

STQ法（残留農薬一斉分析法）における抽出溶媒量の検討

○小西賢治、島三記絵、佐々野僚一、斎藤勲
株式会社アイスティサイエンス

【目的】 食品中残留農薬分析STQ法の抽出操作において、大豆を分析試料に用いたところ遠心分離後の試料層が多く、回収される上清アセトニトリル量が不十分だった。そのため遠心分離後の上清アセトニトリル層を採った後、残渣にアセトニトリルを添加して再度抽出遠心分離を行う繰り返し抽出分析法を報告した¹⁾。繰り返し抽出することで抽出効率、定量性の向上は見られたが、作業手順が複雑になり時間がかかった。そこで抽出溶媒量を増やすことにより一回の抽出で農薬の回収率が向上すると考え、本研究ではアセトニトリルを従来の10mLから15mLに増加して従来法との比較検討を行った。

【方法】 試料：ほうれん草、大豆

標準液：PL2005農薬MIX I～VI、7（林純薬工業株式会社）を混合し2mg/Lに希釈したものを使用、添加濃度：バイアル中0.005mg/Lとなるよう調整した、手順：多段階添加回収試験による添加回収率の評価を行った。

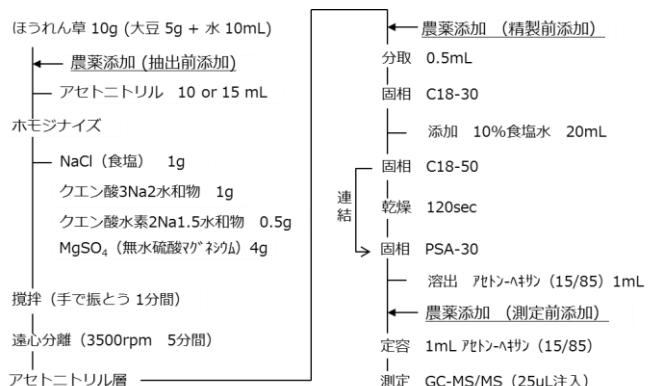


図1 STQ法に於ける多段階添加回収試験

【結果および考察】 ほうれん草試料において、抽出溶媒量を15mLに増やすことで349成分中32成分の回収率が5%以上改善した。大豆試料では349成分中32成分で5%以上の回収率の向上が見られた。そのうち52成分は10%以上回収率が向上した。大豆では、複数の農薬で精製前添加の回収率が抽出前添加に比べて20%以上高く、それらの農薬はLogPow>4と脂溶性が高かった。分析試料の成分含有量（表1）を比較すると大豆は脂質が多く、脂質-アセトニトリルで農薬の分配がおこりアセトニトリルに回収された絶対量が少なかったのではないかと推測された。

	大豆 5g	ほうれん草 10g
水分	0.62g	9.24g
たんぱく質	1.69g	0.22g
脂質	0.99g	0.04g
炭水化物	1.48g	0.31g
灰分	0.24g	0.17g

表1 分析試料の成分含有量

農薬毎の分配比率は一定のため、抽出溶媒量を増やすことでアセトニトリルに分配する絶対量が増え回収率が向上したと考えられる。結果としてほうれん草：323/349成分、大豆：319/349成分で70-120%の回収率が得られた。今後は他食品での添加回収試験や、実際に農薬が残留している試料を用いての評価を行いたい。

1)佐々野ら、日本食品衛生学会第105回学術講演会要旨集