

# SPE-LC-GCシステムを用いた 農作物中のクロロタロニル (TPN) 分析



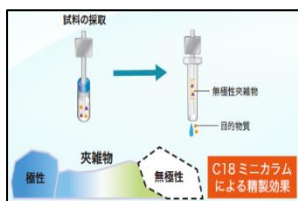
**LGI-X100**  
for SPE-LC-GC system

## はじめに

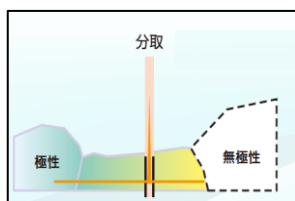
今回、新たに開発したSPE-LC-GCシステム[LGI-X100]は、固相精製-LC分取-GC/MS分析の工程をオンライン化した自動分析システムです。このシステムでは試料（抽出液）を固相カートリッジに通して予め精製することで、LCの汚染を低減し、さらにLCで分離したフラクションをGC/MS分析します。LC分離と熱分離の組み合わせで高選択性が得られることで、夾雑成分を多く含む試料においても、単成分または複数成分をターゲットとした分析が可能となります。当アプリケーションでは様々な食品中のクロロタロニル(TPN)分析についてご紹介いたします。

## システムの概要

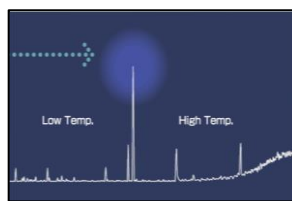
固相精製 → LC分取 → 固相保持・乾燥 → GC/MS分析



固相カートリッジによる精製  
(LCカラムに吸着する無極性成分の除去)



逆相HPLCによる画分分取  
(LCカラムによる精製)



GCカラムでの沸点差による分離

## 抽出およびSPE-LC-GC精製フロー

### 対象作物

- ・玉ねぎ
- ・白菜
- ・大根
- ・キャベツ
- ・ピーマン

### 抽出フロー(QuEChERS法参考)

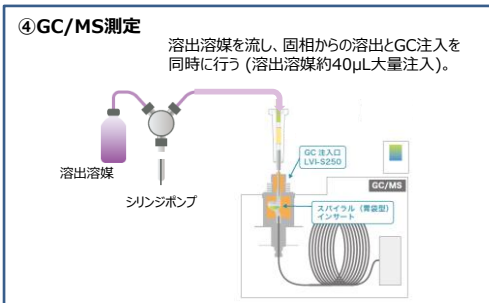
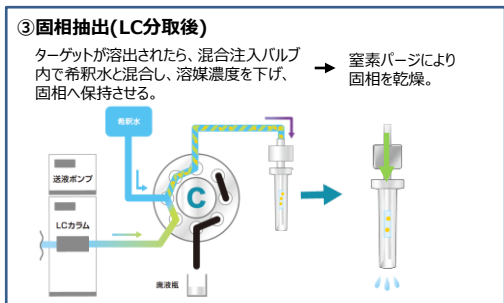
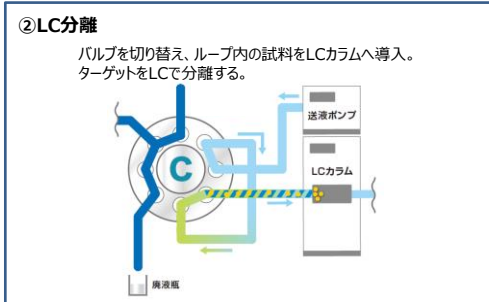
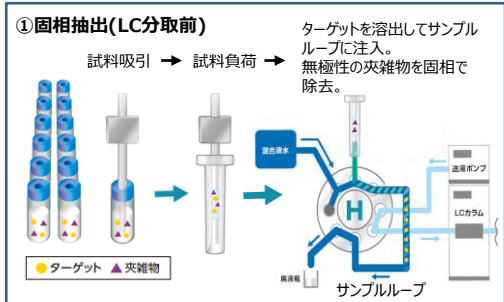
- 予冷式ドライアイス凍結粉砕
- ↓
- 試料 10 g採取
- 添加 10%リン酸aq 1 mL
- 添加 TPN標準溶液 100 μL
- アセトニトリル(ACN) 10 mL
- ホモジナイズ (13,000rpm 1分)
- NaCl 1 g
- 振とう溶解 10秒
- MgSO<sub>4</sub> (無水) 4 g
- 振とう 1分
- 遠心分離 (3,500rpm 5分)
- ↓
- ACN層抽出液

### SPE-LC-SPE-GC精製フロー

- Flash-SPE C18: 精製(農業はスルー)
- 負荷[通液] ACN層抽出液 25 μL ※
- 通液 ACN-水(9/1) 40μL
- LC分画
- 超純水で希釈(3倍希釈)
- Flash-SPE C18: 農業を保持
- 固相を乾燥(窒素パージ, 90秒)
- 溶出・GC注入 — ヘキサン 40 μL
- GC/MS測定

※検量線用標準液は1%リン酸ACNにTPN標準溶液を添加したものを25 μL 固相へ負荷

## 精製フロー詳細



## Sample



## Information

(公社) 日本食品衛生学会創立60周年記念第116回学術講演会 (WEB開催)

## Key Word

残留農薬分析  
固相抽出  
オンライン SPE-LC-GC System

## AiSTI SCIENCE

## Product

LGI-X100  
LVI-S250  
Flash-SPE C18  
予冷式ドライアイス凍結粉砕キット

株式会社アイステイサイエンス

〒640-8390  
和歌山市有本18-3  
TEL. 073-475-0033  
FAX. 073-497-5011  
www.aisti.co.jp

## 測定条件

### 装置構成

SPE-LC-GC: LGI-X100 (アイステイサイエンス)  
 大量注入装置: LVI-S250 (アイステイサイエンス)  
 LC: LC2030 (島津製作所)  
 GCMS: TQ8040 (島津製作所)



### LC条件

移動相A: 超純水  
 移動相B: ACN  
 流速: 0.6 mL/min  
 オープン温度: 40°C  
 検出波長: 254 nm  
 カラム: Inertsil ODS-3  
[内径3 mm×長さ100 mm, 粒子径5 μm (GLサイエンス)]

### グラジエントプログラム:

Bconc. 10%(1min hold), 10→50%(1-2min), 50→60%(2-9min), 60→95%(9-10min), 95%(5min hold), 95→10%(15-16min), 10%(4min hold) **[total 20min]**

### LVI条件

注入口昇温プログラム: 70°C(0.42min)-120°C/min-240°C-50°C/min-290°C(9min) **[total 11 min]**

### GCMS条件

カラム: VF5-MS  
[20 m×0.25 mm (0.25 μm)]  
 キャリアガス: ヘリウム  
 カラム流量: 1.0 mL/min  
 IF温度: 290°C  
 イオン源温度: 260°C  
 MS測定モード: SCAN (m/z 50-480)

### スプリットタイムプログラム:

スプリット 1:100 (0.42min hold)→スプリットレス(0.42-4min)→スプリット 1:50

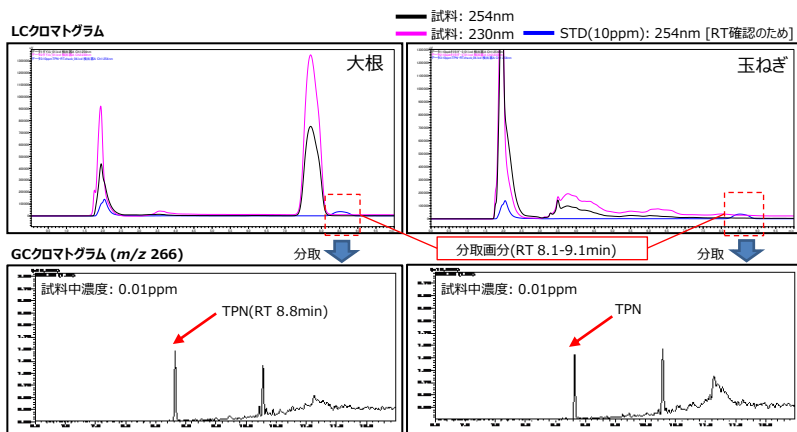
### オープン昇温プログラム:

80°C(4min)-35°C/min-310°C(3min) **[total 14min]**

## システムの性能

### 逆相HPLC分取による精製効果

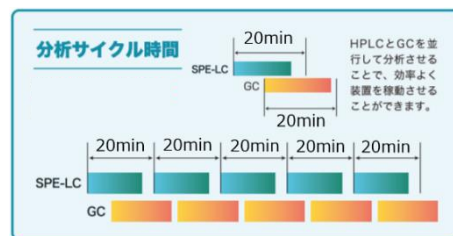
大根と玉ねぎのLCクロマトグラム(上段)と分取画分を測定したGC/MSクロマトグラム(下段)を示しました。夾雑物の影響なくピークを検出できました。



SPE-LC-GCシステムの精製効果

### 精製と測定を効率的に処理できるシステム

SPE-LC-GCシステムはLC精製工程(固相精製+LC分取)とGC測定をオーバーラップさせて効率的に処理サイクルを回すことが可能です。夾雑成分を多く含む食品試料を対象とした場合でも、1検体の処理時間を20分以内に収めることができました。



SPE-LC-GCシステムの処理サイクル時間

## 添加回収試験

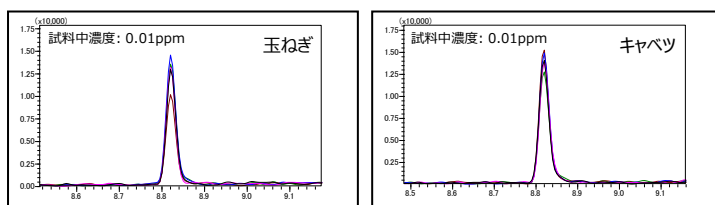
TPNの添加回収試験の結果と玉ねぎとキャベツの定量イオンクロマトグラムの重ね描きを示しました。5種類の作物での試験において回収率、再現性ともに良好な結果が得られました。

### 添加回収試験

添加濃度: 試料中0.01ppm (n=5)

	玉ねぎ	白菜	大根	キャベツ	ピーマン
回収率(%)	82	110	110	99	108
RSD(%)	11.4	7.3	7.5	3.6	3.6

回収率は1点(絶対検量線)により算出



定量イオンクロマトグラムの重ね描き (定量イオン: m/z 266, n=5)

## まとめ

今回、食品中残留農薬分析における個別分析の迅速・簡便かつ自動化が可能な装置システムの開発を目的とし、TPN分析法の検討を行いました。予冷式ドライアイス凍結粉砕法+QuEChERS法を参考とした抽出+SPE-LC-GCシステムを用いることにより、5種類の作物において安定した回収率と再現性が得られ、本システムが異なる夾雑成分を含む試料においても汎用的に使用可能であることが示されました。また、抽出後の固相精製~GC測定までの時間を1検体20分サイクル以内に収めることが可能であり、時間効率においても本システムが優れた処理性能を有する結果が得られました。