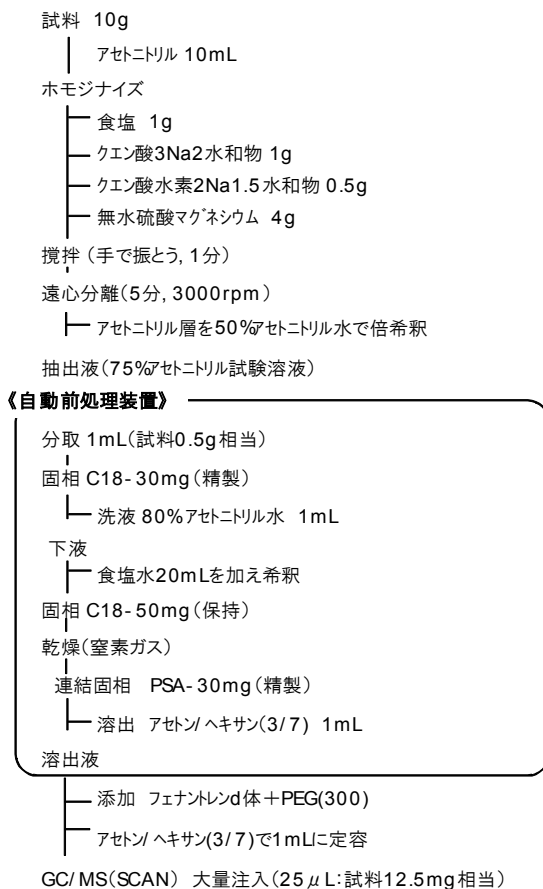


自動前処理装置を用いた食品中残留農薬一斉分析法の妥当性評価について

○谷澤春奈¹⁾, 佐々野僚一¹⁾,
中村秋香²⁾, 高宮真美²⁾, 鎌倉温子²⁾, 西山佳央里²⁾, 宅間範雄²⁾, 西森一誠²⁾
¹⁾株式会社アイスティサイエンス, ²⁾高知県衛生研究所

【目的】食品の安全・安心を守るために、食品中の残留農薬分析においては迅速で正確な分析法が求められている。演者らは、抽出操作以降の前処理操作の自動化について検討を行い、固相抽出法を取り入れた自動前処理装置とGC/MS大量注入およびLC/MS/MSを用いた迅速一斉分析法を開発した。本研究では、この自動前処理装置を用い、2機関で本法の妥当性評価を行ったので報告する。

【方法】1. 残留農薬用自動前処理装置：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：ピーマン 3. 試験溶液の調製法 (GC法)



Scheme 1. 試験溶液の調製法

4. 対象農薬：ポジティブリスト制度GC/MS対象96種；農薬混合標準液22,34 (関東化学社製), ポジティブリスト制度LC/MS対象84種；農薬混合標準液53,54,58 (関東化学社製)

5. 測定装置：GC/MSは大量注入口装置(LVI-S200)を搭載したGC/MS(JMS-Q1000GC)を、LC/MS/MSはAPI3200とQuattro Ultima Ptを用いた。

6. 分析法の妥当性評価：ガイドライン (食安発第1115001号) に基づき、各試験所で真度(回収率)は試料中濃度0.01ppmと0.1ppmの2濃度、精度(併行精度及び室内精度)は分析者2名が1日2回、3日間分析を行い確認した。

【結果および考察】

1. 真度(回収率)：GC/MSでは試料中濃度0.1ppmにおいて、回収率が70%未満のものは96種中16種で内12種は共通であり、C18-50mgに保持されにくいメタトホスなどの高極性農薬やGC/MS測定では不安定なカルバメート系農薬であった。低濃度の0.01ppmにおいても同様の傾向がみられた。

2. 精度：回収率が70~120%の農薬では、試料中濃度0.1ppmにおいて2機関ともに3種を除きすべて併行精度が15%未満、室内精度が20%未満、また0.01ppmにおいても1種を除きすべて併行精度が25%未満、室内精度が25%未満と良好であった。

【まとめ】

GC/MSで回収率が70%未満であった一部の高極性農薬やカルバメート系農薬については、LC/MS/MSで分析が可能なものもあり、GCとLCを合わせて今回検討した農薬の約8割が本手法での分析が可能であった。