

超臨界流体抽出および LC-MS/MS による穀類中の残留農薬の一斉分析法の妥当性評価

(2020 年 12 月 18 日受付)

(2021 年 3 月 1 日受理)

米田正樹、上床知佐奈、南浦茉奈、竹田依加、立本行江

奈良県保健研究センター

Validation study on a method for multiresidue analysis of pesticides in cereals with supercritical fluid extraction and LC-MS/MS

(Received December 18, 2020)

(Accepted March 1, 2021)

Masaki Yoneda, Chisana Uwatoko, Mana Minamiura, Erika Takeda, Yukie Tatsumoto

Nara Prefecture Institute of Health

Abstract

Supercritical fluid extraction was used to extract pesticides from cereals. Each sample was homogenized with water, celite, and water-absorbent polymer. The obtained mixture was extracted using supercritical carbon dioxide. Each pesticide trapped in ODS column was eluted by acetonitrile and was analyzed using LC-MS/MS. The validation study (2 samples per day on 5 days) was conducted for 114 compounds at 0.01 and 0.05 $\mu\text{g/g}$ for 5 samples. Results demonstrated that 47–71 compounds in each sample met target values for trueness, repeatability, and within-laboratory reproducibility. This assay can be used as a method for analysis of pesticide residues in cereals.

Keywords : 超臨界流体抽出、LC-MS/MS、妥当性評価、残留農薬
supercritical fluid extraction, LC-MS/MS, method validation, pesticide residue

I 緒言

超臨界流体抽出 (Supercritical Fluid Extraction, SFE) 法と各種測定機器を用いた残留農薬の分析に関する報告は GC-MS/MS については浦西らによる野菜、果実、穀類、豆類についての報告や^{1,2)}、荒川らによる茶についての報告がある³⁾。また、LC-MS/MS を用いた報告は Saito-Shida らがトマトおよびきゅうりを試料とした報告がある⁴⁾。その他にも GC-MS、LC-MS および HPLC を用いた報告があるが⁵⁻¹⁰⁾、これらの報告は対象農産物が少ないものや対象成分数が限られていたりするため、多種にわたる農産物に対する多種の農薬成分の一斉分析に適用できることを必ずしも確認していない。また、QuEChERS 法による前処理の後、移動相に超臨界流体二酸化炭素を用いた超臨界流体クロマトグラフィーによる農薬分析の報告もあるが¹¹⁻¹³⁾、総じて SFE 法を利用し

た農薬分析に関する報告は溶媒抽出法などに比較すると少ない。さらに、食品衛生法に定められている規格基準への適合について判断を行う試験に用いる分析法については、厚生労働省から通知された「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」(以下、「妥当性ガイドライン」という)に従い試験を実施することとなっているが¹⁴⁾、SFE を利用した残留農薬に関する分析の報告で、妥当性ガイドラインに基づき評価を実施した報告は少なく知見に乏しい。

著者らは前報で野菜・果実を対象に農薬 114 化合物について、SFE 法と LC-MS/MS を用いた分析法について、食品衛生法に定められている規格基準値への適合判定に使用することの妥当性を評価し得られた若干の知見について報告した¹⁵⁾。本報では、穀類を対象として分析法を検討し妥当性を評価したので報告する。