

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 -第2報-

株式会社アイスティサイエンス ○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。前回演者らは、効率化を目指し、抽出操作以降の前処理操作の自動化について報告した。今回は自動前処理装置を用いた分析と手分析で精製効果の違いについて知見が得られたので報告する。

- 【方法】1. 自動前処理装置：STQ-L200，固相カートリッジ：SAIKA-SPE（アイスティサイエンス社製）
2. 検討作物：緑茶葉
3. 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

- 緑茶葉 2g + 水 10mL
 - ├ 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】または【手分析】

- 分取 1mL（試料0.1g相当）
- 固相 C18-30mg（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） *ポリマー-系コンビネーションカラム
- 乾燥（Heガス, 手分析では吸引乾燥）
- 連結固相 SI-30mg+PSA-30mg（精製）
 - ├ 溶出 アセトン/ヘキサン(15/85)または(3/7) 1mL
- 溶出液
 - ├ 添加 フェナトレンド体+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2.5mg相当）

Scheme 1. 試験溶液の調製法

社製），添加濃度：試料中0.1ppm

4. 測定条件：前回と同様（第97回日本食品衛生学会講演要旨参照p. 33）

【結果と考察】自動化装置と手分析の比較：抽出操作は共通で行い、同じ抽出液をscheme1.に従い自動前処理装置と手分析でそれぞれ前処理を行った。精製カラムにはカフェイン除去効果のあるシリカゲル（SI）と脂肪酸等の除去効果のあるPSAを用いた。それぞれのGC/MSスキャンクロマトグラムをFig.1に示す。溶出条件がアセトン/ヘキサン（15/85）の場合は自動化装置と手分析ともにカフェインが完全に除去できたが、アセトン/ヘキサン（3/7）の場合は自動化装置のほうがカフェインの除去効果があった。装置での加圧により固相の活性化が促され、手分析よりも精製効果が高まったためと考えられた。アセトン/ヘキサン（15/85）ではテトラオゾールなど一部の農薬がカラムから溶出されず回収率が低下する。自動化装置を用いることで、溶出力の高いアセトン/ヘキサン（3/7）を使用することができ、カフェインの妨害をほとんど受けず、上記農薬の回収率も向上し同時分析が可能になった。

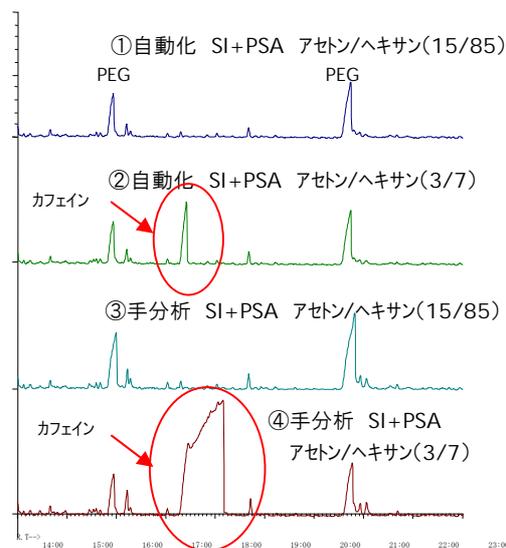


Fig.1. 緑茶のGC/MSスキャンクロマトグラム