91	2.5
300 ホ <sup>+</sup> サ <sup>+</sup> アゼ <sup>+</sup> ート-1	105	4.7	112	6.2	103	5.2	93	4.4

1)フェナントレン-d体による回収率の補正は行っていない

2)回収率が10%未満のため算出せず

表1 添加回収試験結果

(n=5)

試料 添加濃度 方法 溶出溶媒 No. 化合物名	春雨スープ		コーンポタージュ		ラーメン			
	試料中0.01ppm		試料中0.01ppm		試料中0.05ppm			
	GCB1法		GCB1法		GCB1法		GCB2法	
	A-H(15/85)		A-H(15/85)		A-H(15/85)		A-H(30/70)	
	回収率 <sup>1)</sup> (%)	RSD (RSD%)	回収率 <sup>1)</sup> (%)	RSD (RSD%)	回収率 <sup>1)</sup> (%)	RSD (RSD%)	回収率 <sup>1)</sup> (%)	RSD (RSD%)
301 ホスチアゼート-2	100	5.9	108	3.3	96	4.5	96	2.9
302 ホスファミトロン-1	86	5.8	94	6.9	91	8.1	15	26.0
303 ホスファミトロン-2	95	6.0	103	5.2	94	4.5	29	14.0
304 ホスメット	110	4.5	129	4.6	84	3.5	84	4.7
305 ホノホス	98	2.3	102	3.4	94	2.6	92	2.0
306 ホルモチオン	58	11.5	57	12.9	41	6.6	35	6.0
307 ホレート	108	2.2	109	4.6	109	2.2	95	2.9
308 マラチオン	103	4.8	112	4.0	92	2.3	95	2.1
309 ミクロプロタコル	98	4.5	102	4.7	94	3.2	0	- <sup>2)</sup>
310 メカルバム	105	5.3	97	5.3	98	6.7	102	7.1
311 メタクリホス	97	3.2	102	3.9	97	1.5	91	1.2
312 メタキシシ (メフェノキサム)	98	3.9	105	6.1	100	1.5	86	3.2
313 メチダチオン	101	3.9	108	2.9	97	2.6	92	1.6
314 メトキシクロール	92	4.0	101	5.0	90	2.5	82	1.8
315 (E)-メトミノストロビン	96	1.8	108	3.9	93	1.8	83	1.4
316 (Z)-メトミノストロビン	99	4.5	111	4.3	95	2.8	47	11.8
317 メトラクロー (S-メトラクロー)	99	3.3	106	3.6	96	1.8	94	1.5
318 メトリブジン	57	11.3	55	10.8	61	8.7	0	- <sup>2)</sup>
319 メフェナセツ	104	4.3	116	4.3	98	2.2	2	- <sup>2)</sup>
320 メフェンピルジエチル	99	3.7	104	3.8	94	1.9	86	2.6
321 メプロニル	107	5.5	117	5.0	97	2.9	90	1.7
322 モリネート	91	4.0	100	4.3	98	1.0	93	2.6
323 レスメトリン-1	72	10.1	110	9.8	83	10.2	51	6.8
324 レスメトリン-2 (ヒオレスメトリン)	75	7.3	94	3.5	69	4.6	50	6.1
325 レナシル	75	4.7	80	6.9	79	2.4	77	2.8
326 レプロトホス	97	4.7	87	5.3	75	5.5	73	4.5

1) フェナントレン-d体による回収率の補正は行っていない

2) 回収率が10%未満のため算出せず

## 【参考文献】

- 1) 島ら：第43回農薬残留分析研究会講演要旨集 p.173-182 (2020)
- 2) 島ら：第45回農薬残留分析研究会講演要旨集 p.161-170 (2022)
- 3) 手銭ら：第35回農薬残留分析研究会講演要旨集 p.83-91 (2012)

Examination of residual pesticide analysis in processed foods by STQ method(2)  
Mikie Shima, Kenji Konishi, Masami Kawakami, Isao Saito (AiSTI SCIENCE  
CO.,Ltd.)

# STQ法による加工食品中残留農薬分析の検討(2)

○島三記絵、小西賢治、川上正美、斎藤勲  
株式会社アイスティサイエンス

## 1.はじめに

演者らは食品中の残留農薬一斉分析法であるSTQ法<sup>※</sup>(自動分析法を含む)を提案しており、青果物だけでなく冷凍食品、レトルト食品、総菜などの加工食品への検討も行っている<sup>1)2)</sup>。本報告ではその続編として炭水化物、脂質、香辛料、乾燥野菜など複雑なマトリックスで構成され、いずれも乾燥品であるためマトリックスも濃縮された状態にあるインスタント食品の春雨スープ、コーンポタージュ、ラーメン(袋めん)におけるSTQ法の汎用性について検討を行った。 ※STQ法: Solid phase extraction Technique with QuEChERS Method

## 2.実験方法 (1)前処理方法

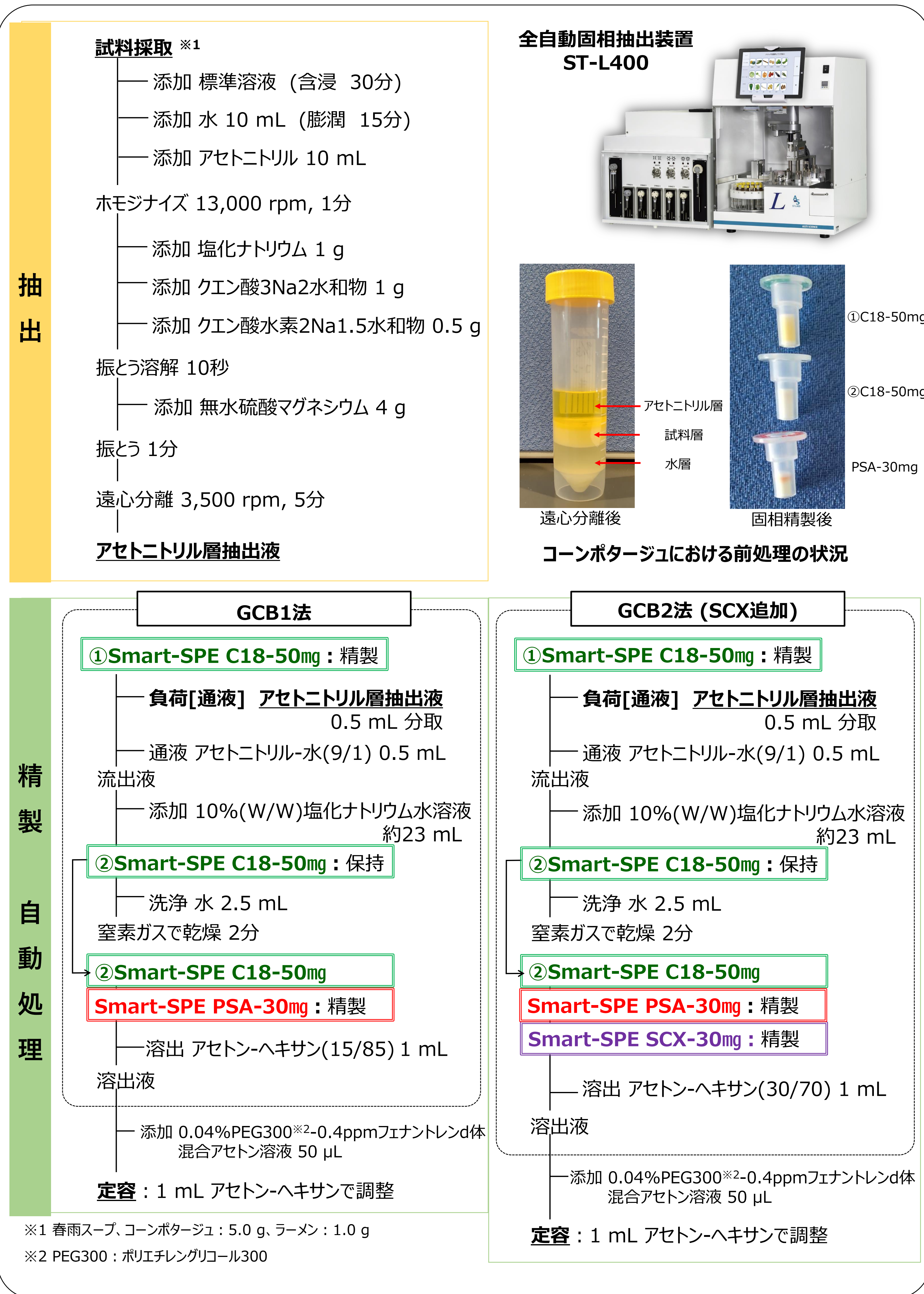


図1 前処理フロー

## (2)測定条件

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

- 注入口温度: 70 °C(0.16 min)-120 °C/min-240 °C-50 °C/min-290 °C(26 min)
- 注入法: 大量注入法
- 注入量: 25 µL
- キャリアガス: ヘリウム
- ガス制御: 線速度, 40 cm/min
- プレカラム: 不活性シリカキャピラリーチューブ  
0.5 m × 0.250 mm I.D., 0.350 mm O.D. (ジエールサイエンス)
- 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(4 min)-25 °C/min-125 °C(0 min) -10 °C/min-310 °C(8 min)
- インターフェース温度: 290 °C
- イオン源温度: 260 °C
- MS条件: MRM

## 4.まとめ

複雑なマトリックスを含むインスタント食品についてSTQ-GCB1法における汎用性を検討した。春雨スープ、コーンポタージュでは試料中濃度0.01ppmで、ラーメンでは試料中濃度0.05ppmで回収率、再現性ともに概ね良好な結果が得られた。またラーメンでSCXを使用した場合、ピペリンの除去効果のもと約200成分で試料中濃度0.01ppmの添加回収試験で良好な結果が得られた。これらの結果よりSTQ法の汎用性を示すことができた。

## 5.参考文献

- 1)島ら: 第43回農薬残留分析研究会講演要旨集p.173-182 (2020)、2)島ら: 第45回農薬残留分析研究会講演要旨集p.161-170 (2022)、3)手銭ら: 第35回農薬残留分析研究会講演要旨集p.83-91 (2012)

## 3.結果

### (1)添加回収試験

各試料から図2に示すような成分が検出された(成分名はいずれもマススペクトルから推定される化合物)。コーンポタージュでは一部の成分でマトリックス効果が推測されたが各試料ともGCB1法で対象成分の約9割で回収率70~120%、RSD20%未満の良好な結果が得られた(表1)。尚、ラーメンではコショウ由来と推測されるピペリンが多く検出されたため(図2.c)-1)、試料採取量を1.0 gとした。

表1 添加回収率分布

試料	春雨スープ		コーンポタージュ		ラーメン	
	5.0 g	5.0 g	1.0 g	5.0 g	5.0 g	5.0 g
試料採取量	5.0 g	5.0 g	1.0 g	5.0 g	5.0 g	5.0 g
添加濃度	試料中0.01ppm	試料中0.01ppm	試料中0.05ppm	試料中0.01ppm	試料中0.01ppm	試料中0.01ppm
方法	GCB1法	GCB1法	GCB1法	GCB2法(SCX追加)	GCB2法(SCX追加)	GCB2法(SCX追加)
溶出溶媒	A-H <sup>※</sup> (15/85)	A-H(15/85)	A-H(15/85)	A-H(30/70)	A-H(30/70)	A-H(30/70)
併行数	n=5	n=5	n=5	n=5	n=5	n=3
50%未満	4	4	5	88	83	83
50~70%	9	8	12	15	24	24
70~120%	304	292	309	223	218	218
120%以上	9	22	0	0	1	1

※A-H: アセトン-ヘキサン

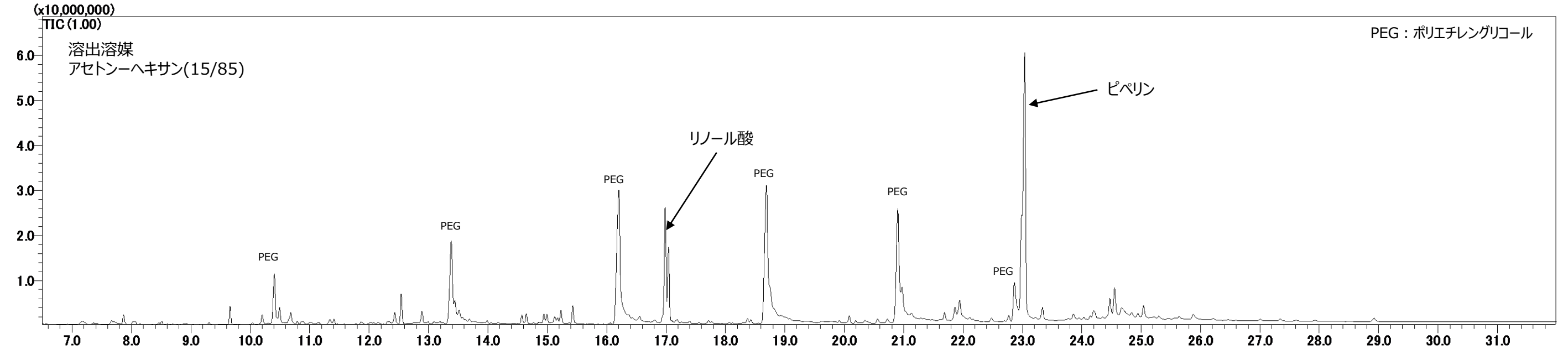
### (2)SCXの検討(GCB2法)

ピペリンはSCXによる除去効果が報告されているため<sup>3)</sup> SCXを追加したGCB2法も検討を行った。その結果ピペリンは除去されたが(図2.c)-2)、約100成分で回収率が10%未満となった(ジフェノコナゾール、ピリミホスメチル、ブプロフェジンなど)。これらは構造にNが含まれプラスに帯電しているため溶出されなかったと考えられる。

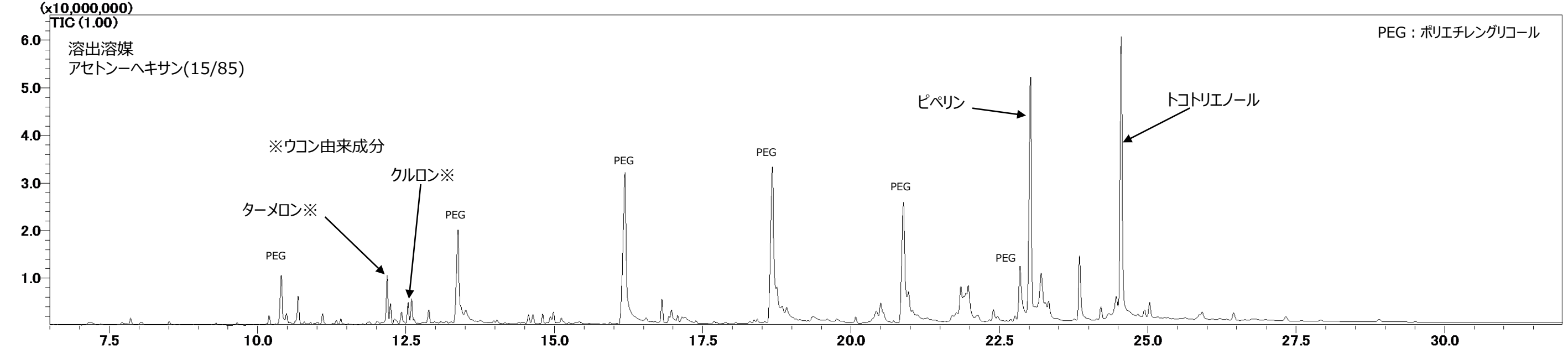
そこで回収率向上のため溶出溶媒アセトン-ヘキサン比を30:70としたところ十数成分ではあるが回収率の向上がみられ、かつピペリンの除去効果は維持されていたためGCB2法では30:70を採用した。

試料採取量を5.0g(4倍希釈)とした場合もピペリンの除去効果は維持されていた(図2.c)-3)。また回収率は試料採取量1.0g(20倍希釈)と概ね同様の分布を示しており、SCXで回収可能な約200成分について添加濃度試料中0.01ppmで良好な回収率が得られた(表1)。

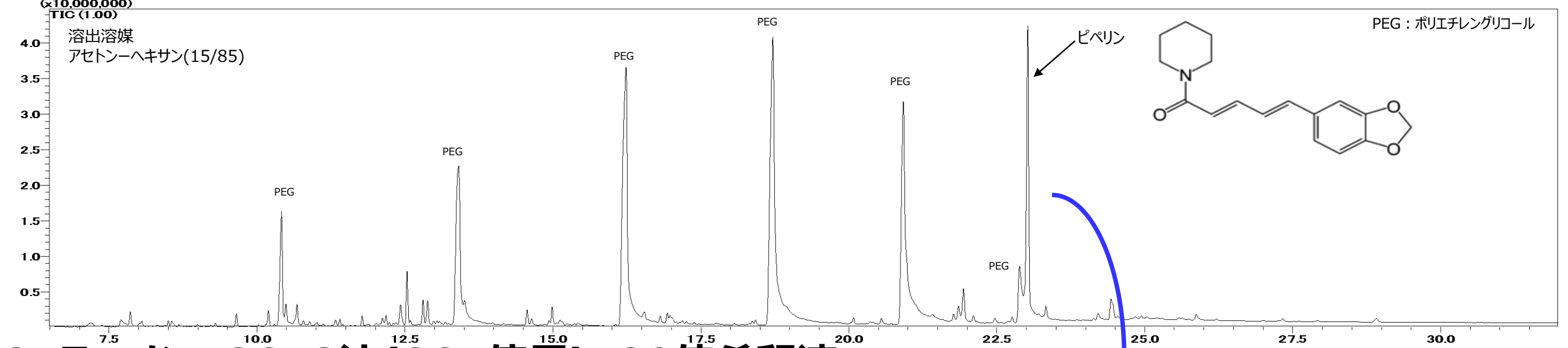
### a) 春雨スープ 4倍希釈液



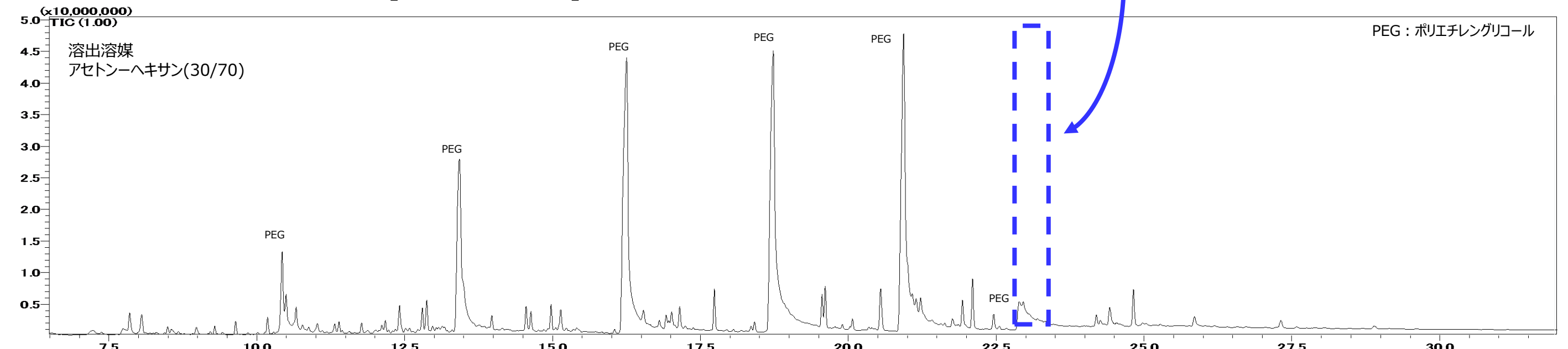
### b) コーンポタージュ 4倍希釈液



### c)-1 ラーメン GCB1法 20倍希釈液



### c)-2 ラーメン GCB2法(SCX使用) 20倍希釈液



### c)-3 ラーメン GCB2法(SCX使用) 試料採取量の比較

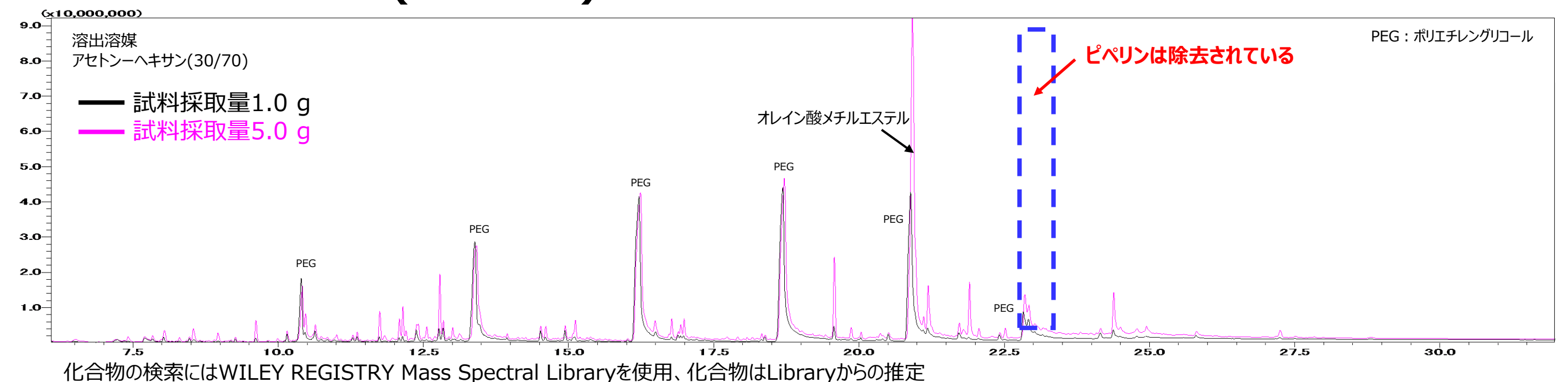


図2 各試料のSCANクロマトグラム