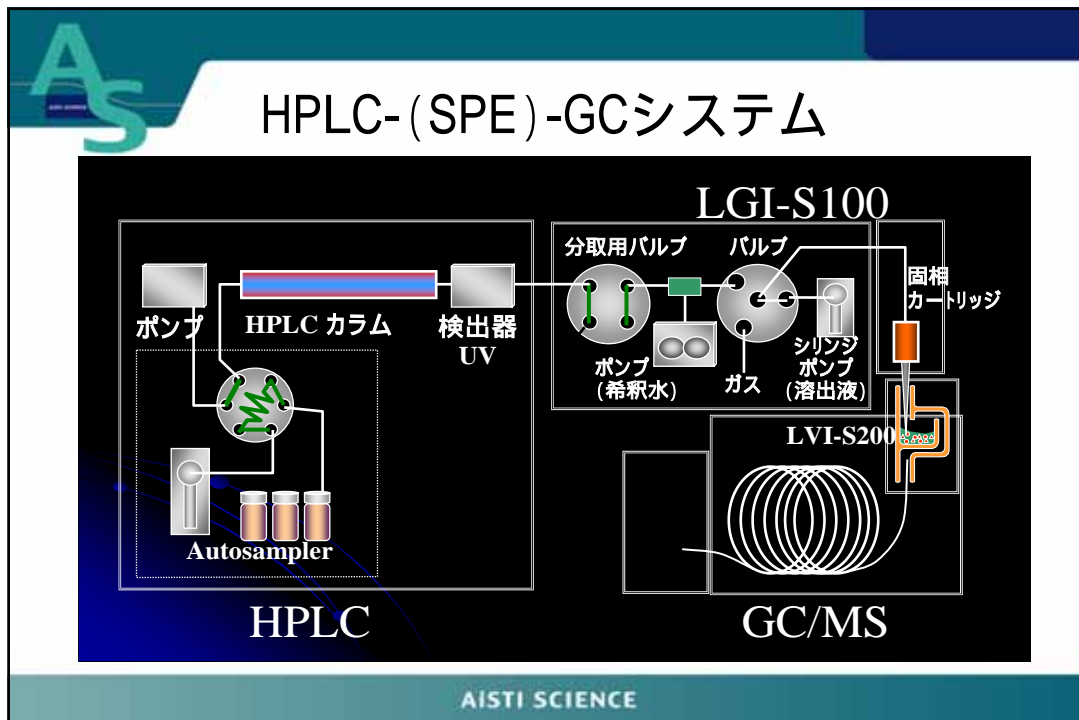


HPLC-GC/MSシステムを用いた 食品中残留農薬の個別分析への応用

株式会社 アイスティサイエンス
佐々野僚一 谷澤春奈

AISTI SCIENCE



AS HPLC分取によるクリーンアップ効果

極性夾雑物 無極性夾雑物

分取 GC/MS

- HPLCを前処理として使用することで、クリーンアップを効率良く、効果的に行うことができる。

AISTI SCIENCE

AS Step-1 分取&濃縮

HPLC カラム ポンプ (水)

固相カートリッジ ニードル 廃液口

LCから分取しながら水を加えて、そのまま固相カートリッジに通し、目的物質を固相に吸着させる。

AISTI SCIENCE

Step-2 乾燥

窒素ガスで配管および固相中に残存しているLCの溶離液および水を除去する。

AISTI SCIENCE

Step-3 溶出 & 注入

固相に溶出液を流し、そのままGCへ導入する。

GC大量注入口 (LVI-S200)

AISTI SCIENCE

Step-4 洗浄

溶出溶媒で配管および固相を洗浄する。

AISTI SCIENCE

大量注入法

特徴
試料を液体状態でインサート内に保持できるため、条件設定が容易
インサート内の試料を低い温度でカラムへ導入できるため、
熱に弱い農薬などのような物質にも対応

胃袋型インサート

1st Stage 注入

2nd Stage 濃縮

3rd Stage 導入

4th Stage 除去

Split Mode

Splitless

Split Mode

AISTI SCIENCE

AS

LC-GC/MS条件

<p>HPLC (MIDAS;Spark, Agilent 1100)</p> <p>Injection: 100 μL, Sample loop</p> <p>Column: 3.0 mm i.d. × 100 mm Inertsil ODS-3</p> <p>Solvents: A: Water B: Acetonitrile</p> <p>Flow rate 0.5 mL/min</p> <p>Detector: UV 210 nm</p>	<p>Interface Injector (LVI-S200; AiSTI Science)</p> <p>Insert: Spiral Type Insert</p> <p>Solvent Vent: 0.5min, Purge flow 150mL/min</p> <p>Splitless: 4 min</p> <p>Inj. Temp.: 70°C(3min)-120°C/min-240°C/min (0.5min)-50°C/min-270°C(15min)</p>
<p>Interface SPE(LGI-S100; AiSTI Science)</p> <p>SPE: 2 mm i.d. × 10 mm C18</p> <p>Diluting: Water 1 mL/min</p> <p>Purge: N₂ gas, 1 min</p> <p>Elution: Acetone/Hexane(1/3), 50μL</p>	<p>GC/MS (Jms-Q1000GC; JEOL)</p> <p>Column: ENV-5MS 0.25 mm i.d. × 30 m, 0.25 mm</p> <p>Oven: 60°C(4min)-15°C/min-300°C(3min)</p> <p>Carr. gas: He, 1 mL/min</p> <p>MS: SCAN;50-300 mz</p>

AISTI SCIENCE

AS

ホスチアゼート (Fosthiazate)


<p>物性</p> <p>Mol. wt. 283.3</p> <p>Chemical Formula C₉H₁₈NO₃PS₂</p> <p>Physical State Pale yellow liquid</p> <p>Chemical Group 有機リン系農薬</p> <p>Pesticide Type 殺虫剤、線虫駆除剤</p> <p>B.p. 198 /0.5 mmHg</p> <p>V.p. 0.56 mPa (25)</p> <p>Log Pow = 1.68</p> <p>Solubility In water 9.85 g/l (20).</p> <p>Stability In water, DT50 3 d (pH 9, 25)</p>	<p>構造式</p> <div style="text-align: center;"> </div> <p>基準値</p> <p>ミズナ: 0.1 ppm</p> <p>イチゴ: 0.05 ppm</p>
---	---

AISTI SCIENCE

前処理

試料 20g
|
CH₃CN 50 mL
ホモジナイズ
抽出
|
CH₃CN 20 mL
定容
(ろ過液に水を加え 100 mL に定容)

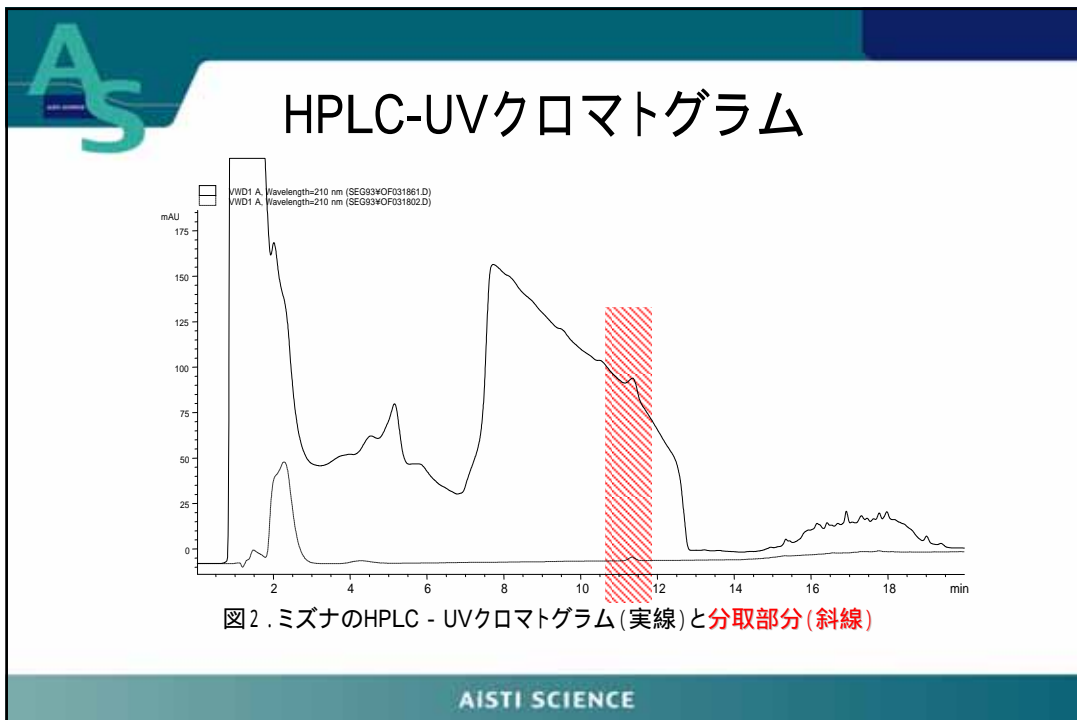
分取 2mL (試料 0.4 g 相当)
|
SAIKA-SPE C18-50mg (精製)
|
CH₃CN/water(1/1) 1mL
流出液
|
Water 1mL
定容 (4mL)

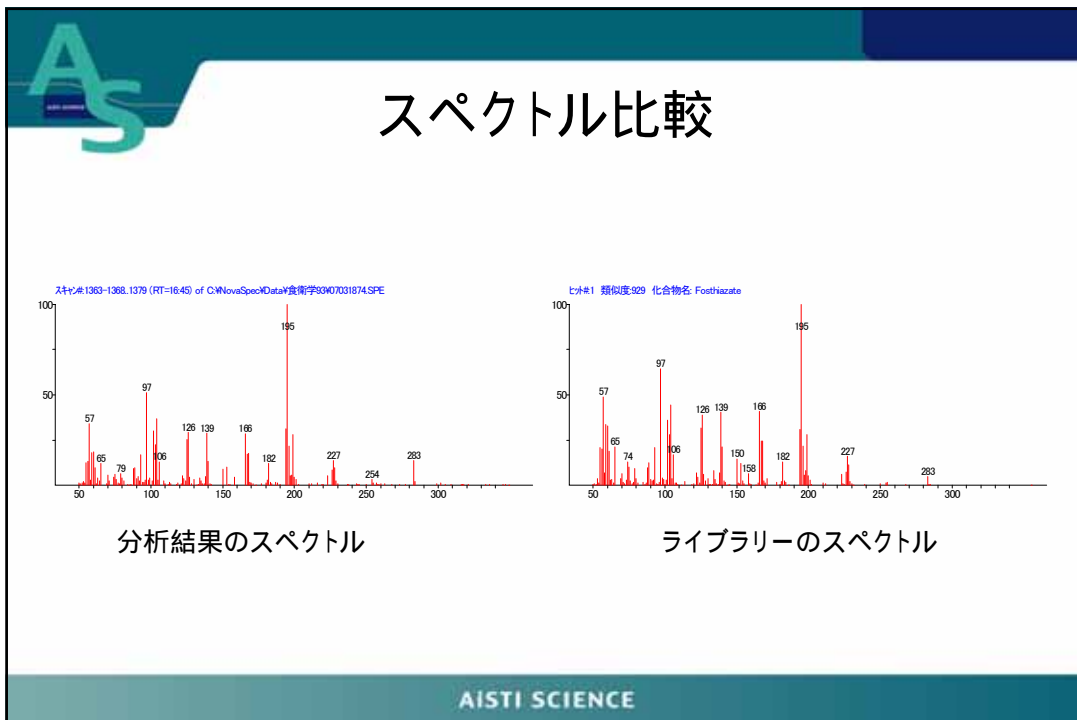
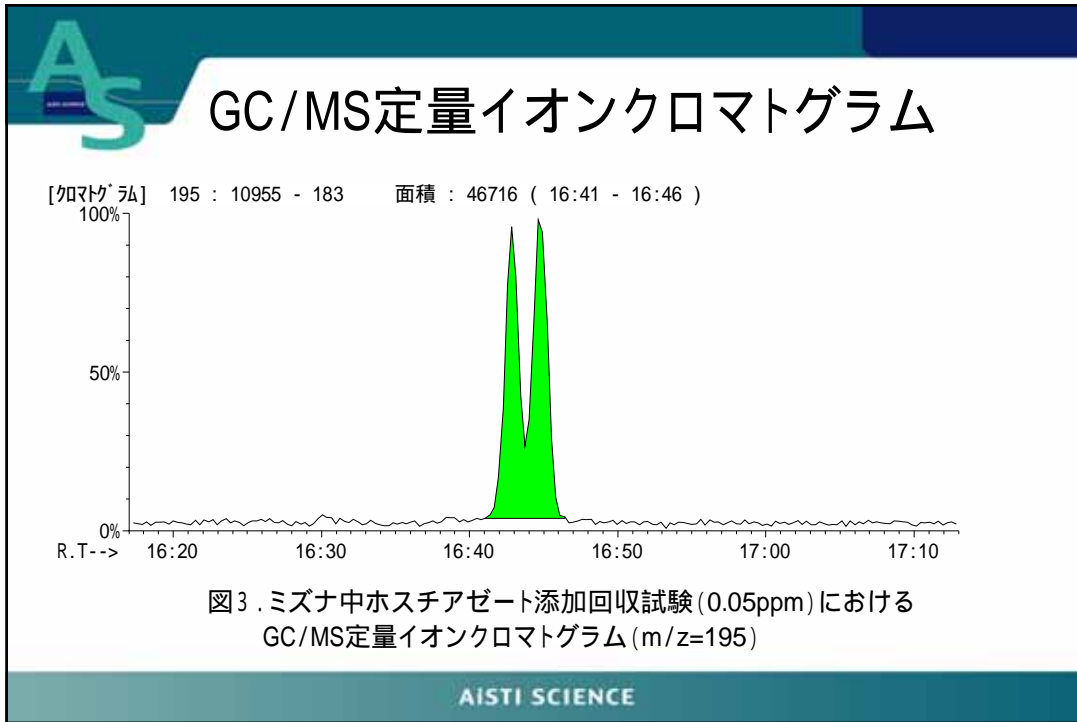



試験液はHPLCカラムの劣化を防ぐために、試料の抽出液を予めC18ミニカラムに通したものを用了。

10 min/6検体

AISTI SCIENCE









再現性

表1. 添加回収試験(試料中50 ppb)繰り返し分析の再現性 (n=6)

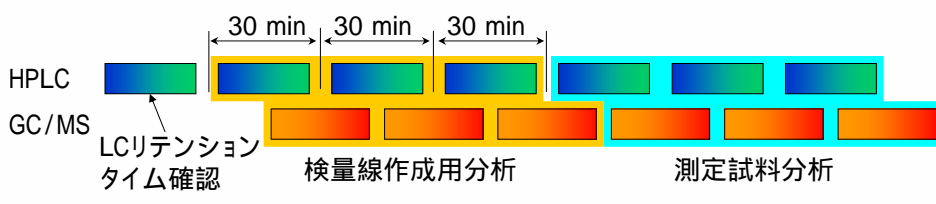
農作物	No.1 (ppb)	No.2 (ppb)	No.3 (ppb)	No.4 (ppb)	No.5 (ppb)	No.6 (ppb)	Ave. (ppb)	REC (%)	R.S.D. (%)
ミズナ	53.3	52.7	56.5	56.6	50.8	51.0	53.5	107.0	4.82
イチゴ	46.0	45.7	51.0	43.9	44.5	45.6	46.1	92.2	5.46

* ホモジナイス抽出後にFosthiazateを試料中0.05ppmになるように添加






分析サイクル時間




HPLC
GC/MS
LCリテンション
タイム確認
検量線作成用分析
測定試料分析

分析例

<p>6検体/1人(同一対象農薬)</p> <p>9:30-11:00; 抽出・前処理</p> <p>11:00-15:30; LC-GC/MS測定</p> <p>15:30-16:30; 解析・報告書作成</p>	<p>20検体/1人(同一対象農薬)</p> <p>13:00-16:30; 抽出・前処理</p> <p>16:30-翌日10:00; LC-GC/MS測定</p> <p>10:00-11:00; 解析</p> <p>11:00-12:00; 報告書作成</p>
---	---





まとめ

HPLC-GC/MSシステムを用いた食品中残留農薬(ホスチアゼート)の個別分析への応用を試みた。

HPLCを前処理装置として用いているため、効率の良いクリーンアップ効果を得ることができた。

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り、SCAN法での測定が可能となった。

SCAN法による測定により、定性も可能となった。

添加回収試験における再現性もRSD値が5%以内と良好な結果を得ることができた。

迅速な個別分析法として有効であることがわかった。

AISTI SCIENCE