

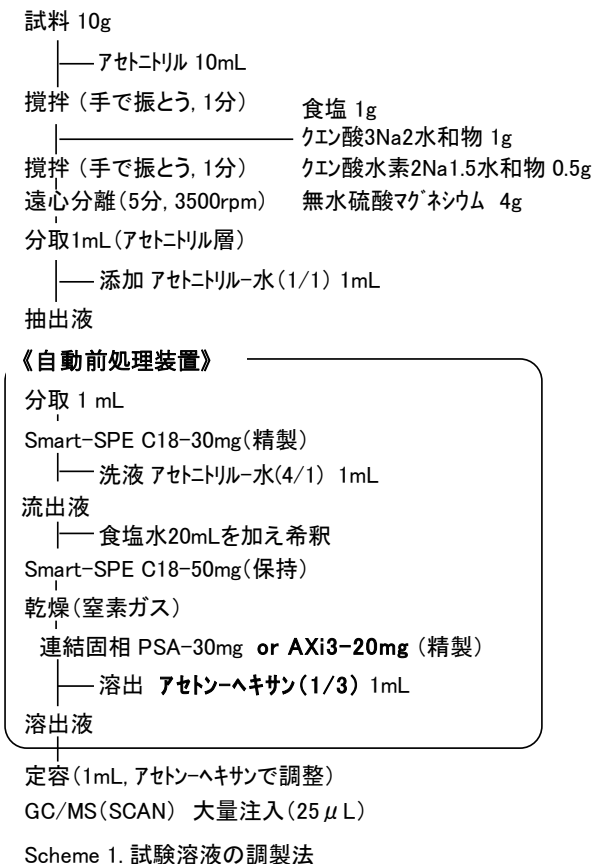
# ドライアイス凍結粉碎法とSTQ法を用いた TPN、キャプタン、カプタホール、ホルペットの分析法の検討

○佐々野 僚一<sup>1</sup>, 土居 恵子<sup>1</sup>, 小西 賢治<sup>1</sup>, 斎藤 勲<sup>2</sup>

<sup>1</sup>株式会社アイスティサイエンス, <sup>2</sup>公益財団法人科学技術交流財団

【目的】食品中残留農薬分析において、TPN、キャプタン、カプタホール、ホルペット等は試料粉碎時に分解することが知られている。そのため、個別法ではリン酸添加を行うことで、QuEChERS法では凍結状態<sup>1),2)</sup>で粉碎することで分解を防いでいる。また、キャベツやタマネギが試料の場合、精製に用いた固相PSAがTPN消失の要因の可能性があるとも報告<sup>3)</sup>されている。そこで、これらの情報を基に、ドライアイス凍結粉碎法とSTQ法を用いた分析法の検討を行ったので報告する。

【方法】予冷方式ドライアイス凍結粉碎法。  
添加農薬：0.1%ギ酸含有混合標準溶液



試料：キャベツ、タマネギ、大根、キュウリ、トマト、レタス、ほうれん草。添加濃度：試料中0.1ppm。添加後30分放置。

固相ミニカラム：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)。

【結果と考察】**1. 常温粉碎と凍結粉碎の比較**：各試料についてそれぞれの添加回収試験を行ったところ、ドライアイス凍結粉碎することで回収率が向上した。

**2. 疑似マトリクスPEGの影響**：PEG共注入した場合、キャプタン、カプタホール、ホルペットのピーク面積値の減少がみられた。PEGにより、注入口で気化する時の温度が高くなるために分解されたものと考えられる。本法ではPEG共注入を使用せずに評価を行った。

**3. 添加時の標準溶液の溶媒について**：添加時の混合標準溶液にギ酸を加えることで、キャプタン、カプタホール、ホルペットの回収率が大きく向上した。

**4. 固相ミニカラムPSAについて**：キャベツやタマネギなどの硫黄化合物の夾雑成分を含む試料においては固相PSAを用いず、代わりに固相SAXや固相AXを用いたところ、TPNの回収率が大きく向上した。その他の試料に関しては、固相PSAを用いて、アセトン-ヘキサン(1/3)で溶出させた。

## 【参考文献】

- 1) M.Anastassiades; [www.quechers.com](http://www.quechers.com)
- 2) 斎藤勲ら、日本食品衛生学会第98回A-17 (2008)
- 3) 永井ら、日本農薬学会誌37(4),362-371(2012)