

## LC-MS/MS による緑茶中の残留農薬一斉試験法

(2012年4月6日受付)

(2012年5月31日受理)

齊藤静夏、根本 了、松田りえ子

国立医薬品食品衛生研究所 食品部

## Multiresidue method for determination of pesticides in green tea by LC-MS/MS

(Received April 6, 2012)

(Accepted May 31, 2012)

Shizuka Saito, Satoru Nemoto, Rieko Matsuda

Division of Foods, National Institute of Health Sciences

## Abstract

A multiresidue method for the determination of pesticides in green tea was developed by modification of Japanese official method. In this method, a sample was allowed to swell in water before extraction with acetonitrile. After the removal of water by salting-out, the crude extract was passed through an ODS mini-column, and then purified by a tandemized graphitized carbon/primary secondary amine (PSA) mini-column and graphitized carbon mini-column, prior to the determination by LC-MS/MS. The recoveries of 135 compounds from fortified green tea after a spike at maximum residue levels (MRLs) set by Japan, were in the ranged from 70 to 106%, except for 15 compounds, and the relative standard deviations were within the required analytical performance criteria for pesticide residues in Japan. The limits of quantitation (LOQs) of all the tested compounds were below MRLs set by Japan.

Keywords : 農薬、緑茶、一斉試験法、液体クロマトグラフ-タンデム型質量分析計  
pesticide, green tea, multiresidue method, LC-MS/MS

## I 緒言

茶を対象とした LC-MS/MS による残留農薬の一斉試験法として、厚生労働省より「LC-MS による農薬等の一斉試験法 I (農産物)」<sup>1)</sup> (以下、通知法) が通知されている。通知法は、Fillion J. らによって報告された野菜・果実を対象とした多成分分析法<sup>2)</sup> をベースに開発された試験法であり、酸性農薬を除く幅広い農薬に適用可能な方法とされている。しかし、茶のような夾雑成分の非常に多い食品に対しては精製が不十分であり、LC-MS および LC-MS/MS 測定において、試料マトリックスによるイオン化阻害を受けやすいことや、装置が著しく汚染して感度低下を生じやすい等の問題点があるため、試験法の改良が望まれている。そこで本研究では、通知法を改良し、緑茶を対象としてミニカラム精製および LC-MS/MS による残留農薬の一斉試験法を検討したので報告する。

## II 実験方法

## 1. 試料

市販の緑茶(製茶)を遠心粉砕機で粉砕して均一化し、425  $\mu\text{m}$  の標準網ふるいに通したものをを用いた。

## 2. 試薬・試液

有機溶媒および試薬は、関東化学(株)または和光純薬工業(株)の残留農薬試験用試薬を用いた。ケイソウ土は、和光純薬工業(株)製のセライト545を用いた。試験溶液の調製で用いた水は、超高純度蒸留水精製装置で蒸留したものをを用いた。LC-MS/MS の移動相溶媒は、関東化学(株)製の LC-MS 用蒸留水およびメタノールを用いた。

各農薬標準品は、林純薬工業(株)、関東化学(株)および和光純薬工業(株)の残留農薬試験用試薬を用いた。標準原液(1000 mg/L)は、各農薬 10 mg を精秤し、アセトニトリル 10 mL に溶解して調製した。検量線作成用および添