

固相カートリッジによる精製効果の比較 冷凍餃子

(残留農薬用前処理装置ST-L400)



全自動固相抽出装置
ST-L400
For STQ Method

はじめに

食品中の残留農薬分析では、様々な夾雑物除去のため固相による精製が必要です。一般的にカラムカートリッジによる固相精製は分配・分離の原理により精製効果が高いとされています。また固相カートリッジの充填剤には様々な種類があり、試料により使い分けすることで精製効果を高めることができます。しかし同じ種類の固相でも通液させる溶媒組成など条件によって精製効果が異なります。本アプリケーションでは一般的によく使われる固相カートリッジを用いて冷凍餃子の精製効果の比較を行いました。

実験方法

- 粉碎方法：予冷式ドライアイス凍結粉碎法
- 固相カートリッジ：Smart-SPEシリーズ (アイステイサイエンス)
- 前処理方法：①STQ-GCB1法及び下記に示す方法(②~④)

●使用機器：全自動固相抽出装置【ST-L400】



Sample



Information

可食部 100gあたりの重量
水分：59.3g
たんぱく質：7.1g
脂質：8.1g
脂肪酸：6.88g
パルミチン酸：1400mg
ステアリン酸：660mg
リノール酸：1300mg

出典：日本食品標準成分2015年版(七訂)

Key Word

残留農薬分析
STQ法
自動前処理装置
固相抽出

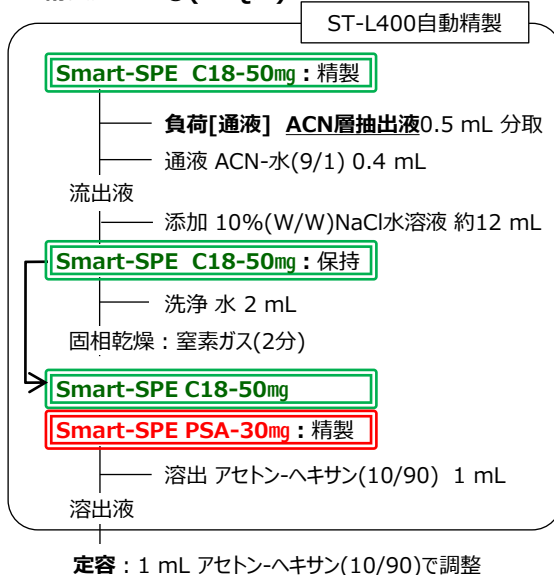
抽出フロー (①~④共通)

試料採取 5g

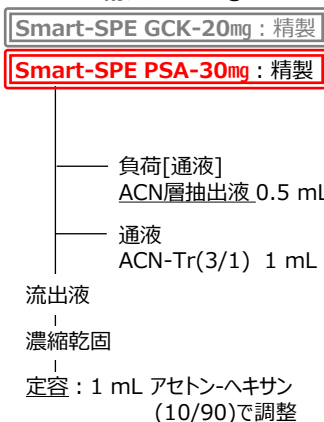
- 添加 水 10mL
- 添加 アセトニトリル 10 mL
- ホモジナイズ 13,000 rpm, 1分
- 添加 NaCl 1g
- 添加 クエン酸3Na2水和物 1g
- 添加 クエン酸水素2Na1.5水和物 0.5g
- 振とう溶解 10秒
- 添加 無水硫酸マグネシウム 4g
- 振とう 1分
- 遠心分離 3,500 rpm, 5分
- アセトニトリル層抽出液

①~④の方法で精製

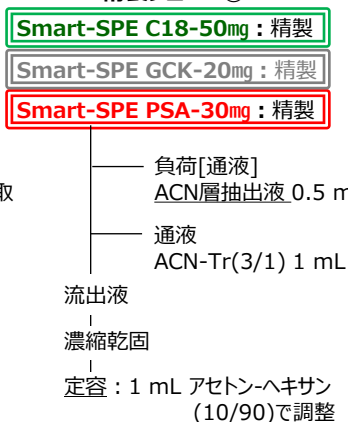
精製フロー ①(STQ法)



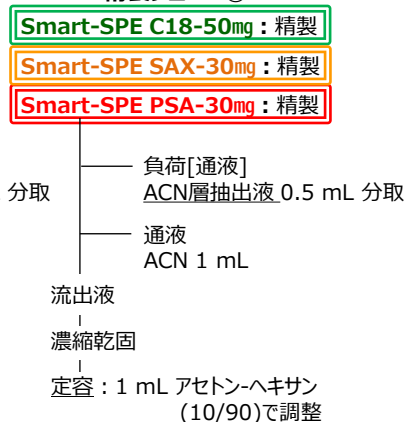
精製フロー ②



精製フロー ③



精製フロー ④



①~④の定容した試験溶液を5倍希釈してGCMS(SCANモード)で測定

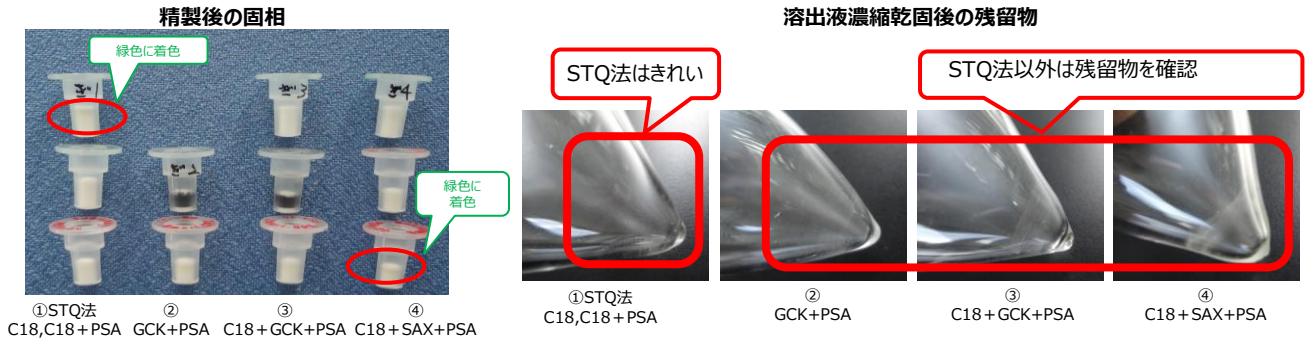
Product

ST-L400
Smart-SPE
(C18-50, SCX-30,
PSA-50, GCK-20)
LVI-S250
予冷式ドライアイス
凍結粉碎キット

結果と考察

1, 精製後の固相カートリッジと溶出液乾固後の残留物

冷凍餃子の抽出液は淡い緑色で、この色素は①STQ法ではC18で、②③ではGCKで、④ではPSAで除去されました。しかし、溶出液を濃縮乾固後は、①STQ法の残留物はごくわずかであるのに対し、他の方法では白色の残留物がはっきりと確認できました。これらの残留物は測定機器の汚染や、クロマトグラムにも夾雑ピークとしての悪影響が懸念されます。



2, 精製法の違いによるクロマトグラムの比較

(1)トータルイオンクロマトグラム(SCAN)では、いずれの方法でもセサミンやセサモリンといったゴマに由来と予想される成分が検出されました。また、①STQ法に比べ他の手法では脂肪酸、②では高沸点領域にコレステロールやシステロールと予想される成分がみられました。これらの妨害ピークは定量値やその信頼性への影響が懸念されます。

【測定機器】



JMS-TQ4000GC (日本電子)

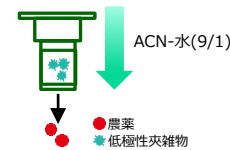


大量注入口装置 LVI-S250 (アイステイサイエンス)

【STQ法精製のポイント】

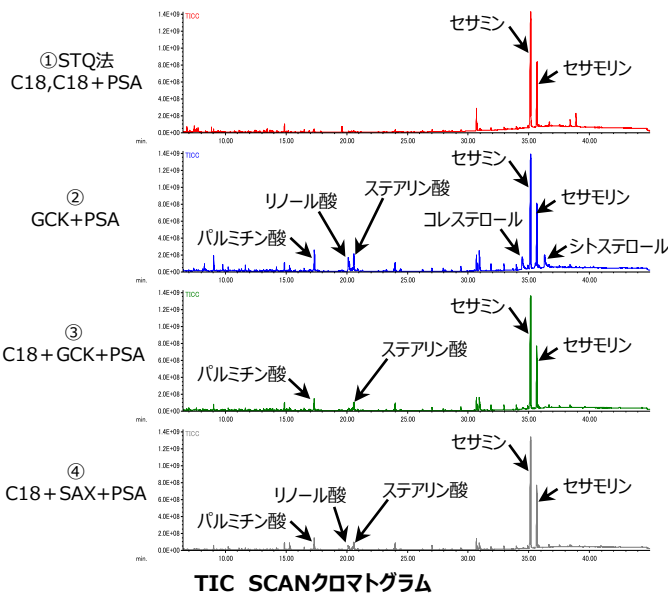
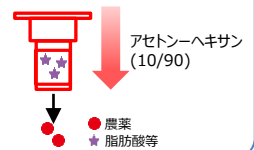
(1)C18

抽出液を負荷した後、水を添加して溶媒比を下げたACN-水(9/1)を通液することにより低極性夾雑物をC18に保持させ除去することができます。

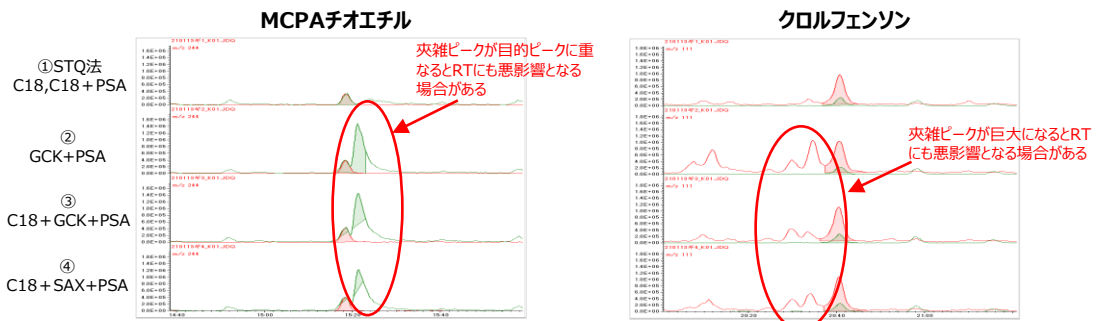


(2)PSA

ヘキサン比率の高い溶媒(アセトン-ヘキサン(10/90))で溶出することにより脂肪酸等の溶出を低減することができます。



(2)SIMクロマトグラムで一部の農薬を比較したところ、①STQ法では目的成分付近に夾雑ピークはほとんど見られないのに対し、他の手法では目的成分付近に大きな夾雑ピークが検出されています。これらは保持時間(RT)や積分処理、測定機器の汚染などの悪影響に直結します。



まとめ

冷凍餃子の抽出液を4種類の方法で精製し、その効果を比較したところSTQ法では精製効果が高いことが示されました。