

## LC-MS/MS による農産物中の迅速な残留農薬一斉分析法の妥当性評価

(2017年7月10日受付)

(2017年10月11日受理)

比企 (太田) 麻子、谷 隆行

生活クラブ連合会検査室

## Validation study on a rapid multi-residue analysis for determination of pesticide in agricultural products by LC-MS/MS

(Received July 10, 2017)

(Accepted October 11, 2017)

Asako Hiki (Ohta), Takayuki Tani

Inspection Office of Seikatsu Club Consumers' Co-operative Union

## Abstract

Rapid multi-residue analysis of pesticides in agricultural products using LC-MS/MS was developed and validated. Spinach and mandarin orange and brown rice were extracted with acetonitrile. The extracts were purified using a handmade three-layer column, consisting of a layer of Zirconia / ODS dry particles of a graphite carbon / anion exchange stacked column. The developed method showed good trueness of pesticides in these products. Recovery tests were conducted in the foods fortified with 208 kinds of pesticides at the levels of 0.01 and 0.1  $\mu\text{g/g}$ , respectively. Two samples for both 0.01 and 0.1  $\mu\text{g/g}$  were purified on 5 separate days. Pesticides in the test solution were determined using LC-MS/MS. For the trueness of the developed method for 208 pesticides in the foods, 172 ~ 180 pesticides ranged from 70 to 120% with satisfactory repeatability and within-run reproducibility. The developed method would be applicable for screening tests of pesticide residues in agricultural products.

**Keywords** : 残留農薬、多成分一斉分析、農産物、固相抽出、液体クロマトグラフ-タンデム型質量分析計  
pesticide residue, multi-residue analysis, agricultural product, solid-phase extraction, LC-MS/MS

## I 緒言

食品中の残留農薬等の分析では、食品衛生法の改訂に伴いポジティブリスト制度が導入され、試験法の妥当性評価については「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>が通知された。現在、規制対象となる農薬等については約800種が該当する。これら多くの残留農薬を分析するには、迅速に効率よく分析することが必要である。そのため、迅速な一斉分析法を開発し、ガイドラインに従って妥当性評価を実施することが重要である。

近年、食品中の残留農薬分析において広く利用されている QuEChERS 法と固相抽出法を組み合わせることで迅速化と精製効果を高めた試験法の報告が数多くなされている<sup>2,3)</sup>。

わが国では LC-MS/MS を用いた通知法<sup>4)</sup>が残留農薬一斉分析法として広く使用されているが、精製が不十分で LC-MS/MS ではマトリックスの影響で分析対象化合物のピークを判別できないことが多い。また、検査時間が長く、使用溶媒

量も多い等の問題点がある。

本研究において、スクリーニングを目的に、迅速で溶媒使用量を削減した残留農薬一斉分析法を開発した。また開発した方法の妥当性評価を行ったので報告する。

## II 実験方法

## 1. 試料

生協で購入した国産のほうれんそう、温州みかんおよび玄米を使用した。いずれも今回検討する農薬成分は含まれていないことを確認した後、試験に供した。

## 2. 試薬および標準品

分析対象農薬として、農薬混合標準溶液3種は、関東化学(株)製の残留農薬試験用、その他、和光純薬工業(株)製の日本生協連で一括購入しているオーダーメイド農薬混合