



食品中残留農薬分析の自動化



株式会社アイスティサイエンス
as@aisti.co.jp



食品中残留農薬分析の迅速一斉分析法「STQ法」

■ 残留農薬迅速一斉分析法『STQ法』とは、

- **STQ法**: Solid Phase Extraction Technique with QuEChERS method
 - ◎抽出操作に「QuEChERS法」を用い効率アップ
 - ◎精製は「固相カートリッジ法」により精製効果をアップ
 - ◎濃縮操作ゼロの一斉分析法



充填量の少ないSAIKA-SPE (20~50mg) を用い、使用溶媒を少量化。



『STQ法』のメリット

■ QuEChERS法を用いた抽出工程の効率化

- 抽出時に液液分配(塩析・脱水)を同時に行う
- 酸性・中性・塩基性農薬の同時抽出
- 使い捨て容器の使用(ガラス器具の不使用・衛生的)
- 遠心分離機により多数検体を同時処理

■ 固相ミニカラムによる精製

- 固相ミニカラム精製(分配・分離)により精製効果を高める
- 使用溶媒の少量化

■ 濃縮操作ゼロ

- エバポレーター(濃縮操作)が不要なし

自動化が可能！！

STQ法の抽出フロー

抽出

◎前処理フロー 抽出 (GC&LC法共通)

試料 10g (穀類 5g + 水 10mL)

— アセトニトリル 10mL

ホモジナイズ

— NaCl (食塩) 1g

クエン酸3Na2水和物 1g

クエン酸水素2Na1.5水和物 0.5g

MgSO₄ (無水硫酸マグネシウム) 4g

撈拌 (手で振とう 1分間)

遠心分離 (3000rpm 5分間)

抽出操作
30分/4検体

アセトニトリル層

分取0.5mL (試料0.5g相当)

GC前処理法へ

分取1mL (試料1g相当)

LC前処理法へ



① 細切



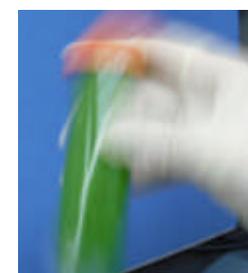
② フードプロセッサー



③ ホモジナイズ



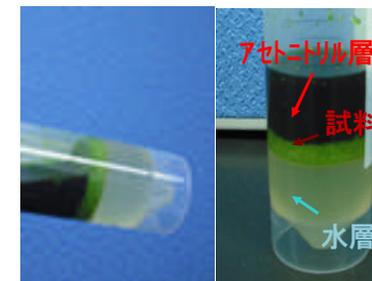
④ 各試薬を計量
スプーンで添加



⑤ 手で振とう



⑤ 遠心分離



⑥ 遠心分離後

STQ-LC法 精製フロー(手分析)

◎精製操作 10分/4検体

分取 1mL (試料 1 g 相当)

C18-30mg+PSA-30mg

溶出 0.4%ギ酸含有メタノール (pH2.5) 1mL

流出液

水 0.5mL

C18-50mg

洗液 80%メタノール 1mL

定容 (4 mL, 水で調製)

LC/MS/MS

●C18+PSAで精製



C18で低極性の夾雑物、PSAで脂肪酸や色素等を除去。PSAにトラップされた酸性農薬は、ギ酸メタノールで再溶出する。

●再度C18で精製

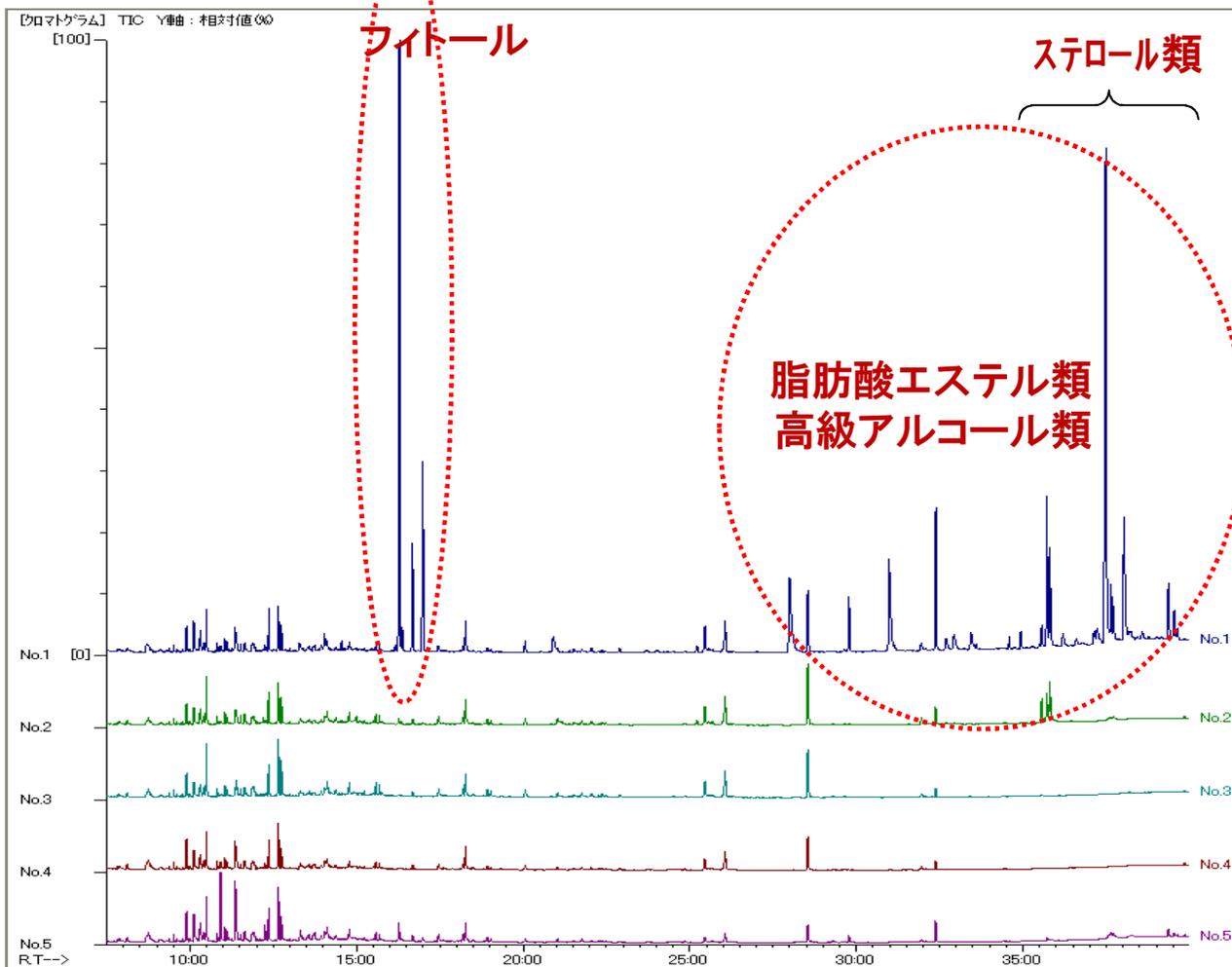


水を加えてC18で再び低極性の夾雑物や緑色素を除去。農薬はスルーさせる。

メリット

- 液々分配や濃縮操作なし!
- LC/MS/MSシステムでそのまま実施可能
- 固相抽出による精製で、MSにおけるマトリックス効果を低減

C18の精製効果(ほうれん草)



★アセトニトリル濃度による精製効果の違い



100%ACN



80%ACN/水

C18による除去成分

- 低極性の夾雑物
- 高級脂肪酸エステル類
- 緑色素を除去。

C18精製無

100%ACN

80%ACN/水

67%ACN/水

50%ACN/水

高



低

ACN濃度

PSAに吸着される農薬

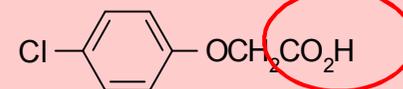
●ほとんどが酸性農薬

農薬名	官能基	pKa	LogPow
4-CPA	COOH	3.56	-
Mecoprop	COOH	3.78	0.64
Triclopyl	COOH	3.97	-
loxynil	OH	3.96	0.89 (unstated), 3.43 (unionised)
Flumetsulam	-	4.6	-0.68
Cloprop	COOH	-	-
Fluroxypyr	-	2.94	-1.24
Forchlorfenyuron	-	-	3.2
Haloxypop	COOH	2.9	1.34 (unstated)
Cloransulam-methyl	NHSO ₂	4.81	1.12 (pH5), -0.365 (pH7)
1-naphtharen-acid	-	-	-
Fomesafen	NHSO ₂	2.83	<2.2 (pH4-10)
Diclosulam	NHSO ₂	4	0.85 (pH7)
Bromoxynil	OH	3.86	2.8 (unionised)
Acifluorfen	COOH	-	-

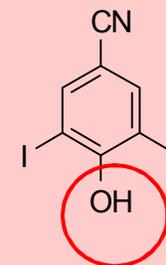
理由の推測

●酸性農薬は構造上、官能基がPSA（陰イオン交換）に吸着するため

◎PSAの構造



4-CPA



loxynil



自動前処理装置『STQ-L200』

複雑なプロセスの省力化。

Development work

STQ-L200 (エル)
For STQ Method



AISTI SCIENCE

食品中残留農薬分析用 自動前処理装置STQ-L200



抽出のみ終われば、あとは自動化装置に試料をセットするだけ！！

「QuEChERS法」と「固相抽出」を組み合わせた『STQ法』の自動化。

- 抽出液をセットしてボタンを押すだけ！
- コンディショニングから精製まで全自動
- GC対象農薬とLC対象農薬の両方の前処理に対応
- 洗浄器具は試験管のみ！
- 使用溶媒が少量のため、ランニングコストが低減
- 熟練度による個人差が出ない

特徴

●サンプルと試験管をまとめてセット！



サンプルと試験管をセットするだけで、後は全自動。一か所に配置しておりますので効率よく出し入れができます。

●固相カートリッジをセット！



指定位置に各固相カートリッジを検体数分並べます。ラックごと取り出せるので、スムーズに固相を並べることができます。

●使用溶媒のセット！



各溶液ごとに独立したシリンジを用いることで、効率の良い送液が可能です。

●スタートボタンを押すだけ！



タッチパネルで方法と条件を選択し、スタートボタンを押すだけです。

前処理フロー

◎前処理フロー 抽出

試料 10g (穀類 5g + 水 10mL)

— アセトニトリル 10mL

ホモジナイズ

— NaCl (食塩) 1g

クエン酸3Na2水和物 1g

クエン酸水素2Na1.5水和物 0.5g

MgSO₄ (無水硫酸マグネシウム) 4g

撈拌 (手で振とう 1分間)

遠心分離 (3000rpm 5分間)

アセトニトリル層を分取

↓
抽出液 (100%ACN試験溶液)

【自動前処理装置】

分取 1 mL (試料 1 g 相当)

固相 C18-30 mg+PSA-30mg : 精製

— 溶出 0.4%ぎ酸メタノール (pH2.5) 1mL

流出液

— 水 0.5mL

固相 C18-50 mg : 精製

— 洗液 80%メタノール 1mL

定容 (4 mL, 水で調製)

LC/MS/MS

自動化の工程①

精製

【自動前処理装置】

分取 1 mL

固相 C18-30 mg + PSA-30mg : 精製

溶出 0.4%ぎ酸メタノール (pH2.5) 1mL

流出液

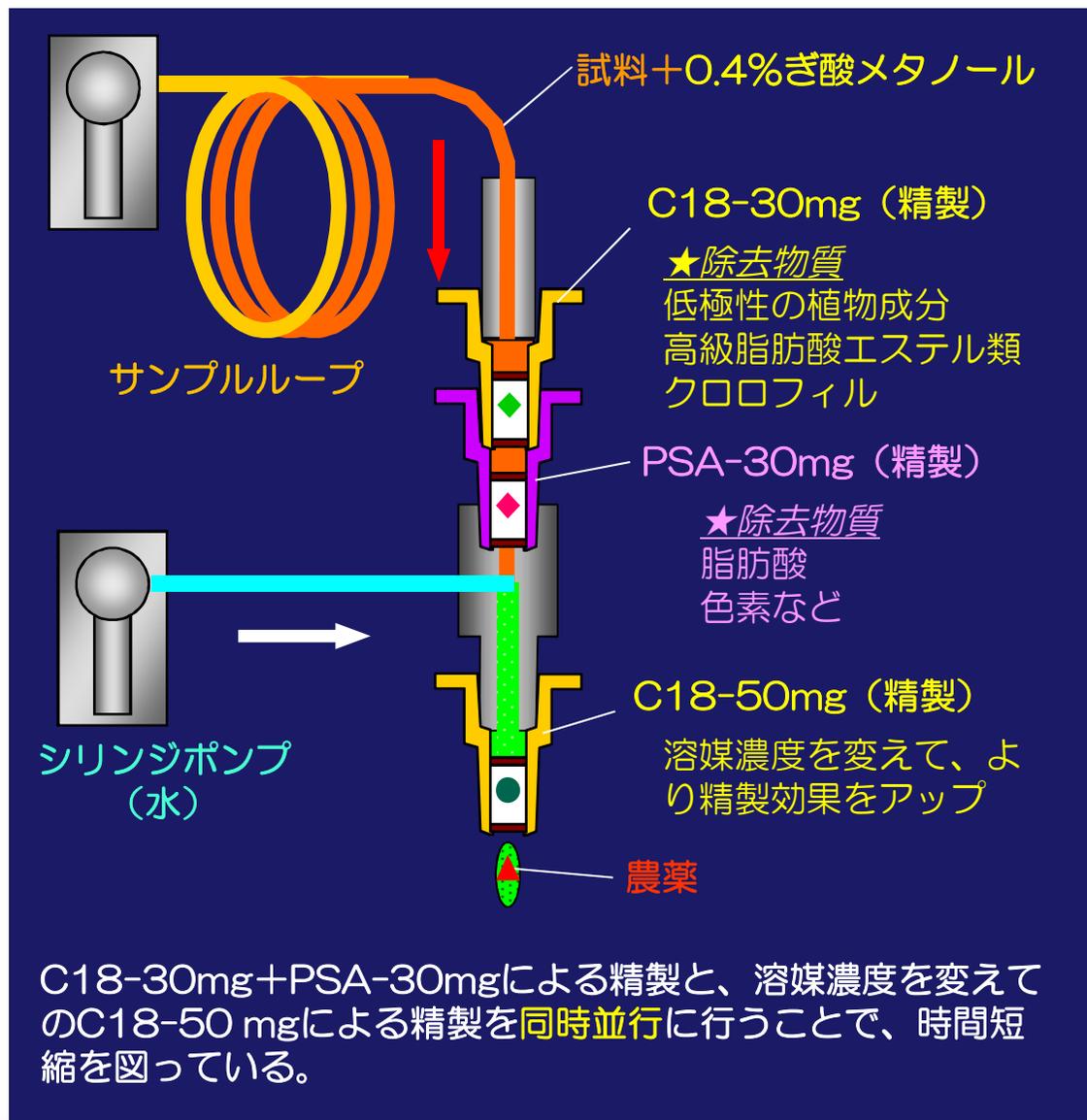
水 0.5mL

固相 C18-50 mg : 精製

洗液 80%メタノール 1mL

定容 (4 mL, 水で調製)

LC/MS/MS (注入量 5 μ L)



自動化の工程② 溶出

《自動前処理装置》

分取 1 mL

固相 C18-30 mg + PSA-30mg : 精製

溶出 0.4% ぎ酸メタノール (pH2.5) 1mL

流出液

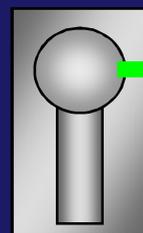
水 0.5mL

固相 C18-50 mg : 精製

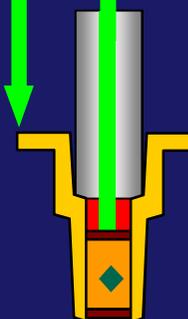
洗液 80%メタノール 1mL

定容 (4 mL, 水で調製)

LC/MS/MS (注入量 5 μ L)



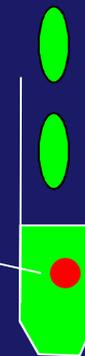
シリンジポンプ
(80%メタノール水)



C18-50mg (精製)

★除去物質
低極性の植物成分
高級脂肪酸エステル類
クロロフィル

農薬



洗液80%メタノール水で、C18カラムに残った農薬を溶出させる。

自動前処理装置の1サイクル

①固相セット

C18-30 mg + PSA-30mg (上)

C18-50mg (下)

②コンディショニング

アセトン 2mL

アセトニトリル 2mL

③固相抽出 (精製)

C18-30 mg + PSA-30mg (精製)

C18-50mg (精製)

サンプルロード 1mL

0.4%ギ酸メタノール (pH2.5) 1mL

水 0.5mL と混合



④固相抽出 (精製&溶出)

C18-50mg : 溶出

80%メタノール/水 1mL

溶出液

⑤ノズル洗浄

アセトン 3mL × 2回

アセトニトリル 3mL

★1サイクル (1検体処理時間) 6分

測定条件



自動前処理装置

STQ-L200 (AiSTI SCIENCE)

使用溶媒

アセトン, アセトニトリル,
80%メタノール/水, 0.4%ギ酸メタノール (pH2.5)
超純水 (オルガノ)

LC/MS/MS

MS : API 3200 system (Applied Biosystems)

LC : Prominence (SIMADZU)

分析カラム

Waters Atlantis® T3(ODS) T3 2.0*150mm 3.0 μm

移動相

A : 0.5mM酢酸アンモニウム水溶, B : 0.5mM酢酸アンモニウム含有メタノール

グラジエント条件

B conc. (%) ; メソッド①②共通
20% (0-1min) → 100% (1-17min) → 100% (17-23min) → 20% (23-30min)

分析時間

メソッド①30分 (Positive+), メソッド②30分 (Negative-)

流速

0.2mL/min, 注入量 : 5 μL

イオン化モード

ESI Positive/Negative

イオンプレー電圧

5500V/-4500V, イオンソース温度 : 350°C

測定モード

MRM (Multiple Reaction Monitoring)

対象農薬

ポジティブリスト制 LC/MS対象農薬（22のみGC/MS対象）

製品名	農薬数	濃度
農薬混合標準液 45	20種	10ppm
農薬混合標準液 53	29種	10ppm
農薬混合標準液 54	31種	10ppm
農薬混合標準液 58	36種	10ppm
農薬混合標準液 22 (アセフェート、メタミドホス)	内2種	10ppm

合計 116種

*いずれも関東化学社製

再現性試験①-ニンジン-

試料中濃度0.1ppm (n=5)

	農薬名	添加1	添加2	添加3	添加4	添加5	平均回収率(%)	RSD(%)
1	Abamectin	83	85	90	86	88	86	3
2	Acephate	110	106	102	99	94	102	6
3	Acibenzolar-S-methyl	100	108	103	101	97	102	4
4	Aldicarb	120	103	106	91	88	102	13
5	Aldoxycarb	104	104	104	104	98	103	3
6	Anilofos	94	94	96	99	94	95	2
7	Aramite	92	88	92	86	84	88	4
8	Azamethiphos	90	91	93	92	89	91	1
9	Azinphos-methyl	93	93	92	95	92	93	2
10	Azoxystrobin	91	87	94	94	90	91	3
11	Bendiocarb	96	91	91	92	89	92	3
12	Benzofenap	88	89	91	91	90	90	1
13	Boscalid	90	89	93	92	90	91	2
14	Butafenacil	93	92	98	97	94	95	3
15	Carbaryl	89	89	87	86	85	87	2
16	Carbofuran	97	95	94	92	89	93	3
17	Carpropamide	91	90	92	100	91	93	4
18	Chloridazon	76	76	79	78	81	78	2
19	Chlorxuron	91	89	92	93	89	91	2
20	Chromafenozide	96	94	95	95	92	94	2
21	Clofentezine	91	93	96	99	97	95	3
22	Clomeprop	95	94	95	99	93	95	2
23	Cloquintocet-mexyl	93	96	100	96	95	96	2
24	Cloransulam-methyl	91	93	90	92	94	92	2
25	Clothianidin	92	88	92	90	91	91	2

再現性試験②-ニンジン-

試料中濃度0.1ppm (n=5)

	農薬名	添加1	添加2	添加3	添加4	添加5	平均回収率(%)	RSD(%)
26	Cumyruron	88	90	93	92	88	90	2
27	Cycloate	109	100	105	106	98	104	4
28	Cyprodinil	92	96	98	98	97	96	3
29	Di-allate	96	102	101	99	98	99	3
30	Dichlosulam	81	81	80	84	83	82	2
31	Diflubenzuron	93	98	98	100	94	96	3
32	Dimethirimol	80	76	81	80	78	79	3
33	Diuron	88	86	91	91	87	88	3
34	Dymuron	92	91	93	92	88	91	2
35	Epoxiconazole	86	90	93	91	87	89	3
36	Fenamidone	99	94	102	98	94	97	4
37	Fenobucarb	100	96	102	97	92	97	4
38	Fenoxycarb	101	97	99	97	96	98	2
39	Fenpyroximate E or Z	77	78	81	79	78	78	2
40	Ferimzone EandZ	90	91	94	96	90	92	3
41	Flufenacet	100	95	101	97	93	97	3
42	Flufenoxuron	68	67	70	70	67	68	2
43	Flumetsulam	65	67	64	67	67	66	2
44	Fluridon	85	88	92	90	82	87	5
45	Forchlorfenuron	86	81	84	85	81	83	3
46	Furametpyr	91	88	93	93	88	91	3
47	Furathiocarb	96	92	97	97	95	95	2
48	Haloxypop	63	62	65	67	64	64	3
49	Hexaflumuron	91	89	90	93	92	91	2
50	Hexythiazox	82	84	86	87	85	85	2

再現性試験③-ニンジン-

試料中濃度0.1ppm (n=5)

	農薬名	添加1	添加2	添加3	添加4	添加5	平均回収率(%)	RSD(%)
51	Imazalil	89	92	90	96	89	91	3
52	Imazaquin	61	63	63	66	66	64	4
53	Imidacloprid	122	121	125	115	127	122	4
54	Indanofan	93	89	93	94	87	91	3
55	Indoxacarb	91	93	102	97	95	96	4
56	Iprovalicarb	94	91	99	95	90	94	4
57	Isoxaflutole	88	86	92	92	87	89	3
58	Lactofen	79	80	81	91	79	82	6
59	Linuron	99	94	100	100	94	97	3
60	Lufenuron	88	85	88	88	86	87	2
61	Mepanipyrim	93	93	100	99	90	95	4
62	Methabenzthiazuron	93	89	95	93	89	92	3
63	Methamidophos	75	72	70	69	67	70	4
64	Methiocarb	98	97	100	96	93	97	2
65	Methomyl	98	91	93	87	80	90	8
66	Methoxyfenozide	99	97	100	97	91	97	3
67	Monolinuron	95	91	94	94	88	93	3
68	Naproanilide	96	96	100	94	93	96	3
69	Novaluron	87	94	97	95	94	93	4
70	Oxamyl	122	120	116	112	101	114	7
71	Oxaziclomefone	88	87	91	91	88	89	2
72	Oxycarboxin	95	92	96	95	97	95	2
73	Pencycuron	77	77	78	79	77	78	1
74	Phenmedipham	90	86	92	91	86	89	3
75	Primicarb	95	90	96	96	91	94	3

再現性試験④-ニンジン-

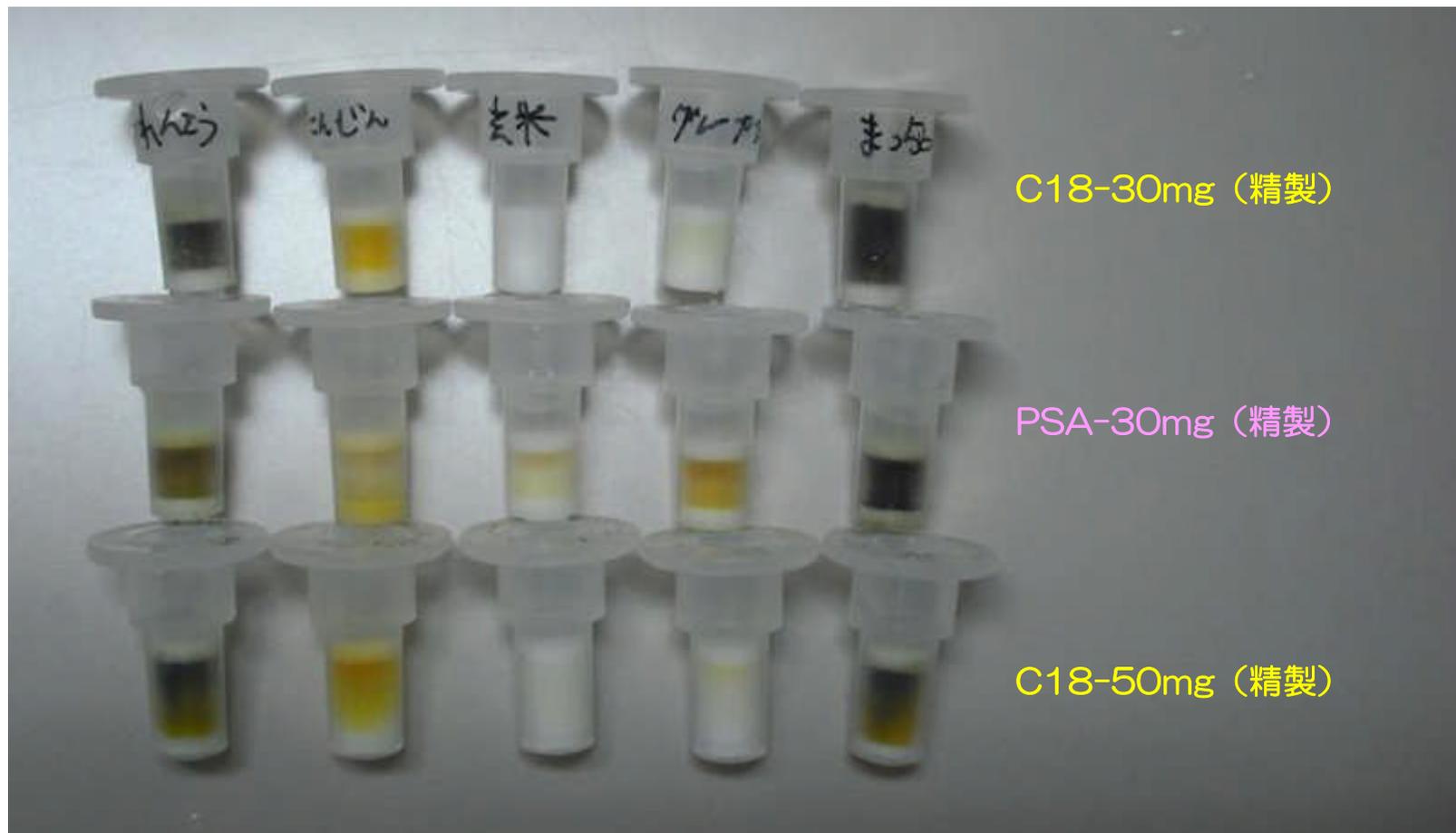
試料中濃度0.1ppm (n=5)

	農薬名	添加1	添加2	添加3	添加4	添加5	平均回収率(%)	RSD(%)
76	Propaquizafop	82	83	88	86	84	85	3
77	Pyraclostrobin	87	89	95	91	92	91	3
78	Pyrazolynate	80	85	85	84	84	84	3
79	Pyrifthalid	89	86	93	94	89	90	4
80	Silafluofen	50	53	51	51	49	51	3
81	Simeconazole	97	89	94	93	90	93	3
82	Spinosyn A	74	74	76	72	74	74	2
83	Spinosyn D	64	63	67	62	66	64	3
84	Tebufenozide	99	93	97	97	90	95	4
85	Tebuthiuron	75	75	76	73	71	74	2
86	Teflubenzuron	79	84	81	82	77	81	3
87	Tetrachlorvinphos	93	92	94	97	95	94	2
88	Thiabendazole	79	80	80	81	80	80	1
89	Thiacloprid	87	87	87	87	90	87	1
90	Thiamethoxam	83	86	85	87	82	84	2
91	Thidiazuron	104	105	107	105	102	105	2
92	Thiodicarb	97	89	89	94	83	90	6
93	Tralkoxydim	92	88	89	97	93	92	4
94	TridemorphE	65	65	70	58	68	65	7
95	TridemorphZ	59	60	65	48	64	59	11
96	Triflumuron	95	97	98	98	95	97	2
97	Triticonazole	92	90	92	94	89	92	2

自動化装置と手分析の比較

- ◎数種類の作物で添加回収試験による比較(抽出液は共通)
- ◎緑茶葉を用いた精製効果の比較(GC/MS測定)

自動化装置で処理後の固相ミニカラム



作物別添加回収率比較①

試料中濃度：0.1ppm，回収率(%)：n=1

農薬名	ほうれん草		ニンジン		玄米		抹茶		未知試料(ppm)
	手分析	自動化	手分析	自動化	手分析	自動化	手分析	自動化	
1 Abamectin	85	81	76	85	50	58	56	54	0
2 Acephate	76	71	83	88	77	69	65	68	0
3 Acibenzolar-S-methyl	101	88	90	96	96	93	88	90	0
4 Aldicarb	107	85	96	96	111	96	63	49	0
5 Aldoxycarb	104	92	101	96	109	89	58	53	0
6 Anilofos	98	92	95	92	87	79	83	89	0
7 Aramite	88	91	86	88	90	86	82	90	0
8 Azamethiphos	85	83	90	91	93	87	59	65	0
9 Azinphos-methyl	97	101	97	118	114	98	81	109	0
10 Azoxystrobin	89	96	88	99	96	90	95	94	0
11 Bendiocarb	94	93	90	96	100	91	79	77	0
12 Benzofenap	88	87	92	90	88	83	82	83	0
13 Boscalid	95	91	92	94	86	82	72	76	0
14 Butafenacil	98	96	93	95	98	94	97	84	0
15 Carbaryl	95	88	90	91	92	83	74	75	0
16 Carbofuran	108	100	90	93	99	88	83	85	0
17 Carpropamide	93	93	88	87	102	92	85	86	0
18 Chloridazon	72	68	89	82	96	79	40	40	0
19 Chlorxuron	99	95	96	99	94	86	76	78	0
20 Chromafenozide	101	91	91	98	106	92	167	166	0.38 検出
21 Clofentezine	84	87	83	87	54	55	70	82	0
22 Clomeprop	84	86	85	89	90	84	69	74	0
23 Cloquintocet-mexyl	85	85	93	100	86	83	82	77	0
24 Cloransulam-methyl	93	100	98	100	99	87	79	88	0
25 Clothianidin	96	94	96	99	99	85	392	411	1.32 検出

作物別添加回収率比較②

試料中濃度：0.1ppm，回収率(%)：n=1

農薬名	ほうれん草		ニンジン		玄米		抹茶		未知試料(ppm)	
	手分析	自動化	手分析	自動化	手分析	自動化	手分析	自動化		
26 Cumyruron	89	89	87	88	96	87	73	71	1	
27 Cycloate	98	97	87	97	83	80	87	91	0	
28 Cyprodinil	91	94	90	92	90	81	74	73	0	
29 Di-allate	94	98	87	97	100	77	88	92	0	
30 Dichlosulam	89	80	92	92	96	80	52	47	0	
31 Diflubenzuron	102	92	97	93	93	79	79	88	0	
32 Dimethirimol	77	74	81	83	79	76	55	56	0	
33 Diuron	89	90	87	91	87	86	75	67	0	
34 Dymuron	93	87	90	91	96	85	75	76	0	
35 Epoxiconazole	89	91	77	87	93	86	73	74	0	
36 Fenamidone	97	92	95	95	98	93	78	76	0	
37 Fenobucarb	99	97	97	102	98	91	92	84	0	
38 Fenoxycarb	102	96	94	96	99	89	85	79	0	
39 Fenpyroximate E or Z	83	77	76	80	74	75	83	82	0.056	検出
40 Ferimzone EandZ	96	92	92	95	92	87	71	79	0	
41 Flufenacet	101	94	94	98	94	85	83	81	0	
42 Flufenoxuron	113	115	68	71	81	71	69	69	0.048	検出
43 Flumetsulam	88	74	88	70	82	61	82	66	0	
44 Fluridon	85	101	85	97	110	113	104	72	0	
45 Forchlorfenuron	75	75	80	83	81	74	53	62	0	
46 Furametpyr	93	93	89	94	95	89	72	75	0	
47 Furathiocarb	69	69	90	93	97	87	81	82	0	
48 Haloxyfop	81	78	78	76	77	66	66	62	0	
49 Hexaflumuron	68	70	81	91	109	84	83	85	0	
50 Hexythiazox	67	62	79	80	75	68	71	78	0	

作物別添加回収率比較③

試料中濃度：0.1ppm，回収率(%)：n=1

農薬名	ほうれん草		ニンジン		玄米		抹茶		
	手分析	自動化	手分析	自動化	手分析	自動化	手分析	自動化	未知試料(ppm)
51 Imazalil	92	82	90	87	91	80	74	73	0
52 Imazaquin	77	66	93	85	82	67	25	34	0
53 Imidacloprid	109	105	108	144	99	91	130	131	0.32 検出
54 Indanofan	98	96	86	91	88	83	75	85	0
55 Indoxacarb	93	91	88	97	83	86	83	101	0
56 Iprovalicarb	98	95	94	95	100	87	88	76	0
57 Isoxaflutole	84	87	87	91	100	90	72	72	0
58 Lactofen	86	89	91	89	95	90	86	104	0
59 Linuron	96	95	97	102	92	97	76	63	0
60 Lufenuron	81	79	86	82	99	83	534	555	1.92 検出
61 Mepanipyrim	93	82	91	91	88	89	67	80	0
62 Methabenzthiazuron	92	88	91	96	96	83	65	70	0
63 Methamidophos	52	51	55	59	45	44	39	46	0
64 Methiocarb	100	96	96	100	100	86	84	80	0
65 Methomyl	551	492	102	105	114	88	27	27	0
66 Methoxyfenozide	98	97	93	98	99	90	254	245	0.66 検出
67 Monolinuron	104	92	94	97	100	89	66	70	0
68 Naproanilide	100	96	96	96	101	89	79	85	0
69 Novaluron	69	68	85	88	102	87	91	83	0
70 Oxamyl	120	96	107	108	114	93	81	62	0
71 Oxaziclomefone	87	85	85	90	97	87	82	82	0
72 Oxycarboxin	86	83	95	96	100	91	42	47	0
73 Pencycuron	86	88	86	88	89	82	81	88	0
74 Phenmedipham	91	93	89	94	90	85	75	75	0
75 Primicarb	94	89	97	96	100	88	80	81	0

作物別添加回収率比較④

試料中濃度：0.1ppm，回収率(%)：n=1

農薬名	ほうれん草		ニンジン		玄米		抹茶		
	手分析	自動化	手分析	自動化	手分析	自動化	手分析	自動化	未知試料(ppm)
76 Propaquizafop	78	78	87	88	93	87	73	85	0
77 Pyraclostrobin	93	91	90	98	98	83	81	73	0
78 Pyrazolynate	84	91	86	90	97	82	4	25	0
79 Pyrifthalid	95	92	92	94	98	92	80	83	0
80 Silafluofen	19	32	11	47	13	34	0	43	0
81 Simeconazole	91	93	86	96	98	83	61	79	0
82 Spinosyn A	66	74	53	70	45	59	69	72	0
83 Spinosyn D	50	64	37	60	35	59	52	74	0
84 Tebufenozide	95	91	90	94	93	92	105	121	0.11 検出
85 Tebuthiuron	85	80	78	77	81	77	60	61	0
86 Teflubenzuron	78	82	82	82	95	94	455	443	1.57 検出
87 Tetrachlorvinphos	95	94	94	96	79	77	87	81	0
88 Thiabendazole	68	65	78	77	83	72	45	35	0
89 Thiacloprid	77	75	89	90	92	82	1295	1446	4.78 検出
90 Thiamethoxam	113	103	103	94	111	86	159	157	0.34 検出
91 Thidiazuron	83	87	94	98	94	91	58	60	0
92 Thiodicarb	14	12	92	92	82	80	28	31	0
93 Tralkoxydim1	102	92	103	90	97	92	90	83	0
94 Tridemorph	34	65	25	60	24	64	28	69	0
95 Tridemorph1	23	53	11	55	18	63	14	80	0
96 Triflumuron	93	91	93	89	92	83	86	93	0
97 Triticonazole	91	91	84	91	95	85	74	74	0

回収率分布

(単位：成分)

作物	回収率(%)	ND, 0-50	50-70	70-120	120-	合計
ほうれん草	自動前処理装置	2	10	84	1	97
	手分析	4	8	84	1	97
ニンジン	自動前処理装置	1	4	91	1	97
	手分析	4	3	90	0	97
玄米	自動前処理装置	2	11	84	0	97
	手分析	6	2	89	0	97
抹茶	自動前処理装置	11	15	62	9	97
	手分析	11	19	59	8	97

*試料中濃度：0.1ppm

STQ-GC法 前処理フロー

◎前処理フロー 抽出

試料 10g (穀類 5g + 水 10mL)

— アセトニトリル 10mL

ホモジナイズ

— NaCl (食塩) 1g

クエン酸3Na2水和物 1g

クエン酸水素2Na1.5水和物 0.5g

MgSO₄ (無水硫酸マグネシウム) 4g

撈拌 (手で振とう 1分間)

遠心分離 (3000rpm 5分間)

アセトニトリル層を50%ACN水で倍希釈

↓
抽出液 (75%ACN水試験溶液)

《自動前処理装置》

分取 1 mL

固相 C18-30 mg : 精製

— 洗液 80%ACN水 1mL

流出液

— 10%食塩水 20mLを加え希釈

固相 C18-50mg : 保持

乾燥 (Heガス 2分)

連結固相 SI-30mg+PSA-30 mg : 精製

— 溶出 アセト/メタノール (3/7) 1mL

または溶出 アセト/メタノール (15/85) 1mL

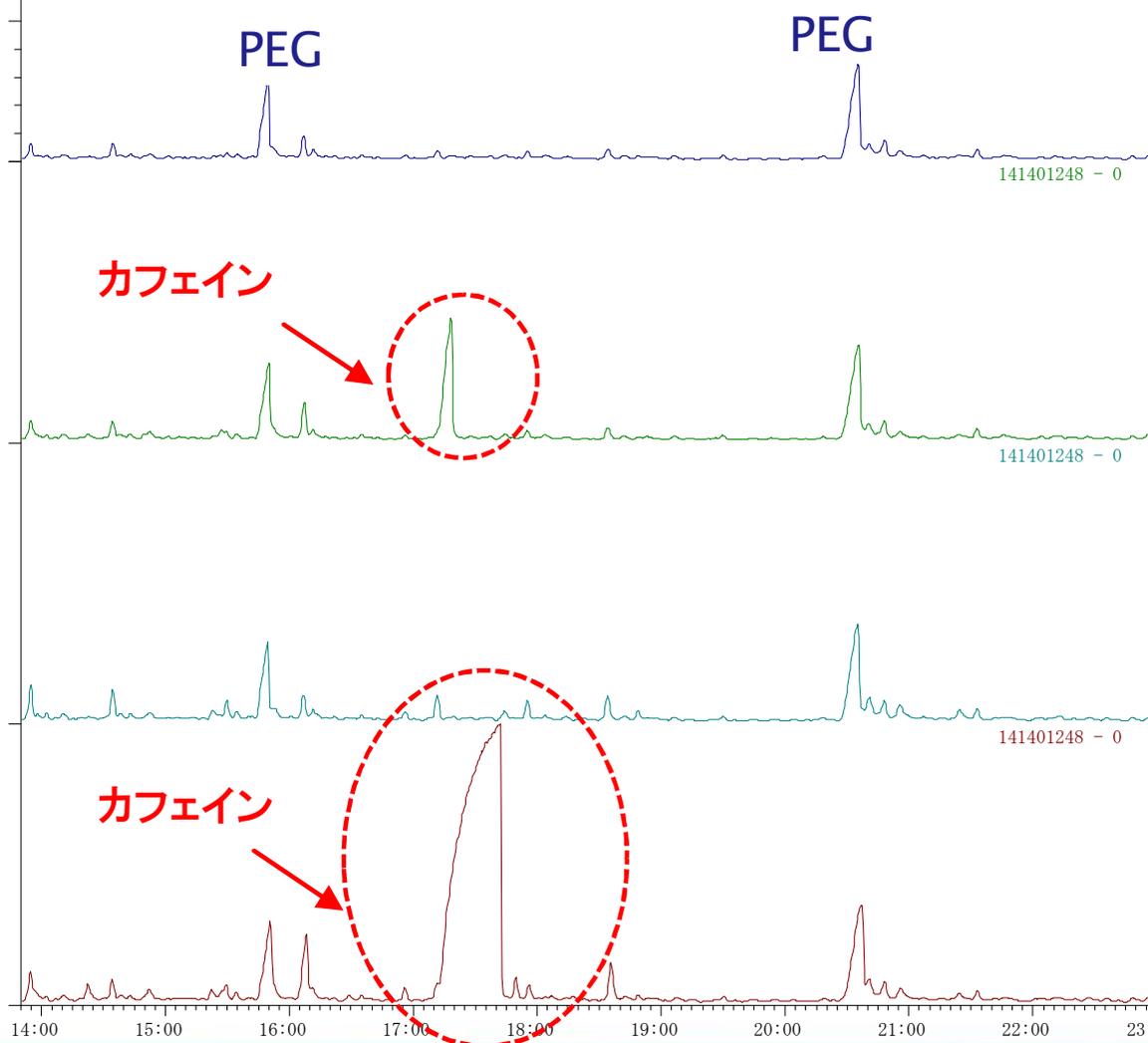
溶出液

— 10ppm7イカリウム + 1%PEG(300)/アセト 2uL

定容 (1 mL, アセト/メタノール (3/7) で調製)

GC/MS (大量注入25 μL : 試料12.5 mg相当)

自動化装置と手分析のGC/MSスキャン クロマトグラムの比較(緑茶葉)



①自動化

SI+PSA アセトン/ヘキサン(15/85)

②自動化

SI+PSA アセトン/ヘキサン(3/7)

③手分析

SI+PSA アセトン/ヘキサン(15/85)

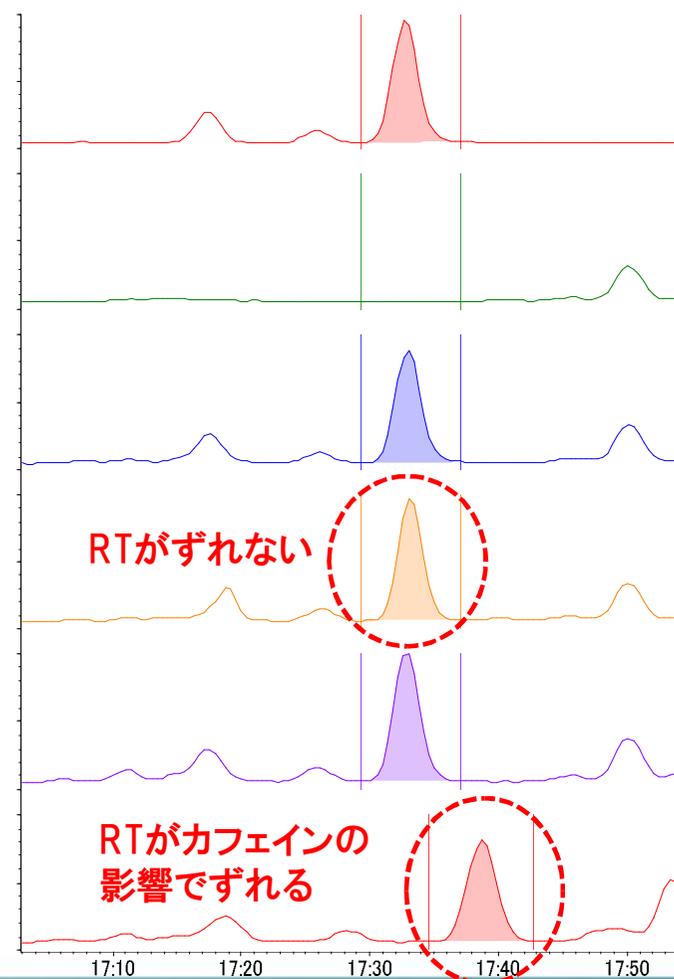
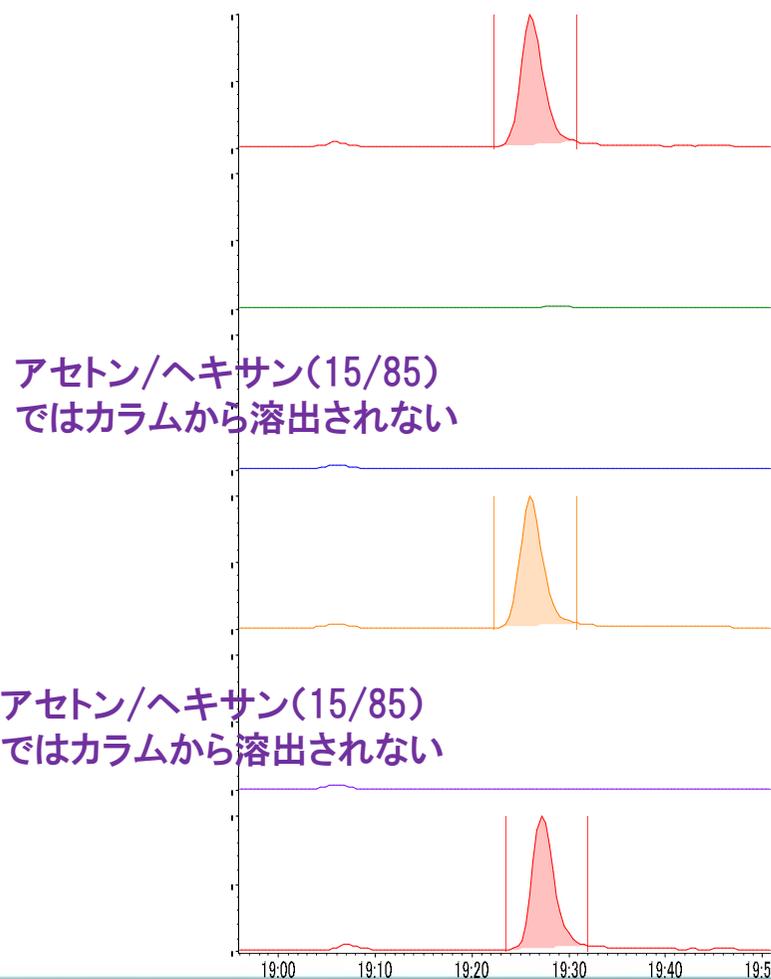
④手分析

SI+PSA アセトン/ヘキサン(3/7)

自動化装置と手分析のGC/MSスキャン クロマトグラムの比較(緑茶葉)

●Tetraconazole

●Vinclozoline



①スタンダード 0.01ppm

②未知試料(Blank)

③自動化

SI+PSA アセトン/ヘキサン(15/85)

④自動化

SI+PSA アセトン/ヘキサン(3/7)

⑤手分析

SI+PSA アセトン/ヘキサン(15/85)

⑥手分析

SI+PSA アセトン/ヘキサン(3/7)

まとめ

- 抽出操作に「QuEChERS法」、精製操作に「固相抽出法」を用いた濃縮操作なしの迅速な前処理方法『STQ法』を確立したことで、抽出操作以降の前処理工程の自動化という、さらなる効率化&迅速化が図れ、処理時間6分/検体の自動化が可能になった。
- 作物別添加回収試験の結果、自動化装置による分析と手分析でほぼ同じ回収率が得られ、抹茶からの検出農薬もほぼ同濃度の検出量であった。70~120%の良好な回収率が得られた成分数が、抹茶以外の3作物で97成分中84成分以上(約87%)と良好であった。
- ニンジンを用いた再現性試験では、RSD%(n=5)は97成分中95成分(約98%)がRSD10%未満とかなり良好な結果が得られ、自動化の長所である再現性の向上が確認できた。
- 緑茶葉を用いた試験では、手分析より自動化装置のほうがカフェインの除去効果が高かった。これは、装置での加圧により固相中のエア―抜きが促進されることで固相の活性化が促され、精製効果が高まったと考えられた。
- 前処理の自動化により、Total使用溶媒量が約20mL/検体とかなりの省溶媒化が図れ、また洗浄器具も試験管のみとランニングコストの低減が図れた。