

SPE-LC-SPE-GC/MS システムを用いたクロロタロニル分析法の検討

○浅井 智紀、斎藤 勲、佐々野 僚一
株式会社アイスティサイエンス

【目的】食品中残留農薬分析において、クロロタロニル(TPN)は試料調製時の分解を抑制するため、酸性条件で抽出を行う個別分析法が用いられる。演者らは、個別分析の迅速・簡便かつ自動化を目的とした装置システムを開発した。本演題ではQuEChERS法を参考に抽出した試料をシステムに供し、TPN分析の検討を行った結果について報告する。

【方法】SPE-LC-SPE-GC/MSシステムの概要を図1に示した。SPE-LC-SPE-GC/MSシステムは自動固相抽出装置 LGI-X100(アイスティサイエンス)-LC2030(島津製作所)-大量注入口装置LVI-S250(アイスティサイエンス)を搭載したGCMS TQ8040(島津製作所)をオンライン化したシステムにより構成した。抽出液を固相カラムで精製した試料をLCへ導入・分画し、ターゲット溶出面分を固相へ再濃縮した後に溶出液をGC/MSへ注入して測定を行った。

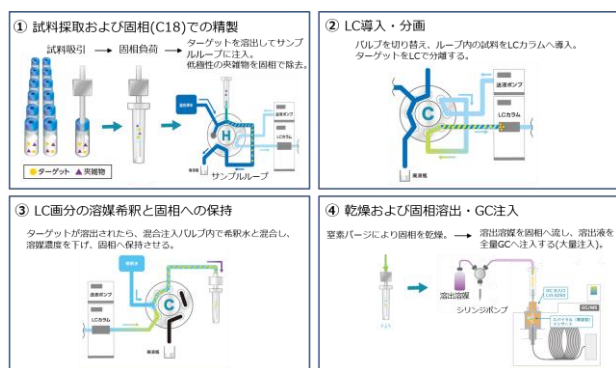


図1 SPE-LC-SPE-GC/MSシステムの概要

試料は玉ねぎ、白菜、大根、キャベツ、ピーマンの5作物を使用し、予冷式ドライアイス凍結粉碎法により均一化した。粉碎した試料

10 gに10%リン酸1 mLを加えて酸性にした後、TPN標準液を添加、QuEChERS法を参考に抽出した試料をSPE-LC-SPE-GC/MSシステムに供した。

【結果】TPNの添加回収試験の結果を表1に示した。検討した5作物において、0.01 ppmでの添加回収試験でいずれも回収率80-110%となり、再現性評価についても良好な結果であった。硫黄性成分を含むアブラナ科の白菜、大根、キャベツおよびアリウム属である玉ねぎにおいて良好な回収率結果が得られた。また、H30において検出事例が報告¹⁾されているナス科のピーマンにおいても回収率結果は良好であった。

表1 添加回収試験結果

添加濃度: 0.01 ppm (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

【考察】今回の検討においては、予冷式ドライアイス凍結粉碎および抽出時のリン酸添加によりTPNの分解を抑制することができたと考えられた。また、複数の作物において安定した結果が得られたことから、開発したオンラインシステムは汎用的に使用可能であると考えられた。今後、他の農薬成分についても検討を行う。

参考文献 1) 国内産農産物における農薬の使用状況及び残留状況調査の結果について(平成30年度) 別表3, 農林水産省HP