

LC/MS/MS による農作物中の残留農薬の一斉分析法の検討

生活科学部

はじめに

平成 18 年 5 月 29 日よりポジティブリスト制が施行され,新たに多くの農薬等について残留基準が設定された(約 800 種類,農薬は 516 種類)。このため,食品中の残留農薬分析において,多くの農薬を分析することが求められている。

当所では,現在 GC/MS,GC-FPD および HPLC-ポストカラム蛍光法を用いて 150 農薬について分析を行っている。今回,高速液体クロマトグラフ・タンデム質量分析装置(LC/MS/MS)を用いて,新たに 43 農薬について一斉分析法を検討したので報告する。

方法

1 試料

ほうれんそう,キャベツ,さといも,いよかんおよびいちごを試料とした。

2 試薬

標準品:和光純薬工業(株)製,林純薬工業(株)製,関東化学(株)製,Dr.Ehrenstorfer 社製および Riedel-de Ha n 社製を用いた。

標準原液:各標準品 10mg をアセトニトリルに溶かし 50ml とした(200 µg/ml)。

混合標準液:各標準原液を混合しアセトニトリルで 1 µg/ml となるように調製した。

グラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム:ENVI-Carb/LC-NH₂カラム(500mg/500mg,6ml,Supelco 社製)に無水硫酸マグネシウム 500mg を積層し,あらかじめアセトニトリルおよびトルエン(3:1)混液 10ml でコンディショニング後,使用した。

その他の試薬:高速液体クロマトグラフ用,残留農薬試験用または特級品を用いた。

3 装置

高速液体クロマトグラフ:島津製 Prominence

質量分析装置:Applied Biosystems 社製 API4000

4 測定条件

(1) HPLC 条件

カラム:Xterra MS C18(2.1 × 150mm, 3.5 µm)(Waters 製)

移動相:A 液;5mmol/l 酢酸アンモニウム アセトニトリル・蒸留水(5:95),B 液;5mmol/l 酢酸アンモニウム アセトニトリル・蒸留水(95:5)

グラジエント条件:

| 時間(分) | A 液(%) | B 液(%) |
|-------|--------|--------|
| 0 | 85 | 10 |
| 1 | 60 | 40 |
| 3.5 | 60 | 40 |
| 6 | 50 | 50 |
| 8 | 45 | 55 |
| 17.5 | 5 | 95 |
| 30 | 5 | 95 |
| 32 | 5 | 10 |

流速:0.2 ml/min

カラム温度:40

注入量:5 µl

(2) MS/MS 条件

Scan Type:MRM

Ion Source:ESI

Period ごとの条件:

| Polarity | Positive | | | Negative |
|--------------------|----------|------|------|----------|
| | 1 | 2 | 3 | 1 |
| Period | | | | |
| Curtain Gas | 40 | 30 | 20 | 20 |
| Ion Source Gas1 | 50 | 80 | 80 | 80 |
| Ion Source Gas2 | 80 | 30 | 60 | 30 |
| IonSpray Voltage | 5000 | 4000 | 4500 | -4500 |
| Temperature | 500 | 400 | 500 | 400 |
| Collision Gas | 4 | 4 | 6 | 4 |
| Entrance Potential | 10 | 10 | 10 | -10 |
| Resolution Q1 | Unit | Unit | Low | Unit |
| Resolution Q3 | Unit | Unit | Low | Unit |
| Dwell Time (msec) | 100 | 30 | 180 | 30 |

化合物ごとの測定条件は表 1 に示した。

5 試験溶液の調製

試料 10g にアセトニトリル 10ml を加え,混和後,無水硫酸マグネシウム 4g および塩化ナトリウム 1g を加え 5 分間振とうした。2800rpm で 10 分間遠心分離した後,上層 2ml を ENVI-Carb/LC-NH₂ カラムに負荷し,アセトニトリルおよびトルエン(3:1)混液 30ml で溶出した。溶出液を 40 で 1ml 以下に濃縮し,アセトン 10ml を加え 40 で溶媒を留去した。残留物をメタノール 2ml に溶解したものを試験溶液とした。

分析方法のフローチャートを図 1 に示した。

表1 MS/MS 条件および保持時間

| 農薬等名 | 分子量 | 保持時間 (分) | Per- iod | Q1 (m/z) | 定量条件 | | | | 定性条件 | | | |
|--------------|-----|-------------|-------------|-------------|---------|-----|-----|-----|---------|-----|-----|-----|
| | | | | | Q3(m/z) | DP | CE | CXP | Q3(m/z) | DP | CE | CXP |
| チアマトキサム | 291 | 5.84 | 1 | 292 | 211 | 61 | 17 | 14 | 181 | 61 | 29 | 10 |
| イミダクロプリド | 255 | 6.52 | | 256 | 209 | 56 | 27 | 14 | 175 | 56 | 31 | 18 |
| クロチアニジン | 249 | 6.64 | | 250 | 169 | 51 | 19 | 16 | 132 | 51 | 21 | 8 |
| クロリダゾン | 221 | 7.47 | | 222 | 92 | 86 | 37 | 16 | 65 | 86 | 57 | 0 |
| オキシカルホキシ | 267 | 7.89 | | 268 | 175 | 61 | 21 | 12 | 147 | 61 | 35 | 10 |
| チアクロプリド | 252 | 8.26 | | 253 | 126 | 66 | 29 | 8 | 73 | 66 | 83 | 6 |
| チアベンダゾール | 201 | 10.3 | | 202 | 175 | 71 | 37 | 12 | 131 | 71 | 47 | 10 |
| アザメチホス | 324 | 10.6 | | 325 | 183 | 51 | 23 | 12 | 112 | 51 | 55 | 10 |
| ジメチルモール | 209 | 13.2 | 2 | 210 | 71 | 66 | 51 | 4 | 140 | 66 | 31 | 12 |
| フラメトール | 334 | 13.6 | | 334 | 157 | 71 | 47 | 10 | 290 | 71 | 27 | 14 |
| イソキサフルトール | 359 | 14.0 | | 360 | 251 | 46 | 23 | 18 | 360 | 36 | 5 | 26 |
| フェンメチファム | 300 | 14.9 | | 301 | 168 | 71 | 13 | 12 | 136 | 71 | 31 | 10 |
| アジノホスメチル | 317 | 14.9 | | 318 | 160 | 56 | 13 | 10 | 132 | 56 | 22 | 8 |
| ピリタリド | 318 | 15.2 | | 319 | 139 | 81 | 41 | 10 | 93 | 81 | 75 | 8 |
| フェリムゾンE | 254 | 16.0 | | 255 | 132 | 71 | 31 | 10 | 91 | 71 | 47 | 6 |
| フェリムゾンZ | 254 | 16.0 | | 255 | 132 | 76 | 29 | 10 | 91 | 76 | 47 | 6 |
| クロマフェニジド | 394 | 17.0 | | 395 | 175 | 51 | 23 | 12 | 339 | 51 | 11 | 12 |
| イロハリカルブ | 320 | 16.9 | | 321 | 119 | 56 | 29 | 8 | 203 | 56 | 13 | 16 |
| ケミルロン | 303 | 16.6 | | 303 | 185 | 56 | 19 | 14 | 125 | 56 | 51 | 8 |
| ブタフェナシル | 474 | 16.9 | | 492 | 331 | 51 | 33 | 24 | 180 | 51 | 61 | 12 |
| シメコナゾール | 293 | 17.1 | | 294 | 70 | 71 | 49 | 6 | 73 | 71 | 49 | 12 |
| シアゾファミド | 324 | 17.4 | | 325 | 108 | 46 | 19 | 8 | 261 | 46 | 15 | 18 |
| フェノキシカルブ | 301 | 17.9 | | 302 | 116 | 56 | 17 | 8 | 88 | 56 | 31 | 6 |
| アニコホス | 367 | 18.2 | | 368 | 199 | 76 | 21 | 14 | 125 | 76 | 47 | 10 |
| シフルフェナミド | 412 | 18.8 | | 413 | 295 | 76 | 23 | 20 | 241 | 76 | 35 | 18 |
| ピラゾリネート | 438 | 19.0 | | 439 | 173 | 76 | 27 | 14 | 91 | 76 | 61 | 6 |
| インドキサカルブ | 527 | 19.3 | | 528 | 203 | 71 | 55 | 14 | 150 | 71 | 35 | 10 |
| ベンゾフェナップ | 430 | 19.8 | | 431 | 105 | 101 | 45 | 10 | 119 | 101 | 31 | 10 |
| キサロホップ-pテフリル | 429 | 19.7 | | 429 | 299 | 86 | 29 | 20 | 85 | 86 | 29 | 14 |
| フラチオカルブ | 382 | 20.1 | | 383 | 195 | 66 | 29 | 16 | 252 | 66 | 19 | 10 |
| ラクトフェン | 461 | 20.2 | | 479 | 344 | 51 | 21 | 26 | 223 | 51 | 49 | 16 |
| クロメプロップ | 323 | 20.2 | | 324 | 203 | 71 | 23 | 16 | 120 | 71 | 31 | 8 |
| オキサジクロメホン | 376 | 19.9 | | 376 | 190 | 56 | 25 | 12 | 161 | 56 | 39 | 12 |
| キサロホップエチル | 373 | 19.9 | | 373 | 299 | 71 | 27 | 22 | 271 | 76 | 37 | 18 |
| ヘントキサジン | 354 | 20.0 | | 354 | 286 | 66 | 17 | 20 | 186 | 66 | 39 | 12 |
| クロキントセツトメキシル | 335 | 20.4 | | 336 | 238 | 61 | 25 | 16 | 192 | 61 | 41 | 14 |
| ミルハメクチンA3 | 528 | 22.2 | 3 | 551 | 240 | 126 | 49 | 16 | 337 | 126 | 40 | 25 |
| アヘルメクチンB1a | 872 | 22.3 | | 891 | 305 | 80 | 37 | 22 | 568 | 80 | 22 | 16 |
| ミルハメクチンA4 | 542 | 22.9 | | 565 | 240 | 156 | 51 | 16 | 337 | 156 | 41 | 28 |
| トリデモルフ1 | 297 | 24.7 | | 298 | 130 | 116 | 35 | 14 | 98 | 116 | 41 | 6 |
| トリデモルフ2 | 297 | 25.9 | | 298 | 130 | 116 | 35 | 14 | 98 | 116 | 41 | 6 |
| トラルコキシジム1 | 329 | 13.8 | 1 | 328 | 254 | -65 | -32 | -23 | -66 | -65 | -10 | -7 |
| トラルコキシジム2 | 329 | 16.2 | | 328 | 254 | -65 | -32 | -23 | -66 | -65 | -10 | -7 |
| メキシフェノジド | 368 | 16.4 | | 367 | 149 | -80 | -30 | -3 | -105 | -80 | -46 | -17 |
| オリザリン | 346 | 17.2 | | 345 | 281 | -75 | -26 | -11 | -78 | -75 | -56 | -11 |
| ナブロアニリド | 291 | 17.7 | | 290 | 143 | -70 | -44 | -9 | -93 | -70 | -34 | -1 |

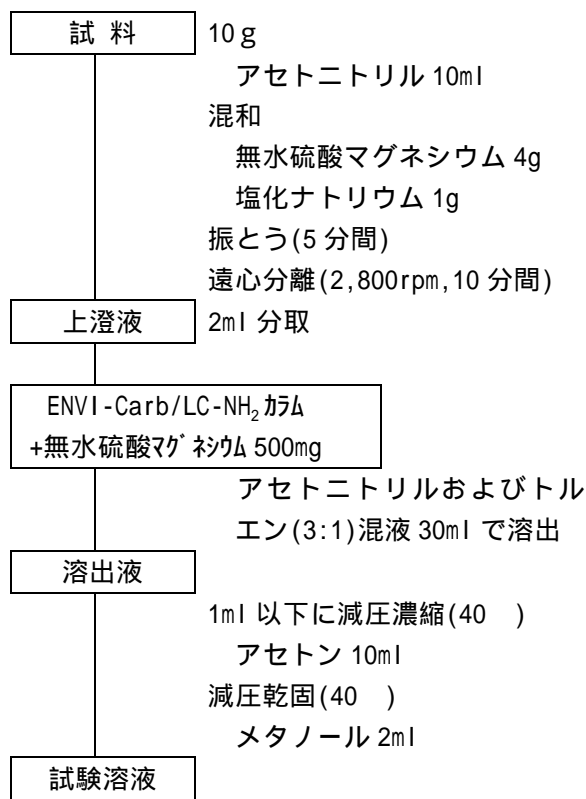


図1 分析方法のフローチャート

6 検量線の作成

混合標準液をメタノールで希釈して 0.01 ~ 0.15 µg/ml の検量線用標準液を調製した。それぞれ LC/MS/MS に注入し、ピーク面積法で検量線を作成した。

結果と考察

1 LC/MS/MS 分析条件の検討

(1) LC 条件

カラムは Xterra MS C18 を用い、移動相およびグラジエント条件は通知法¹⁾に従い、5mmol/L 酢酸アンモニウムを添加した水 - アセトニトリル系でグラジエント分析を行ったところ、ピーク形状は良好であった。

(2) MS/MS 条件

イオン化はエレクトロスプレー (ESI) によるポジティブモードまたはネガティブモードで行い、MRM 法で測定した。

モニターイオン数が多いため、ポジティブモードの測定は 3Period に分けた。また、ポジティブモードとネガティブモードの切り替えには最低 0.7 秒、往復で 1.4 秒かかるので、ポジティブモードとネガティブモードの測定は別々に行った。

これらにより、データのポイント数が増加し定量性が向上した。

アナライザー部の各種パラメータの最適化はインフュージョンポンプを用いて、成分毎に行った。

イオンソースの各種パラメータの最適化は FIA (Flow Injection Analysis) によって行った。ポジティブモードの Period2 の最適化にはアジンホスメチルを用い、Period3 の最適化には ミルベメクチン A4 を用いた。その他のパラメータは初期値を用いた。

各農薬の MS/MS のモニターイオンおよび各パラメータを表 1 に示した。

2 抽出操作

当所では試料にアセトニトリルおよび塩化ナトリウムを加えて振とう抽出を行ってきた。最近、QuEChERS 法と呼ばれる迅速・簡便な方法が、広まってきているが、この方法ではアセトニトリル、塩化ナトリウムおよび無水硫酸マグネシウムを加えて振とう抽出している。ほうれんそうについて両抽出法を用いて添加回収試験を行ったところ、無水硫酸マグネシウムを加える抽出法の方が、回収率が良好であった。

3 精製操作

各農薬 1 µg を ENVI-Carb/LC-NH₂ カラムに負荷し、溶出液の分画を行った。アセトニトリルおよびトルエン (3:1) 混液 10ml ずつ 3 画分を分取した。ほとんどの農薬が 20ml で溶出したが、チアベンダゾール、ジメチリモール、クロメプロップ、クロキントセットメキシルおよびトラルコキシジムは画分 3 にも溶出した。これらのことから溶出液の量は 30ml とすることとした。

4 定量限界および検量線の直線性

定量用モニターイオンでは、ミルベメクチン A4 の定量限界 (S/N 10) は 0.02 µg/g であったが、その他の農薬の定量限界は 0.01 µg/g 以下であった。

定性用モニターイオンでは、すべての農薬の検出限界 (S/N 3) が 0.01 µg/g 以下であった。

定量用モニターイオンを用いた検量線は、すべての農薬について 0.01 ~ 0.15 µg/ml の範囲で良好な直線性 (r=0.995 以上) が得られた。

5 試料中のマトリックス成分の影響

試料中のマトリックス成分の影響を検証するため、5 農産物のマトリックス標準液 (0.1 µg/ml) と溶媒標準液 (0.1 µg/ml) の面積値 (n=2) を比較した。その結果を表 2 に示した。

キャベツではチアメトキサムが 49.4% であっ

表2 試料中のマトリックス成分の影響

| 農薬等名 | マトリックス標準液 / 溶媒標準液 (%) [*] | | | | |
|---------------|------------------------------------|-------|-------|-------|-------|
| | ほうれんそう | キャベツ | さといも | いよかん | いちご |
| チアメトキサム | 100.5 | 49.4 | 99.5 | 95.1 | 101.0 |
| イミダクロプリド | 102.8 | 83.5 | 100.7 | 98.0 | 100.5 |
| クロチアジン | 100.2 | 82.2 | 101.3 | 95.5 | 101.7 |
| クロリダゾン | 100.5 | 98.7 | 100.6 | 101.0 | 106.0 |
| オキシカルボキシ | 101.5 | 88.1 | 101.8 | 101.4 | 103.3 |
| チアクロプリド | 104.7 | 92.2 | 101.4 | 96.6 | 102.5 |
| チアヘンダゾール | 97.8 | 100.5 | 95.4 | 97.7 | 99.2 |
| アザメチホス | 103.5 | 104.5 | 182.6 | 102.3 | 104.4 |
| ジメチモール | 98.6 | 98.5 | 99.1 | 97.9 | 101.1 |
| フラメピル | 104.4 | 101.8 | 100.9 | 96.7 | 101.8 |
| イソキサフルトール | 109.8 | 94.8 | 104.4 | 100.5 | 95.0 |
| フェンメチファム | 105.2 | 102.4 | 101.0 | 103.5 | 102.5 |
| アジンホスメチル | 75.4 | 104.8 | 102.7 | 93.2 | 130.3 |
| ピリタリド | 101.5 | 99.5 | 101.0 | 98.5 | 107.7 |
| フェリムジン(E,Z) | 101.5 | 100.5 | 99.5 | 96.3 | 101.5 |
| クロマフェニド | 102.2 | 99.8 | 98.0 | 52.5 | 102.7 |
| イロバリカルブ | 100.0 | 101.5 | 98.1 | 47.6 | 103.1 |
| クミルロン | 100.8 | 102.0 | 102.9 | 45.6 | 101.6 |
| ブタフェナシル | 101.4 | 99.5 | 96.7 | 56.5 | 99.8 |
| シメコナゾール | 102.5 | 101.0 | 99.0 | 76.8 | 102.1 |
| シアゾファミト | 104.1 | 98.6 | 100.9 | 85.7 | 103.0 |
| フェノキシカルブ | 104.2 | 99.5 | 103.4 | 75.9 | 102.6 |
| アニコホス | 102.9 | 101.5 | 100.9 | 86.0 | 100.2 |
| シフルフェナミト | 100.3 | 102.1 | 100.0 | 100.5 | 99.4 |
| ピラゾリネート | 101.9 | 99.5 | 100.5 | 99.5 | 102.6 |
| イントキサカルブ | 103.6 | 101.0 | 100.4 | 103.4 | 99.4 |
| ヘンゾフェナップ | 104.4 | 99.0 | 97.3 | 103.5 | 103.5 |
| キサロホップ-p-テフリル | 105.2 | 98.4 | 97.6 | 103.7 | 101.2 |
| フラチオカルブ | 102.9 | 102.5 | 100.8 | 102.9 | 104.2 |
| ラクトフェン | 108.0 | 103.4 | 102.0 | 104.7 | 103.9 |
| クロメプロップ | 107.1 | 102.4 | 101.5 | 104.9 | 99.0 |
| オキサジクロメホン | 102.5 | 101.9 | 97.0 | 102.8 | 101.8 |
| キサロホップエチル | 103.0 | 102.0 | 100.0 | 103.0 | 104.2 |
| ヘントキサジン | 117.1 | 96.2 | 99.3 | 102.5 | 106.8 |
| クロキントセツトメキシル | 101.2 | 100.2 | 104.9 | 101.9 | 101.4 |
| ミルバメクチンA3 | 92.5 | 86.4 | 81.5 | 84.0 | 92.8 |
| アベルメクチンB1a | 100.8 | 97.8 | 107.1 | 125.2 | 96.2 |
| ミルバメクチンA4 | 90.1 | 83.0 | 76.8 | 81.7 | 87.5 |
| トリテモルフ1,2 | 101.4 | 102.2 | 100.9 | 102.1 | 105.1 |
| トラルコキシム1,2 | 107.6 | 101.7 | 97.2 | 96.1 | 105.2 |
| メトキシフェニド | 97.0 | 97.6 | 98.0 | 95.1 | 106.2 |
| オリザリン | 106.6 | 100.8 | 101.3 | 89.7 | 95.0 |
| ナプロアリド | 109.2 | 113.6 | 106.8 | 80.0 | 97.4 |

* : 数値は n=2 の平均値 , マトリックス標準液および溶媒標準液の濃度は 0.1 μg/ml

表3 添加回収試験結果

| 農薬等名 | 回収率(%)* | | | | | | | | | |
|---------------|---------|------|-------|------|-------|------|-------|------|-------|------|
| | ほうれんそう | | キャベツ | | さといも | | いよかん | | いちご | |
| | 平均 | CV | 平均 | CV | 平均 | CV | 平均 | CV | 平均 | CV |
| チアトキサム | 96.4 | 3.2 | 51.4 | 2.0 | 94.3 | 4.1 | 91.5 | 0.9 | 99.1 | 2.5 |
| イミダクロプリド | 97.8 | 3.1 | 87.3 | 1.5 | 99.0 | 4.4 | 96.1 | 1.2 | 95.5 | 3.2 |
| クロチアニジン | 97.6 | 1.1 | 84.8 | 1.2 | 98.0 | 3.7 | 92.0 | 0.4 | 96.8 | 1.5 |
| クロリダゾン | 97.0 | 1.6 | 98.3 | 0.9 | 98.8 | 3.9 | 99.1 | 1.7 | 100.4 | 2.9 |
| オキシカルホキソン | 95.8 | 1.4 | 86.6 | 1.8 | 93.2 | 3.6 | 96.3 | 1.3 | 93.0 | 2.6 |
| チアクロプリド | 100.1 | 0.8 | 96.9 | 1.8 | 100.2 | 4.3 | 92.3 | 4.8 | 100.7 | 2.0 |
| チアベンダゾール | 70.5 | 1.2 | 84.7 | 7.8 | 80.7 | 12.7 | 74.4 | 3.4 | 47.5 | 9.3 |
| アザメチホス | 102.7 | 3.9 | 102.0 | 7.8 | 99.7 | 3.4 | 98.2 | 1.5 | 105.0 | 4.0 |
| ジメチルモール | 92.6 | 3.7 | 94.3 | 2.6 | 93.9 | 4.9 | 83.4 | 0.4 | 96.0 | 3.5 |
| フラメピル | 95.8 | 3.4 | 100.1 | 1.5 | 97.4 | 5.2 | 94.4 | 5.2 | 104.0 | 1.7 |
| イソキサフルトール | 97.3 | 4.1 | 71.1 | 6.7 | 100.6 | 9.4 | 101.2 | 3.7 | 90.6 | 6.2 |
| フェンメトイファム | 100.4 | 4.1 | 105.0 | 3.6 | 97.9 | 4.3 | 103.0 | 1.0 | 105.3 | 2.1 |
| アジンホスメチル | 124.0 | 1.5 | 105.3 | 5.7 | 106.3 | 3.2 | 97.4 | 6.5 | 104.7 | 14.7 |
| ピリタリト | 102.0 | 3.2 | 104.0 | 4.4 | 105.7 | 4.0 | 102.3 | 4.2 | 106.7 | 1.5 |
| フェリムゾン(E,Z) | 97.4 | 2.4 | 101.4 | 2.4 | 104.9 | 8.9 | 92.2 | 2.0 | 98.2 | 5.8 |
| クロマフェノジド | 99.0 | 7.0 | 103.2 | 5.9 | 101.5 | 4.4 | 48.6 | 1.8 | 109.3 | 4.0 |
| イプロバリカルブ | 101.6 | 7.1 | 102.8 | 3.8 | 101.0 | 4.3 | 44.7 | 1.0 | 103.7 | 1.5 |
| ケミルロン | 100.1 | 4.4 | 105.0 | 2.6 | 102.0 | 2.6 | 41.9 | 1.5 | 110.0 | 1.0 |
| ブタフェナシル | 103.0 | 9.0 | 105.3 | 1.5 | 102.5 | 6.2 | 54.1 | 0.6 | 97.3 | 2.8 |
| シメコナゾール | 102.2 | 2.8 | 100.5 | 2.7 | 100.8 | 3.0 | 75.2 | 0.9 | 104.3 | 0.6 |
| シアゾファミト | 105.0 | 4.0 | 108.0 | 2.6 | 106.7 | 4.2 | 88.0 | 1.2 | 108.7 | 0.6 |
| フェノキシカルブ | 102.3 | 5.6 | 104.7 | 2.1 | 105.0 | 3.6 | 74.8 | 1.7 | 105.7 | 2.9 |
| アニコホス | 100.5 | 5.2 | 106.7 | 1.2 | 104.2 | 4.0 | 84.7 | 1.6 | 104.7 | 1.2 |
| シフルフェナミト | 99.6 | 10.5 | 106.7 | 0.6 | 100.7 | 6.7 | 106.0 | 2.0 | 103.1 | 3.3 |
| ピラゾリネート | 94.5 | 7.5 | 80.6 | 20.5 | 82.8 | 3.3 | 96.2 | 3.5 | 95.5 | 11.1 |
| イントキサカルブ | 101.3 | 9.6 | 103.0 | 4.4 | 103.1 | 8.1 | 107.7 | 1.5 | 102.3 | 2.2 |
| ベンゾフェナップ | 97.7 | 6.5 | 102.7 | 1.2 | 100.7 | 6.7 | 104.0 | 2.0 | 104.7 | 2.3 |
| キサロホップ-p-テフリル | 102.1 | 8.4 | 100.4 | 1.1 | 103.6 | 6.0 | 104.1 | 4.2 | 102.1 | 4.1 |
| フラチオカルブ | 94.7 | 6.1 | 104.7 | 1.2 | 98.1 | 4.8 | 106.3 | 1.2 | 106.7 | 5.1 |
| ラクトフェン | 98.9 | 7.7 | 108.7 | 2.1 | 105.5 | 6.2 | 108.3 | 1.5 | 108.3 | 2.1 |
| クロメプロップ | 103.6 | 5.2 | 105.3 | 3.5 | 104.9 | 5.5 | 105.7 | 3.8 | 104.7 | 4.0 |
| オキサジクロメホソ | 98.4 | 6.3 | 106.3 | 0.6 | 101.8 | 6.4 | 104.3 | 0.6 | 104.0 | 1.7 |
| キサロホップエチル | 100.9 | 6.4 | 106.3 | 0.6 | 104.3 | 3.8 | 106.0 | 3.6 | 105.0 | 3.6 |
| ベントキサゾン | 108.3 | 12.7 | 119.0 | 1.0 | 112.3 | 4.2 | 111.3 | 7.5 | 102.5 | 11.9 |
| クロキントセツトメキシル | 94.1 | 9.0 | 105.0 | 1.7 | 106.3 | 4.6 | 103.0 | 1.7 | 101.7 | 1.5 |
| ミルハメクチンA3 | 97.2 | 1.4 | 87.4 | 1.8 | 86.8 | 3.2 | 83.4 | 4.0 | 88.6 | 1.8 |
| アベルメクチンB1a | 87.0 | 12.5 | 103.0 | 18.1 | 143.0 | 31.2 | 123.0 | 18.1 | 154.4 | 55.0 |
| ミルハメクチンA4 | 83.9 | 8.6 | 92.6 | 1.9 | 84.6 | 4.3 | 82.6 | 5.5 | 85.5 | 2.7 |
| トリテモルフ1,2 | 87.3 | 3.5 | 89.1 | 4.6 | 97.3 | 7.9 | 98.6 | 5.1 | 97.6 | 0.9 |
| トラルコキシジム1,2 | 80.9 | 6.2 | 66.8 | 10.2 | 82.0 | 11.0 | 74.3 | 4.9 | 72.7 | 2.5 |
| メキシフェノジド | 112.7 | 4.7 | 112.0 | 7.5 | 107.3 | 4.0 | 84.3 | 1.6 | 104.3 | 5.1 |
| オリザリン | 109.7 | 7.2 | 103.7 | 5.1 | 99.8 | 8.9 | 84.7 | 2.5 | 96.8 | 1.9 |
| ナプロエリト | 104.0 | 3.6 | 108.3 | 4.9 | 111.0 | 7.0 | 71.5 | 0.8 | 103.3 | 1.2 |

* : n=3, 添加濃度は 0.1 μg/g

た。いよかんではクロマフェノジドが 52.5%, イプロバリカルブが 47.6%, クミルロンが 45.6%, ブタフェナシルが 56.5%, アベルメクチン B1a が 125.2%であった。

試料中のマトリックスによりイオン化が抑制または促進されている可能性が推察された。

6 添加回収試験

5農産物に各農薬を 0.1 µg/g 添加して回収試験を行った(n=3)。フェリムゾン, トリデモルフおよびトラルコキシジムの回収率は異性体のピーク面積の和で算出した。回収率の平均値を表 3 に示した。

5農産物で平均回収率が 70% ~ 120% ,変動係数が 20%以内の農薬は 35 農薬であった。

4農産物で平均回収率が 70% ~ 120% ,変動係数が 20%以内の農薬は, 42 農薬であった。

アベルメクチン B1a は 3 農産物で平均回収率が 120%以上 2 農産物で変動係数が 20%以上であった。

5 農産物で, 定量を妨害するようなピークはなく, 選択的に定量をすることができた。

ま と め

LC/MS/MS による一斉分析法について検討したところ, 42 農薬についてほぼ良好な結果が得られた。本法は残留分析法として有用であると考えられる。

文 献

- 1) 厚生労働省通知食安発第 1129002 号, 平成 17 年 11 月 29 日
- 2) M.Anastassiades et al. J.AOAC Int.86,412-431