

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

Q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。前回報告は、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、自動前処理装置を用いた手分析と、緑茶葉の分析において精製効果の違いについて知見が得られたので報告する。

Q測定条件

自動前処理装置	STQ-L200 (AISTI Science)
使用溶媒	アセトン
	アセトン:ヘキサン (15:85)
	アセトン:ヘキサン (3:7)
	アセトン:水 (80:20)
	超純水 (オルガノシリカ)
	異度水 (10%)
乾燥ガス	ヘリウム (圧力 0.6MPa)

GC/MS	LVI-S200 (AISTI Science) : Stomach Insert
PTV Injector	70°C-120°C/min-240°C-50°C/min-290°C (38min)
Solvent Purge Time	0.3 min
Auto Sampler	CombIPAL: 50 µL Syringe (AMR)
Injection Volume	25 µL
GC	Agilent 6890N
Column	ENV-MS, 0.25mm i.d. x 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)

Q結果と考察

Fig.1 自動化装置と手分析のスクランロマトグラムの比較

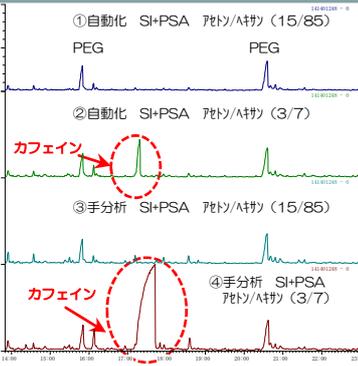
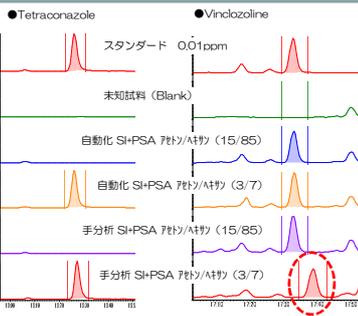
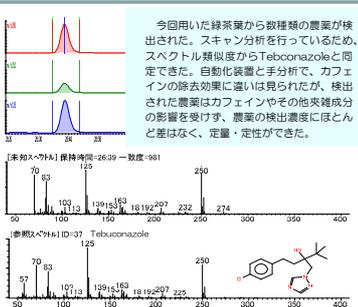


Fig.2 異なる溶出液によるカラムからの農薬溶出率の違い



SH+PSAカラムからの溶出液が農薬に与える影響として、アセトン/ヘキサン (15/85) を用いた場合、カフェインは完全に除去できるが (Fig.1参照)、Tetraconazoleなど一部の農薬がカラムから溶出されなくなる (左図)。溶出の高いアセトン/ヘキサン (3/7) を用いるとこれらの農薬はカラムから溶出されるが、手分析の場合、カフェインも大量に溶出されるため、Vinzolidineなどカフェインと保持時間が近い農薬は影響を受け、保持時間がずれる現象が見られた (右図)。

Fig.3 緑茶葉からの抽出農薬の特定 (Tebuconazole)



Q前処理フロー (試料: 緑茶葉)



Table 1. 緑茶葉を用いた添加回収試験 (自動前処理装置と手分析の比較) 一部抜粋

農薬名	自動前処理装置 (3/7)				手分析 (3/7)				自動前処理装置 (15/85)				手分析 (15/85)										
	回収率 (%)	検出	検出	検出	回収率 (%)	検出	検出	検出	回収率 (%)	検出	検出	検出	回収率 (%)	検出	検出	検出							
1 Acephate	0	107	0	0	107	0	109	18	6	124	91	12	102	0	9	79	93	48	5	106			
2 Acetamiprid	0	115	0	0	100	0	110	0	0	106	92	108	0	55	101	98	99	41	10	107			
3 Acetochlor	95	2	105	0	90	92	88	92	96	2	107	93	104	0	103	93	95	35	7	110			
4 Azinphos	110	8	109	0	101	99	107	89	94	117	94	107	85	4	107	78	97	91	80	110			
5 Atrazine	104	4	109	0	92	97	90	91	101	3	109	80	9	119	0	66	104	107	127	109			
6 Atrazine-1,2 (標準品)	170	5	182	0	0	173	168	185	7	200	96	108	0	109	95	99	101	102	3	114			
7 Atrazine-3,6	97	5	104	0	78	96	89	95	84	104	97	103	0	102	22	97	93	97	0	90			
8 Atrazine	90	5	108	0	78	98	86	108	73	4	112	98	122	4	138	18	106	124	130	0	109		
9 Azinphos	102	3	108	0	82	93	106	110	84	5	113	99	108	0	109	82	99	98	99	3	106		
10 Azoxystrobin	80	6	102	0	82	91	73	97	75	6	103	97	102	0	81	90	95	102	99	2	104		
11 Azoxystrobin-2	76	12	112	0	64	76	87	99	89	9	113	101	101	0	102	82	92	74	91	80	2	106	
12 Azoxystrobin-3	87	7	112	0	85	101	96	111	5	121	102	102	0	107	101	107	106	95	102	9	111		
13 Azoxystrobin-4	89	6	104	0	88	102	94	101	100	4	107	103	101	0	109	101	112	83	89	89	3	108	
14 Abamectin	71	7	113	0	54	96	95	103	100	0	112	104	106	0	107	0	104	0	0	0	113		
15 Abamectin	84	4	105	0	80	97	97	94	0	108	105	105	0	108	101	108	104	102	97	17	110		
16 Azinphos-methyl	128	4	129	0	64	95	123	125	48	8	114	106	106	0	128	0	109	102	118	127	114	128	
17 Benalaxyl	101	3	105	0	92	94	96	96	100	3	108	107	102	0	106	73	101	98	105	5	7	106	
18 Bentazone	44	10	117	0	62	108	118	128	47	11	108	108	108	0	112	0	107	100	71	100	83	6	113
19 Bentazone	78	6	111	0	76	99	92	104	93	4	108	109	109	0	111	0	103	95	97	101	16	30	109
20 Bentazone	111	4	113	0	84	97	101	105	100	3	108	110	107	0	107	88	97	98	100	90	2	108	
21 Benzoxazole	94	4	102	0	77	99	103	95	9	110	114	114	0	102	123	97	107	107	97	2	110		
22 BHC-alpha	90	4	106	0	82	97	95	99	96	4	109	112	102	0	109	88	100	88	100	93	5	106	
23 BHC-beta	85	2	99	0	84	94	92	97	93	4	105	113	102	0	117	84	97	110	108	89	6	113	
24 BHC-gamma	104	7	114	0	77	99	103	98	9	110	114	114	0	102	123	97	107	107	97	2	110		
25 BHC-gamma	88	5	94	0	79	89	76	85	92	3	106	115	104	0	104	90	94	90	94	0	111		
26 Bifenox	99	17	124	0	81	95	98	106	95	3	112	116	107	0	99	82	87	87	90	94	2	107	
27 Bifenox	92	5	115	0	67	97	92	103	83	3	112	117	107	0	107	87	97	97	105	100	3	111	
28 Bifenox	145	8	153	7	2	95	149	155	2	207	107	118	108	0	104	77	101	94	104	97	4	113	
29 Bifenox	105	10	105	0	94	109	114	0	0	108	118	118	0	104	44	90	85	97	92	10	107		
30 Bromoxynil	67	6	105	0	7	95	94	7	4	112	100	100	0	108	89	6	109	78	100	102	3	113	
31 Bromoxynil	101	3	108	0	94	99	93	97	102	4	113	121	108	0	105	108	108	108	111	99	3	112	
32 Bromoxynil	80	5	104	0	71	98	93	90	94	0	110	122	108	0	113	79	79	93	93	102	112	112	
33 Bromoxynil-ethyl	72	5	104	0	66	94	84	99	88	4	106	124	108	0	111	74	96	94	101	96	4	110	
34 Bromopropylate	85	4	109	0	74	97	102	98	9	107	105	105	0	108	84	108	95	96	101	101	3	109	
35 Bupirimate	96	4	108	0	80	102	102	102	0	107	106	106	0	108	107	112	0	96	101	102	40	5	108
36 Bupirimate (標準品)	204	4	224	97	191	210	202	207	209	3	231	127	108	0	108	98	98	98	98	98	2	111	
37 Butan-2-yl	112	8	142	0	75	113	87	122	66	7	120	127	108	0	108	101	109	0	98	86	98	8	113
38 Butylcarbamate	96	4	109	0	80	95	101	100	92	4	110	129	108	0	108	101	109	0	98	86	98	8	113
39 Butylcarbamate	82	7	99	0	78	88	87	90	91	3	110	129	108	0	108	101	109	0	98	86	98	8	113
40 Butylcarbamate	84	6	103	0	76	90	90	95	97	5	108	130	108	0	108	101	109	0	98	86	98	8	113
41 Butylcarbamate	44	1	104	0	67	105	91	100	94	0	114	131	108	0	108	101	109	0	98	86	98	8	113
42 Cafenstrolol	130	20	122	0	37	100	114	114	20	14	114	132	108	0	108	99	103	93	98	94	98	7	107
43 Captan	89	8	108	0	49	91	84	96	95	2	99	133	108	0	108	101	109	0	98	86	98	8	113
44 Captan	32	12	107	0	16	101	87	90	90	0	114	137	108	0	108	101	109	0	98	86	98	8	113
45 Carbaryl	76	12	142	0	16	99	145	178	0	86	135	108	0	108	101	109	0	98	86	98	8	113	
46 Carbaryl	44	5	464	309	478	480	489	545	2	557	136	108	0	108	101	109	0	98	86	98	8	113	
47 Carbaryl	58	11	114	0	44	102	86	114	57	6	117	137	108	0	108	101	109	0	98	86	98	8	113
48 Carfenthrin-ethyl	97	4	108	0	94	99	99	101	104	2	111	138	108	0	108	101	109	0	98	86	98	8	113
49 Chlorobenzilate	75	4	103	0	71	101	84	102	90	4	110	139	108	0	108	101	109	0	98	86	98	8	113
50 Chlorobenzilate	88	4	94	0	101	102	117	115	101	3	130	140	108	0	108	101	109	0	98	86	98	8	113
51 Chlorobenzilate	78	7	101	0	78	99	92	104	95	4	110	141	108	0	108	101	109	0	98	86	98	8	113
52 Chlorobenzilate	44	5	464	309	478	480	489	545	2	557	142	108	0	108	101	109	0	98	86	98	8	113	
53 Chlorobenzilate	100	3	116	0	89	101	113	120	107	13	117	143	108	0	108	101	109	0	98	86	98	8	113
54 Chlorobenzilate-E	106	7	107	0	97	98	93	97	77	9	107	144	108	0	108	101	109	0	98	86	98	8	113
55 Chlorobenzilate-Z	96	3	103	0	81	94	90	92	77	3	106	145	108	0	108	101	109	0	98	86	98	8	113
56 Chlorobenzilate	94	3	111	0	84	99	99	104	101	3	106	146	108	0	108	101	109	0	98	86	98	8	113
57 Chlorobenzilate	98	5	105	0	89	92	86	95	92	2	105	147	108	0	108	101	109	0	98	86	98	8	113
58 Chlorobenzilate	93	3	105	0	89	92	86	95	92	2	105	148	108	0									