

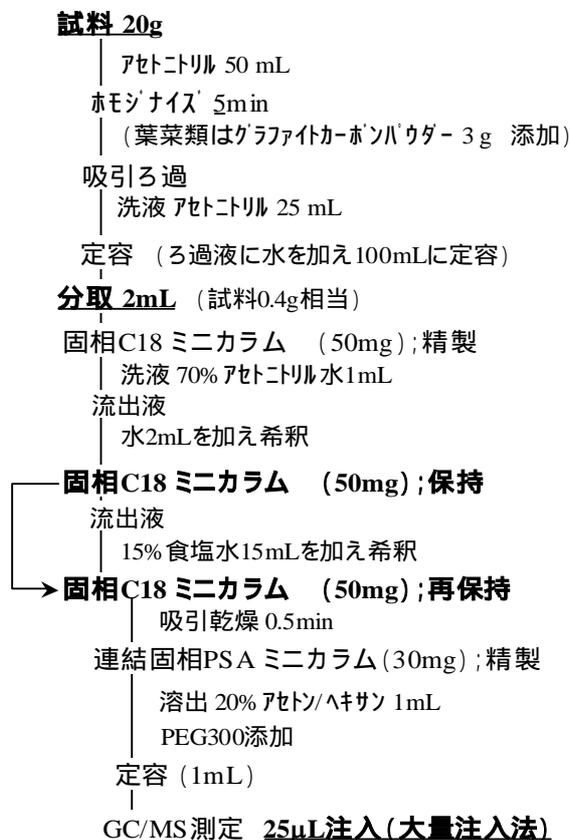
GC 大量注入による作物中残留農薬の多成分一斉分析

(財) 雑賀技術研究所

佐々野僚一、佐藤元昭、中西 豊

【目的】近年、作物中残留農薬の問題が幾度となくとりあげられ、食に対する安全性が非常に高まっている。また、食品衛生法の一部が改正され、近く検査農薬数が増加し検査体制も強化されつつある。しかしながら、現状の分析手法では一検体を前処理するのに時間が掛かるために、検査検体数を大幅に増やすことが難しい。そこで、前処理の迅速化を目的として、GC 大量注入法による試料の少量化と固相抽出 (逆相モード) による再濃縮を組み合わせた作物中残留農薬の多成分一斉分析法を検討した。

【方法】1. 試料; ほうれん草。2. 対象農薬; GC 分析対象農薬 72 成分を選定。3. 試料調整方法; Scheme 1 を参照。



Scheme 1. 前処理フロー

4. 装置条件; GC/MS:QP-5050A(Shimadzu), カラム; Inert Cap 5MS 0.25 mm i.d. \times 30 m, df 0.25 μ m, カラムオープン温度; 60 (3min)-20 /min-160 -7 /min-230 -2 /min-235 -10 /min-300 (8min), SIM モード。

GC 注入口: LaviStoma(EMINET), 胃袋型イサト, 注入口温度; 70 -120 /min-240 (3min)-50 /min-260 (20min), 溶媒排出時間; 15 秒。

【結果と考察】1. 固相 C18 ミニカラム による保持; まずはじめに、固相 C18 による精製後の流出液に水および食塩水を加えて希釈させて固相 C18 に再濃縮させる検討を行った。希釈率を上げるほど極性の農薬の保持が向上したが、逆に無極性の農薬がガラス器具などに吸着して回収率が低下した。そこで、一度低い希釈率で無極性の農薬を固相 C18 に保持させ、そのときの流出液を更に希釈させて再び固相 C18 に通水させることで極性の農薬も固相 C18 に保持させることに成功した。これにより、従来行っていた¹⁾ 分液ロートによる液液分配やエバポレーターなどによる濃縮操作を省くことができた。

2. 添加回収試験; ほうれん草に各農薬を 0.1 μ g/g となるように添加し、Scheme 1 に従い分析を行った。それぞれの回収率は 85 ~ 105% (62 種)、相対標準偏差 (n=5) は 5% 以内であり、良好な結果を得た。また、解析する際において、夾雑物による障害はほとんど見受けられず、十分な精製効果が得られた。

3. 前処理の迅速性; 分取後の前処理時間は、一人で行った場合、1 検体で 10 分、5 検体であれば 40 分であった。

参考文献 1) 谷澤, 佐藤ほか; 食衛生学第 83 回講演要旨集 P70