

食品中残留農薬分析における固相抽出法を用いた自動前処理装置の開発

株式会社アイステイサイエンス ○谷澤春奈, 佐々野僚一

【目的】食品中の残留農薬分析においてはポジティブリスト制度の導入以降、多種多様な食品と大幅に増加した農薬数に迅速に対応すべく、効果的かつ効率的な手法が求められている。演者らは、抽出操作に「QuEChERS法」、精製操作に「固相抽出法」を用いることで濃縮操作がなく、同時に精製効果も高めた迅速一斉分析法¹⁾の検討を行ってきた。今回さらなる効率化を目指し、抽出操作以降の前処理操作の自動化の開発を行ったので報告する。

【方法】1. 自動前処理装置：STQ-L200，固相カートリッジ：SAIKA-SPE (アイステイサイエンス社製)

試料 10g
| アセトニトリル 10mL
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50%アセトニトリル水で倍希釈
抽出液 (75%アセトニトリル試験溶液)

《自動前処理装置》

分取 1mL (試料0.5g相当)
| 固相 C18- 50mg (精製)
| 洗液 80% アセトニトリル水 1mL
下液
| 食塩水20mLを加え希釈
固相 PBC- 20mg (保持)
乾燥 (Heガス 1分)
| 連結固相 PSA- 30mg (精製)
| 溶出 アセトン/ヘキサン(3/7) 1mL
溶出液
| 添加 フェナントレン体+PEG(300)
| アセトン/ヘキサン(3/7)で1mLに定容

GC/MS 大量注入 (25 μ L: 試料12.5mg相当)
Scheme 1. 試験溶液の調製法

2. 対象農薬：ポジティブリスト制度GC/MS対象268種 (農薬混合標準液22, 31, 34, 48, 51, 関東化学社製)，添加濃度：試料中0.01ppm

3. 測定条件

PTV Injector	LVI-S200 (AiSTI Science) ; Stomach Insert
Injector Temp.	70°C-120°C/min-240°C-50°C/min-290°C (38min)
Solvent Purge Time	0.3 min
Auto Sampler	CombiPAL; 50 μ L Syringe
Injection Volume	25 μ L
GC	Agilent 6890N
Column	ENV-5MS, 0.25mm i.d. *30m, df; 0.25mm
Column Oven Temp.	60°C (4min) -20°C/min-160°C-5°C/min-220°C-3°C/min-235°C-7°C/min-310°C (8.3min)
MS	JMS-Q1000GC (JEOL)
MS Method	SCAN; 70 - 400 m/z (8:30min ~ 30:50min) SIM (30:50min ~ 40:00min)

【結果と考察】1. 抽出と精製：抽出操作はQuEChERS法を参考に行い、得られた抽出液を希釈し75%アセトニトリル試験液を作製後、自動前処理装置にセットし精製操作は自動化装置で行った。精製はC18とPSAを用いて行い、C18による精製と同時にその流出液に別ラインから食塩水を混合させ希釈し、PBC (ポリマー系コンビネーションカラム) に農薬を保持した。精製と農薬の保持を同時に行うことで大幅な時間短縮につながり、分取後、12分/検体での処理が可能になった。また加圧式で固相を用いることにより、固相内部まで確実に溶液を浸透させることができ、高い精製効果が得られた。

2. 添加回収試験：ほうれん草を用いて試料中0.01ppmでの添加回収試験 (n=5)を行った結果、206成分 (約75%) /274成分中が70~120%の回収率が得られ、再現性は250成分 (約91%) /274成分中が10%未満とかなり良好であり、自動化の長所である再現性の向上が確認できた。

1) 佐々野ら, 第94回学術講演会要旨p.33