

食品中のグリホサート及びグルホシネートの分析法の開発

○佐々野 僚一^{1) 2)}、小西 賢治²⁾、渡辺 淳³⁾、伊藤 里恵¹⁾、穂山 浩¹⁾
¹⁾星薬科大学薬学部、²⁾ (株) アイスティサイエンス、³⁾ (株) 島津製作所

【目的】北米等でグリホサート (Gly) 及びグルホシネート (Glu) の除草剤の耐性遺伝子組換え作物の作付面積が拡大している。それに伴い食品中にGlyあるいはGluのみならず代謝物も残存することから、代謝物を含めた規制対象物質に変更になっている。そのため、親化合物と代謝物を含めた分析法が求められている。これらの物質は高極性であり同時分析は課題が多かった。本研究では、食品中のGlyおよびGluとそれらの代謝物である3-メチルホスフィニコプロピオン酸 (MPPA)、N-アセチルグリホサート (Gly-A)、N-アセチルグルホシネート (Glu-A) を含めた簡易な一斉分析法の開発することを目的とした。

【方法】前処理フローを下図に示す。

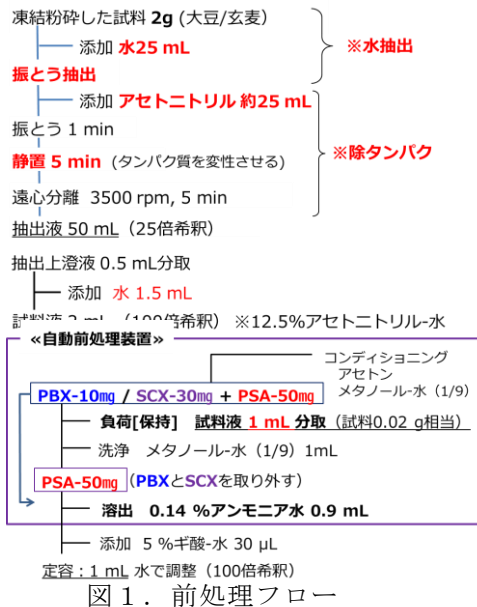


図1. 前処理フロー

自動前処理装置：ST-L400（アイスティサイエンス社製）LC-MS/MS：NexeraX2-LCMS-8045（島津製作所社製）カラムはTSKgel SuperIC-AP（4.6 mm i.d. x 75 mm）を用いて、

移動相はA液0.1%ギ酸を含むアセトニトリル、B液1%ギ酸水溶液でグラジエント溶出し、流速は0.8 mL/min、イオン化はESI (+) あるいは (-) モードにより測定した。

【結果と考察】測定条件の検討： Gly-Aの溶出が遅く、ピークの半値幅も広がり感度不足が懸念されたが、移動相のギ酸濃度および注入量を増加することで改善した。図2のように絶対検量線法において相関係数0.998以上の良好な検量線が得られた。

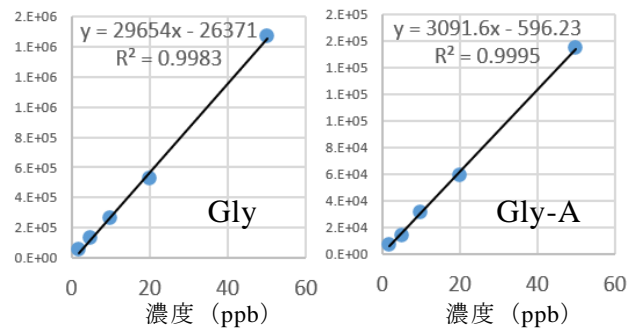


図2. 検量線

添加回収試験：大豆および玄麦を用いて添加回収試験を行った。その結果を表1に示す。

表1. 添加回収試験

サンプル	RSD(n=5), %	Gly		Glu		MPPA		Glu-A	
		Pos.	Neg.	Pos.	Neg.	Pos.	Neg.	Pos.	Neg.
大豆 2g		4.0	7.4	5.1	7.4	4.8			
回収率, %		115	103	106	96	293			
		109	99	97	117	114			
玄麦 2g		4.4	2.8	5.4	8.0	5.2			
回収率, %		94	89	85	91	127			
		88	89	79	92	123			

全ての分析対象物質において併行精度8.0%以下の良好な結果が得られた。回収率についてはGlu-Aが大豆でマトリックスの影響を受けて高回収率となった。現在、固相抽出法の精製および測定条件の検討を行っている。