



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。前回報告からは、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、自動前処理装置を用いた分析及手分析で、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

Table with 2 columns: 自動前処理装置 (ASTI Science) and GC/MS conditions (PTV Injector, Solvent Pump, Auto Sampler, etc.).

Q前処理フロー (試料: 緑茶葉)



●試料: 緑茶葉
●対象農薬: ポジティブリスト制度GC/MS対象268種
農業標準濃度22.31,34,48.51 (関東化学社製)
各試薬を計量スプーンで添加

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

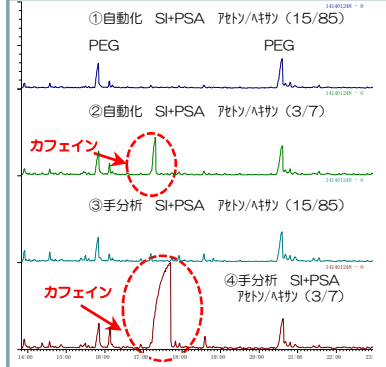
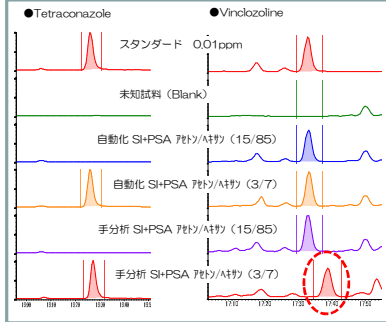
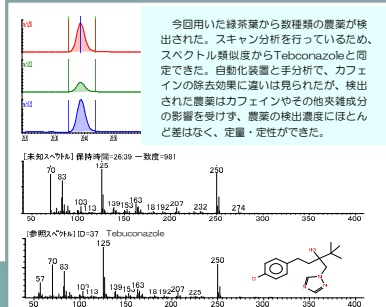


Fig.2 異なる溶出液媒によるカラムからの農薬溶出率の違い



SI-PSAカラムからの溶出液媒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、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、Vinclizoline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同定 (Tebuconazole)



【自動前処理装置】または【手分析】

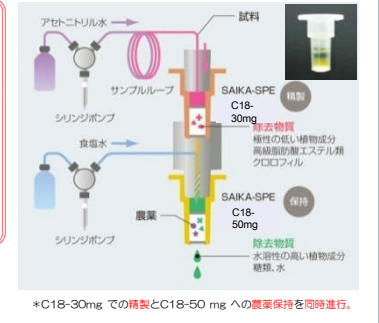
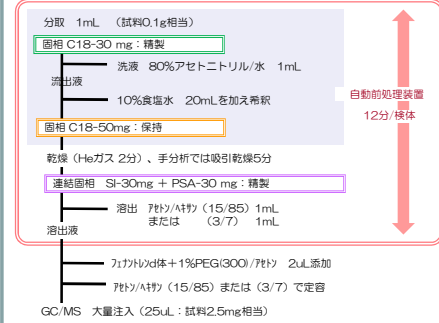


Table 1. 緑茶葉を用いた添加回収試験 (自動前処理装置と手分析の比較) 一部抜粋

Table 1: Comparison of recovery rates for various pesticides between the automated device and manual analysis. The table lists pesticides like Dicochloro-methyl, Dicochloro-methyl, etc., and their respective recovery percentages.

Table 2. 緑茶葉を用いた添加回収試験の回収率分布

Table 2: Distribution of recovery rates for pesticides. It shows the percentage of pesticides falling into different recovery rate bins (e.g., 0-50%, 50-70%, 70-100%) for both automated and manual methods.

まとめ
自動前処理装置を用いることで、装置での加圧により固相抽出カラムの活性化が促され、精製効果が高まることになった。その結果、緑茶葉の分析において、SI-PSAからの溶出液媒に溶出の高いアセトン/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ることなく、236成分/297成分中が70-120%の良好な回収率が得られた。また自動化の長所の一つである再現性(n=5)も、255成分/297成分中(約96%)がRSD10%未満と良好な結果が得られた。

手分析でもアセトン/ヘキサン(3/7)を用いた場合、回収率は良好な結果が得られたが、大量のカフェインがGC/MSに導入されるため、機器の負担を考えると、手分析の場合は回収率が低下する農薬は増加するが、アセトン/ヘキサン(15/85)を用いることが好ましいと考える。