

LC/MS/MS による穀類中のシヘキサチンの迅速分析法

赤木 浩一¹

Rapid LC/MS/MS Analysis of Cyhexatin in Cereals

Kouichi AKAKI

要 旨

有機スズ系殺虫剤のシヘキサチンを高速液体クロマトグラフ質量分析計 (LC/MS/MS) により迅速に測定する方法を開発した。蟻酸含有アセトニトリルで抽出を行い、誘導体化を行わず過操作のみで LC/MS/MS で測定する簡易な方法である。

公定法では通常 3 日の前処理時間を要するが、本法では 1 日で測定結果が得られるため有効なスクリーニング方法である。

Key Words : シヘキサチン Cyhexatin, 穀類 Cereals, 高速液体クロマトグラフ質量分析計 LC/MS/MS

方 法

結果及び考察

1. 検査方法

粉碎した試料 5g を 50mL 遠心管にとり蟻酸-アセトニトリル (1:100) を 40mL 加え, 10 分超音波抽出し 3000rpm20 分間遠心分離する。

上澄みを 5A ろ紙でろ過し, 残渣を蟻酸-アセトニトリル(1:100)で洗浄, ろ過し 50mL に定容する。

ろ液を 0.45 μ m フィルターでろ過し LC/MS/MS 検液とする。

2. 装置及び測定条件

1) 液体クロマトグラフ

Agilent LC1100

Analytical column 2.0mm i.d. \times 75mm PolymerC18

Mobile phase 0.1% HCOOH:CH₃CN=50:50

Flow rate 0.20mL/min

Amount of injection 10 μ L

2) 質量分析計

PerkinelmerScience API2000

Precursor-ion M+ 369.2

Product-ion Quality 205.0

Product-ion Quantity 287.0

シヘキサチンの検量線を図 1 に示した。濃度範囲 2 μ g/L ~ 100 μ g/L で相関係数 1.000 の良好な直線性が得られた。

米, 大豆, トウモロコシ, 小麦粉各々 5g にシヘキサチン 1 μ g を添加したときの回収率は表 1 のとおりである。

米, 大豆, トウモロコシの回収率は 84 ~ 91% で良好であったが, 小麦粉では 52% と回収率は低かった。

これは他の農薬同様, 小麦粉のタンパク質に吸着されることが原因と推定される。

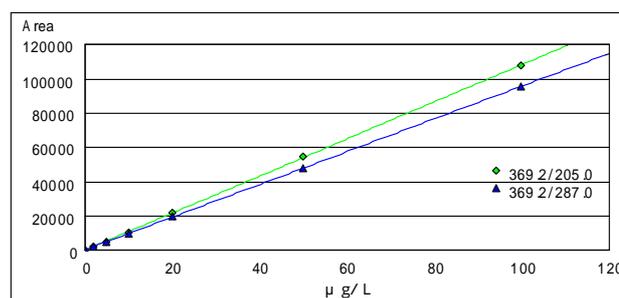


図 1 シヘキサチンの検量線

表 1 添加回収試験結果

| 試料名 | 回収率 (%) |
|--------|---------|
| 米 | 91 |
| 大豆 | 81 |
| トウモロコシ | 84 |
| 小麦粉 | 52 |

1. 福岡市保健環境研究所衛生化学部門

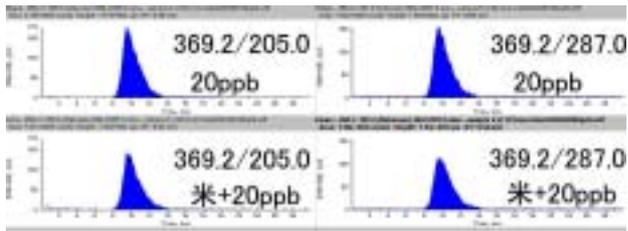


図2 スタンダードおよび米に添加回収時のチャート

本法の前処理は試料を蟻酸-アセトニトリルで抽出し、過するのみで溶媒の使用が少なく、危険な誘導体化を行う必要がないため分析者への負担が少ない。

有機スズ系農薬についてはカラム吸着によるテーリングがあるため、今後抽出法や LC 条件の検討を行うとともに、他の有機スズ農薬との同時分析方法の開発を進めていく予定である。