

STQ 法における繰り返し抽出定容法の検討

○佐々野僚一¹、小西賢治¹、高良浩司²、久野恵子²

¹ (株) アイスティサイエンス、² 和歌山県環境衛生研究センター

【目的】食品中残留農薬分析STQ法では、操作効率の良いQuEChERS法の抽出工程を取り入れて、その液液分配抽出液から分取して固相カートリッジによる精製を行っている。しかしながら、その抽出操作は一度だけであり、また、その抽出液をそのまま分取している。そこで、演者らは定量性と抽出効率を高めることを目的としてSTQ法における繰り返し抽出定容法の検討を行ったので報告する。

【方法】試料：ほうれん草、玄米、大豆。添加濃度：0.02ppm, 0.04ppm。固相：Smart-SPE、自動前処理装置：ST-L300、GC大量注入口装置：LVI-S200(AiSTI製)。GC/MS：Q1000GC

(JEOL製)、GC/MS/MS：7000B(Agilent製)。LC/MS/MS：Quattro UltimaPt(JASCO製)、API3200(AB SCIEX製)。

【結果と考察】繰り返し抽出定容法の工程をScheme 1に示す。本実験では定容量を10、15、20mLとして検討を行った。

1. 液量について：1回目の抽出操作で得られた抽出液量と2回目の抽出操作で目的の定容量に合うように追加したアセトニトリル量を表に示す。10mL定容では、ほうれん草や玄米

表 1回目の抽出液量と2回目に追加したアセトニトリル量

作物		ほうれん草・玄米	大豆
1回目抽出液量		9	5.5~6.5
2回目に追加したアセトニトリル量	定容量 10	1	4~3
	15	5	8.5~7.5
	20	10	13~12

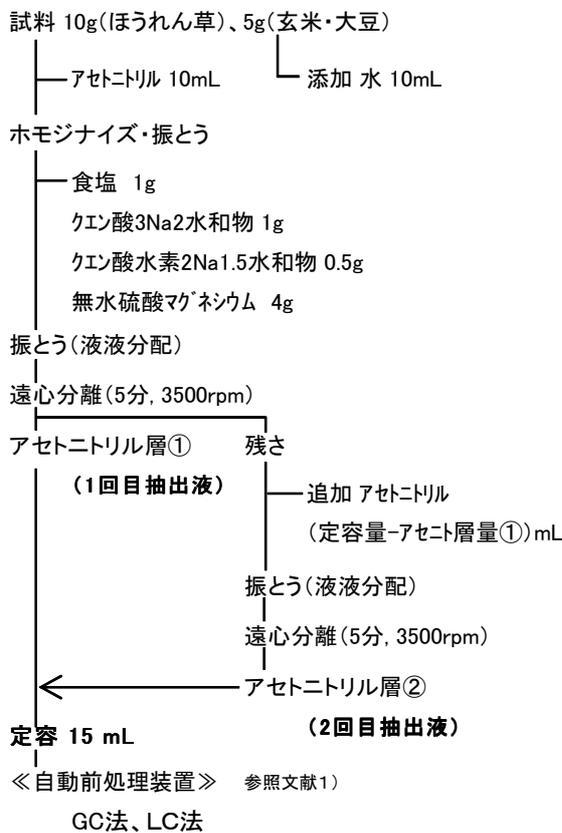
単位：mL

の場合追加したアセトニトリル量が1mLであり、2回目に抽出するための液量が少なかった。また20mL定容では、希釈率が上がるため、定量限界が懸念された。よって液量においては15mL定容が妥当であると判断した。

2. 回収率について：添加回収試験の結果は10mL, 15mL, 20mLのそれぞれの繰り返し抽出定容において、大きな差は見られなかった。試料別では、ほうれん草と玄米は平均で約90%の良好な回収率を得られた。大豆は平均で約70~85%の回収率であった。

STQ法において繰り返し抽出定容法を用いることでその定量性と抽出効率を高めることが可能となった。

1) 佐々野ら、日本食品衛生学会第100回学術講演会要旨集



Scheme 1. 抽出溶液の調製法