

LG-MS/MSによる青果物、玄米、ウーロン茶中残留農薬の一斉分析

生活衛生部門

○並河幹夫，柴田さよ，塩見哲生（北区役所保健部），中川智之（退職），伴創一郎，
富田陽子，瀬村俊亮（南部環境共生センター），中尾好絵，伴埜行則，川上雅弘

1 掲載誌名

食品衛生学雑誌 55 (6), 279-289 (2014)

2 抄録

平成18年5月に導入されたポジティブリスト制度を受けて、当研究所では、残留農薬一斉分析の前処理方法として、2003年にAnastassiadesらから発表されたQuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safe) 法による抽出方法と厚生労働省の示す通知法を組み合わせる方法を採用している。

また、平成23年8月より、それまで使用してきたイオントラップ型のLC-MSに代わり、タンデム型質量分析計を備えた（株）島津製作所製LCMS-8030を導入した。その結果、測定感度の上昇及び対象農薬成分の溶出時間帯前後のみをデータ採取するSynchronized Multiple Reaction Monitoring測定による多成分の一斉分析が可能になり、分析時間の大幅な短縮が実現された。

現在、残留農薬一斉分析法については、平成19年11月の厚生労働省通知（通知の一部が平成22年12月に改正）により「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、ガイドラインと記す。）が示され、このガイドラインの基準に適合している試験法であることを、各分析機関が評価することが求められている。そこで今回、当所の採用している前処理法でLCMS-8030を使って、オレンジ、リンゴ、キャベツ、ほうれんそう、にんじん、さつまいも、しいたけ、枝豆の8種類の青果物、玄米及びウーロン茶を対象に、ガイドラインに従い妥当性評価を行った。8種類の青果物と玄米については302成分（269農薬）、ウーロン茶については233成分（204農薬）の妥当性を評価した。その結果、青果物、玄米については234～259成分、ウーロン茶については151成分、ガイドラインの目標値を満たすことができた。

LC-MS/MSによるうなぎかば焼中のマラカイトグリーン分析法の妥当性評価

生活衛生部門 第一検査室

○山下毅, 西川清文 (退職), 篠崎史義, 伴埜行則, 川上雅弘

1 掲載誌名

食品衛生学雑誌 56 (1), 31-36 (2015)

2 抄録

(1) 目的

うなぎかば焼中のマラカイトグリーン(MG)について、厚生労働省から通知された「試験法の妥当性評価ガイドライン」が要求する検査精度基準を満たすことができる試験法を開発し、妥当性評価を実施する。

(2) 方法

試料に、MG及びその代謝産物であるロイコマラカイトグリーン(LMG)を重水素標識した標準物質(MG-d5, LMG-d6)をサロゲートとして加え、アセトニトリル及びクエン酸・リン酸緩衝液(pH 3.0)で抽出した後、塩析・脱水し、ODS ミニカラム及び強酸性陽イオン交換体ミニカラムで精製した。これをLC-MS/MSにより測定し、内部標準法により定量を行った。また、この試験法を用いて、同一の添加試料を1日1回(2併行)、5日間分析する枝分かれ試験を行い、試験法の妥当性評価を実施した。

(3) 結果及び考察

今回妥当性を評価したMG試験法では、従来法の脱脂及び転溶工程を改良したことにより、添加回収試験におけるLMG, LMG-d6の回収率が改善された。妥当性評価の結果も良好であり、行政検査に用いることができる。また、従来法で用いられているジクロロメタンを使用しないため、環境の面からも好ましいと考えられる。