

## HPLC-GC/MS システムを用いた食品中残留農薬の個別分析への応用

(株) アイスティサイエンス 佐々野僚一 谷澤春奈

【目的】ポジティブリスト制が導入され、一年が過ぎようとしている。この間に多くの機関において多成分一斉分析法の需要が急速に高まっている。しかしながら、同時にこのポジティブリスト制による多成分一斉分析によって検出された農薬などの限定された個別分析の簡易で迅速な分析法の需要も増えている。

演者らは、これまで HPLC を前処理装置として用いた HPLC-GC/MS システムの開発を行い報告してきた。<sup>1)</sup> そこで本研究ではこの HPLC-GC/MS システムを用いて、最近国内で回収命令のあった水菜とイチゴ中のホスチアゼートの個別分析への応用を試み、良好な結果を得たので報告する。

### 【実験方法】

1. 試料: 水菜、イチゴ。 添加濃度: 0.05 ppm,

### 2. 前処理

試料 20g	分取 2mL (試料 0.4g 相当)
アセトニル 50mL	ミニ固相カートリッジ C18-50mg
ホジナイ	アセトニル水 1mL
抽出	流出液
アセトニル 25mL	水 1mL
定容 (水で 100mL)	定容 (4mL)
	HPLC-GC/MS (SCAN) 測定

3. 装置: HPLC: Agilent 1100 シリーズ (アジレント社製)、GC/MS: JMS-Q1000GC (日本電子社製)、LC-GC インターフェイス: LGI-S100 (アイスティサイエンス社製)、GC 注入口装置 LVI-S200 (アイスティサイエンス社製)。

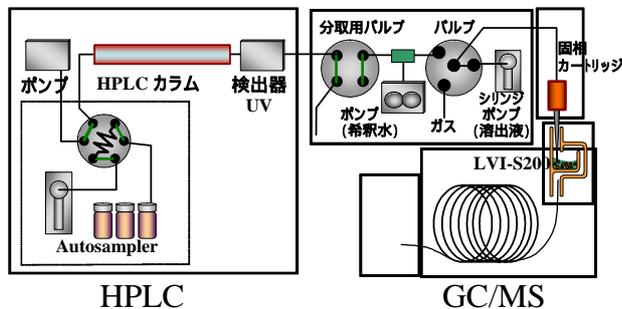


図 1. HPLC-GC/MS システム

【結果と考察】 前処理: 前もって C18 のミニ固相カートリッジに通すことで、HPLC カラムの劣化の原因となる夾雑物を取り除いた。

HPLC-GC/MS システム: この簡易な前処理をいった水菜の抽出液を HPLC へ注入して得られた UV クロマトグラムと分取部分を図 2 に示す。予め標準溶液を用いて調べておいたホスチアゼートのリテンションタイム付近のみを分取するため、その分取部分以外の夾雑物は自動的に除去され効率的なクリーンアップが行われていることがわかる。そして、その分取した全量を GC へ導入できるため、高感度な分析が可能となった。本実験ではこの高感度を利用して、GC/MS での測定を SCAN 法で行った。この時のイオンクロマトグラムとそのピークから得られたスペクトルとライブラリスペクトル比較を図 3、4 に示す。クロマトグラムは夾雑物の影響もほとんどなくきれいなクロマトグラムを得ることができた。そして、そのスペクトルから定性能力も十分にあることがわかった。また添加回収試験 (n=6) における再現性も RSD 値が 5% 未満と良好な結果を得ることができた。

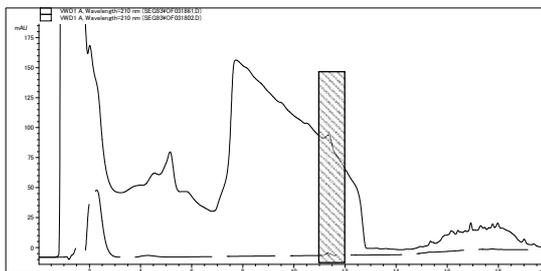


図 2. 水菜の HPLC-UV クロマトグラム (実線) と分取部分 (斜線)

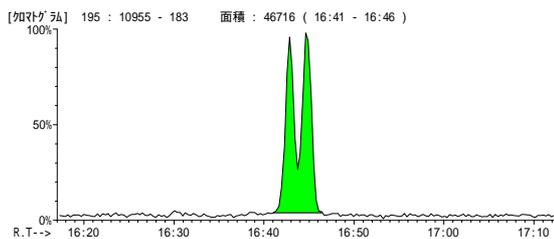


図 3. 水菜中ホスチアゼート添加回収試験 (0.05ppm) における GC/MS イオンクロマトグラム (m/z = 195)

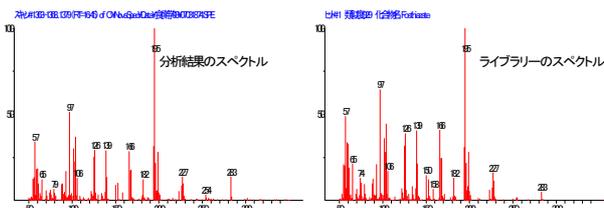


図 4. スペクトル比較