

畜産物中残留農薬の迅速一斉分析法の検討 - GC/MS 編 -

○佐々野僚一、谷澤春奈
(株) アイスティサイエンス

【目的】GC/MSを用いた畜産物（牛肉・鶏肉）中の残留農薬の迅速一斉分析法の検討を行った。本法はアセトン溶媒による抽出を行い、GC大量注入を用いることで試料量の少量化による前処理の迅速化を図った。

【方法】試料：牛肉ミンチ。添加濃度：0.01ppm。固相カートリッジ：

試料 10g

アセトン 10mL

水 2mL

ホモジナイズ

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

無水硫酸マグネシウム 4g

攪拌(手で振とう、1分)

遠心分離(5分, 3000rpm)

アセトン層

分取 0.5mL(試料0.5g相当) LC法へ

水 0.3mL

固相C18-30mg:精製

洗液 80%アセトニトリル水 1mL

流出液

水 2mL

固相PLS3-10mg(保持)

流出液

15%食塩水 20mL

固相PLS3-10mg(再保持)

吸引乾燥 3min

連結:固相PSA-30mg(精製)

溶出 アセトン-ヘキサン(15/85) 1mL

添加 ホリエチレングリコール300

定容(1mL)

GC/MS(SCAN)測定

大量注入法:25 μ L注入

Scheme 1. 試験溶液の調製法

Smart-SPE (アイスティ製)。GC大量注入口装置：LVI-S200 (アイスティ製)。

GC/MS：Q1000GC (日本電子製)。

【結果と考察】牛肉中にはパルミチン酸やオレイン酸など脂肪酸が大量(約10~40%)に含まれており、この脂肪酸を取り除くことが最大の課題であった。

1. 液液分配(遠心分離)による精製効果：
遠心分離によりアセトン層の下に脂肪酸層が分離され、この工程で大部分の脂肪酸を取り除くことができた。

2. 固相カートリッジPSAによる精製効果：

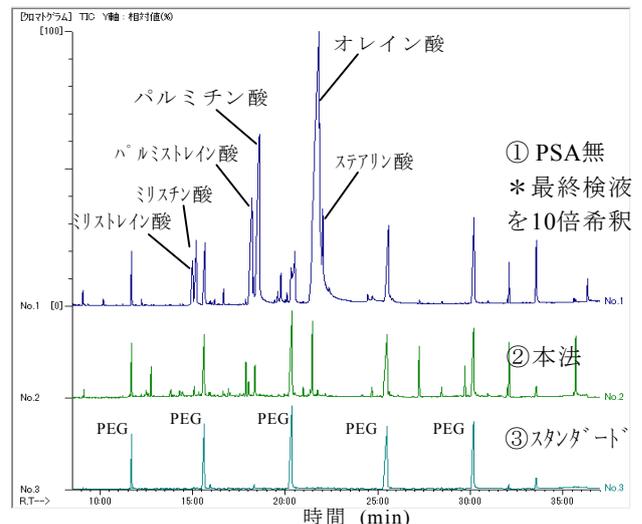


図1. SCANクロマトグラム比較

アセトン層に溶け込んでいる脂肪酸は固相カートリッジPSAと溶出液アセトン-ヘキサン(15/85)の組み合わせにより除去できた。

3. 添加回収試験の結果：一部の農薬を除いて良好な回収率を得ることができた。尚、極性の農薬(メタミドホス・アセフェート)はLC法で検討を行った。