

GC/MS 大量注入を用いた食品中残留農薬の迅速一斉分析法の評価

株式会社アイスティサイエンス

○佐々野僚一、谷澤春奈

【目的】GC大量注入法の利点として、感度向上のみならず、試料量の少量化や濃縮操作の省略などによる前処理における簡易化や迅速化が挙げられる。そこで従来の食品中残留農薬分析において、簡易化および迅速化を目的としたGC大量注入法による前処理法を評価することを目的とした。例として QuEChERS 法と通知法を組み合わせた前処理法¹⁾を従来法とし、GC大量注入法を用いて改良した前処理を本法として評価を行った。

【方法】1. 対象農薬: ポジティブリスト制度 GC/MS 対象 50 種(農薬混合標準液 22)、85 種(農薬混合標準液 31)、GC/MS 対象 46 種(農薬混合標準液 34)、GC/MS 対象 61 種(農薬混合標準液 48)、GC/MS 対象 26 種(農薬混合標準液 51)、GC/MS 対象 13 種(農薬混合標準液 1111)(関東化学)、合計 281 種。固相カートリッジ: SAIKA-SPE(アイスティサイエンス)

2. 試料: ほうれん草、他

3. 添加濃度: 0.01ppm、0.05ppm

4. 試料調製

試料 10g

アセトニトリル 20mL

ホモジナイズ

食塩 1g

クエン酸3Na2水和物1g

クエン酸水素2Na1.5水和物0.5g

無水硫酸マグネシウム 4g

攪拌(手で振とう、1分)

遠心分離(5分、3000rpm)

アセトニトリル層を全量分取

定容(20mL、アセトニトリルで調製)

分取 1mL(試料0.5g相当)

固相C18-30mg(精製)

洗液 アセトニトリル 0.2mL

流出液

添加 トルエン 0.4mL

固相GCS-20mg+PSA-30mg(精製)

洗液 アセトニトリル:トルエン(3:1) 0.3mL

流出液

添加 フェナントレン-d + ホリエチレングリコール300

定容(2mL: 試料0.5g相当)

GC/MS(SCAN+SIM)測定

大量注入法: 20 μ L注入(試料0.5mg相当)

Scheme 1. 試験溶液の調製法

5. 測定条件

LVI-S200(アイスティサイエンス)、胃袋型インサート
100°C(0.4min)-120°C/min-240°C(1min)

-50°C/min-270°C(30min)

Q1000GC(日本電子)

0.25mm i.d. \times 0.5m

ENV-5ms 0.25mm i.d. \times 30m, df 0.25 μ m

0.25mm i.d. \times 0.5m

60°C(4min)-20°C/min-160°C-5°C/min-220°C-
3°C/min-235°C-7°C/min-310°C(8min)

コンスタントフロー: 1ml/min

150ml/min(0.38min)-0ml/min(4min)-30ml/min

20 μ L

【結果と考察】

1. 前処理方法: 抽出操作は従来通りに行い定容した。その定容液から1mLを分取し、固相C18に通した。次にその固相C18からの流出液(アセトニトリル 100%)にトルエン 0.4mLを加えることで溶媒環境をアセトニトリル/トルエン(3/1)とし、固相GCS(グラファイトカーボン)+PSAに通すことで通知法と同様の操作状況にした。そしてその流出液をそのままメス試験管で定容した。大量注入法を用いることで分取量を少量化できるため精製のための固相量が少量化でき、コンディショニングや洗液に必要な溶媒量も少量化できて、迅速化へ導くことができた。

2. 精製について: ほとんど従来法を小型化した操作になっていることから、従来法とほぼ同じ精製効果であることが予想される。

3. 回収率について: 通常エバポレーターを使用すると揮発性の高いDDVPの回収率が低下することがあるが、本法では使用していないこともありDDVPの回収率は90%以上と良好であった。

4. 前処理時間: 分取後から定容するまでの前処理は10検体でわずか15分で終了した。

5. 測定機器の耐久性: 本法は従来法と比較してGCへ注入する試料の絶対量がほぼ同じになるように分取量と注入量を調整しているため、測定機器の耐久性も従来法と同等であると考えられる。

従来の前処理法に大量注入法を組み込むことで、その前処理の簡易化および迅速化が期待できることがわかった。

【参考文献】1) Masahiro Okishashi, Food 1 (2007)101-110,