

食品中残留農薬分析における固相抽出法を用いた自動前処理装置の開発 -第3報-

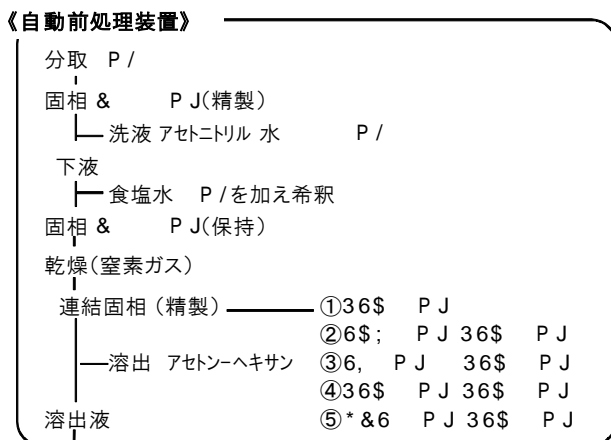
○佐々野僚一，谷澤春奈

株式会社アイスティサイエンス

【目的】食品中の残留農薬分析においてはポジティブリスト制度の導入以降，多種多様な食品と大幅に増加した農薬数への対応が求められている。今回は自動前処理装置を用いた精製の効率化を目的とし，固相ミキサムの種類と溶出溶媒種類による農薬の回収率や夾雑成分の除去効果の違いについて知見が得られたので報告する。

【方法】1. 自動前処理装置：STQ-L200，固相カートリッジ：Smart-SPE（アイスティサイエンス社製）
2. 対象農薬：ポジティブリスト制度GC/MS対象混合標準液22, 31, 34, 48, 51（関東化学社製）
3. 測定条件：前回と同様（第97回日本食品衛生学会講演要旨参照p. 33）

試料 10g（穀類5g, 抹茶2g + 水 10mL）
↓
アセトニトリル 10mL
↓
ホモジナイズ 食塩 1g
クエン酸 1D 水和物 J
クエン酸水素 1D 水和物 J
↓
攪拌（手で振とう 分）無水硫酸マグネシウム J
↓
遠心分離（分 LSP）
↓
アセトニトリル層をアセトニトリル-水(1/1)で倍希釈
↓
抽出液



— 添加 フェナントレンG体+3(*
— アセトン-ヘキサンで P / に定容

* & 0 6(6&\$1) 大量注入(μ /)

6FK-PH 試験溶液の調製法

【結果と考察】

1. PSAミキサムと溶出溶媒アセトン-ヘキサンの比率

溶出溶媒アセトン-ヘキサンの比率と回収率分布の関係を下記に示す。

表1. 回収率分布表

回収率	溶出溶媒アセトン-ヘキサン比率					
	上(アセトン/ヘキサン比)	上(アセトン/ヘキサン比)				下(アセトン含有率)
%以上-未満	(3/7)	(1/4)	(15/85)	(1/9)	(5/95)	(0/100)
30-50	(30%)	(20%)	(15%)	(10%)	(5%)	(0%)
7	7	8	10	15	31	
50-70	13	14	15	16	23	29
70-120	246	245	244	239	216	66

(単位:成分)

アセトン-ヘキサンの比率は(3/7)～(15/85)までは，回収率への影響はほとんど見られなかった。(5/95)でも多くの農薬が回収されることが分かった。夾雑物に関してはアセトンの比率を下げるほど精製効果としての機能が増し，(15/85)で十分な精製効果を得ることが分かった。特に，(5/95)に関しては更にその精製効果を発揮し，夾雑物が多い食品においても対応可能であると考えられたが，特に極性の農薬で回収率が低下するものがあり，それらはLC/MS(/MS)対象で測定するなどの検討が必要であると思われる。

2. SAX・SI(シカゲル)・PSA・GCS(ケラファイトカーボン)+PSAミキサムと溶出溶媒の比率

既に報告されている各種固相の夾雑物の除去効果を基に本装置での実証実験を行った。各固相と溶媒比率を夾雑物により適切に選択することでその効果が得られた。

今回，固相ミキサムと溶出溶媒の種類による農薬の挙動や夾雑成分の除去効果について得られた知見は，その他の多成分一斉分析や個別分析・確認分析においても応用できるものと考えられる。

【参考文献】1) 秋山ら，食衛誌，Vol. 37(1996)，p351
2) 大藤ら，京都府保健年報，第43号(1998)，p16
3) 飯島ら，日本農薬学会誌，Vol. 31(2006)，p190