

LC-MS/MS を用いた茶熱湯浸出液中の残留農薬一斉分析法

(2013年8月7日受付)

(2013年11月1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 tea infusion by LC-MS/MS

(Received August 7, 2013)

(Accepted November 1, 2013)

Shizuka Saito, Satoru Nemoto, Rieko Matsuda

Division of Foods, National Institute of Health Sciences

Abstract

An LC-MS/MS multiresidue method for the determination of pesticides in tea infusion was developed. An aliquot of tea infusion was cleaned up by macroporous diatomaceous earth column prior to LC-MS/MS determination. The recoveries for the tested pesticides (43 compounds) from infusion of green tea, oolong tea, and black tea after spiking at 0.05 ppm (0.1 ppm for lufenuron and triflumizole) were within the range 71–108%, with the relative standard deviations <15%, except for acrinathrin in oolong tea and black tea. No interfering peak was observed in the chromatograms of the blank extracts, indicating high selectivity of the method. The developed method is an efficient and reliable tool for the determination of pesticide residues in tea infusion.

Keywords : 農薬、茶、一斉分析法、浸出液、液体クロマトグラフ - タンデム質量分析計
pesticide, tea, multiresidue method, infusion, LC-MS/MS

I 緒言

抹茶以外の茶(茶葉)の規格基準への適否判定においては、農薬を茶葉から有機溶媒等で直接抽出し、茶葉中の農薬の濃度により判定する方法と、茶葉を熱湯で浸出し、その浸出液中の農薬の濃度により判定する方法がある。茶葉中の農薬の試験法については、「GC-MSによる農薬等の一斉試験法(農産物)」¹⁾、「LC-MSによる農薬等の一斉試験法I(農産物)」¹⁾および「LC-MSによる農薬等の一斉試験法II(農産物)」²⁾の3試験法が一斉試験法として公示されている。一方、熱湯浸出液中の農薬の試験法については、個別試験法のみが公示されており、一斉試験法は整備されていない。

我々は前報³⁾において、通知一斉試験法「LC-MSによる農薬等の一斉試験法I(農産物)」を改良し、LC-MS/MSを用いた有機溶媒抽出法による茶葉中の残留農薬一斉分析法を報告した。本研究では、茶に基準値が設定されている農薬のうち熱湯浸出液を用いて試験する農薬約90品目からLC-MS/MS測定が可能な42品目(43化合物)を選択し、熱湯浸出液中の残留農薬一斉分析法を検討したので報告する。

II 実験方法

1. 試料

市販の茶葉(煎茶、烏龍茶および紅茶)を粉砕せずにそのまま均一化したものの熱湯浸出液を用いた。

2. 試薬・試液

有機溶媒は、関東化学(株)製の残留農薬試験用試薬を用いた。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。酢酸アンモニウムは和光純薬工業(株)製の特級、塩化ナトリウムは和光純薬工業(株)製の残留農薬試験用試薬を用いた。多孔性ケイソウ土カラムは、ジーエルサイエンス(株)製のInertSep K-solute(5 mL保持用)を用いた。ろ紙は、桐山製作所製No.5Bを用いた。

Table 1に検討に用いた農薬を示した。各農薬標準品は、林純薬工業(株)、関東化学(株)、和光純薬工業(株)、Dr. Ehrenstorfer社およびRiedel-de Haën社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