



GERSTEL

DPX による食品中の残留農薬分析

はじめに

野菜や果物中の残留農薬分析は、農薬の濃度が食品として摂取して安全なレベルであるか確認するために非常に重要です。

現在、分析の前処理方法として SPE が利用されていますが、溶媒を多く使用し、濃縮効果が低いため、溶媒使用量を低減させ、効率的な前処理が可能な DPX が開発されました。

実験

有機塩素系農薬コントロールスタンダード
有機塩素系農薬混合試料から適宜調製する。
(Ultra Scientific P/N:PPM-508B-1)

サンプル前処理

- 1) 50 mL 遠心分離管中の 15 mL アセトニトリルに 0.5 ppm 有機塩素系混合溶液をスパイクしたサンプル (にんじん) 15 g を添加する。
- 2) NaCl 1.5 g と MgSO₄ 6.0 g を添加する。
- 3) キャップをして 2 分間振とうし、10 分間静置。
- 4) 10 分間 3000 rpm で遠心分離する。
- 5) アセトニトリル層の 0.5 mL を分取する。

マニュアル DPX 抽出 (DPX-RP 1 mL チップ)

- 1) アセトニトリルサンプル溶液 0.5 mL にイオン交換水 1.2 mL と飽和 NaCl 水 0.4 mL を加え、振とうさせる。
- 2) 30%アセトニトリル / 水 500 μL を DPX チップで吸引し、バブリングさせる。(バブリングさせて吸着剤と溶液をよく混合させる。)
- 3) 試験管や廃液容器に溶液を排出。
- 4) DPX チップにサンプル溶液 0.7 mL をゆっくり吸引する。
- 5) バブリングさせ、溶液を混合する。

- 6) 20 秒待つ。(目的成分を吸着し、溶媒と分離させるため)
- 7) 未使用の試験管にゆっくりと溶液を移す。
- 8) 残りの 0.7 mL を使って 4 ~ 7 の手順を繰り返し、2 回目の抽出を行う。
- 9) 残ったサンプル溶液で 4 ~ 7 の手順を繰り返し、3 回目の抽出を行う。
- 10) 30%アセトニトリル / 水 500 μL を DPX チップに吸引し、バブリングさせ混合し、振とうさせる。
- 11) 10 秒待ち、洗浄溶媒を捨てる。
- 12) 50/50 ヘキサン / 酢酸エチル 700 μL を DPX チップに吸引し、バブリングさせる。
- 13) 10 秒待ち、2 mL オートサンプラーバイアルに溶離液を入れる。
- 14) 底の水相 (約 200 μL) をパスツールピペットで取り除き、捨てる。

内部標準物質の添加

内部標準物質の添加は、抽出効率の計算の補正に用いられます。

- 15) 5.5 ppm メチルクロルピリフォスサロゲート溶液を準備する。
- 16) 5.5 ppm クロルピリフォスメチル 25 μL を溶離液に添加し、バイアルにキャップをして、振とう (vortex mixer) してから GC/MS 分析を実施。

GC パラメーター: Agilent 6890N GC

カラム J&W DB 17-MS 30 m,0.25 mm.ID,0.25 μ m
ガス流量: 1.0 mL/min コンスタントフロー

GC オープンプログラム:

80 $^{\circ}$ C (1 min) - 20.0 $^{\circ}$ C /min - 280 $^{\circ}$ C (8 min)

分析時間: 20.0 min

CIS4:

サンプルモード: スプリットレスモード

パージフロー: 20.0 mL/min

パージ時間: 1.20 min

温度: 40 $^{\circ}$ C - 12 $^{\circ}$ C /s - 280 $^{\circ}$ C (3 min)

注入量: 2 μ L

MS パラメーター: Agilent 5975 MSD

表 1. 有機塩素系農薬の SIM 分析条件

Group	Time (min)	Ions (m/z)	dwell time (ms)
1	7.8	181,219	100
2	9.0	100,272,286,288	50
3	9.45	66,263	100
4	9.8	81,353	100
5	10.2	79,195,241,246,263,318	30
6	10.75	81,165,235,263	50
7	11.05	67,165,229,235,272,345	30
8	11.5	227,228	100

結果

にんじん中の有機塩素系農薬の抽出結果を表 1 に示します。回収率はピーク面積から計算したものです。

表 2. DPX-RP 1mL チップを使用した にんじん中の農薬回収率

OC Pesticides	RT(min)	Ion(amu)	%Recovery(%)	OC Pesticides	RT(min)	Ion(amu)	%Recovery(%)
α -BHC	8.185	181	102.5	p,p'-DDE	10.581	246	89.0
β -BHC	8.48	181	111.1	Dieldrin	10.667	79	100.6
γ -BHC	8.547	181	103.1	Endrin	10.891	263	100.3
δ -BHC	8.812	181	100.6	p,p'-DDD	10.985	235	95.0
Heptachlor	9.297	100	96.5	Endrin aldehyde	11.149	67	88.6
Aldrin	9.667	66	92.7	Endosulfan sulfate	11.369	272	101.5
Heptachlor epoxide	10.056	353	101.9	p,p'-DDT	11.335	235	92.1
Endosulfan I	10.42	195	100.5	Methoxychlor	11.831	227	102.5

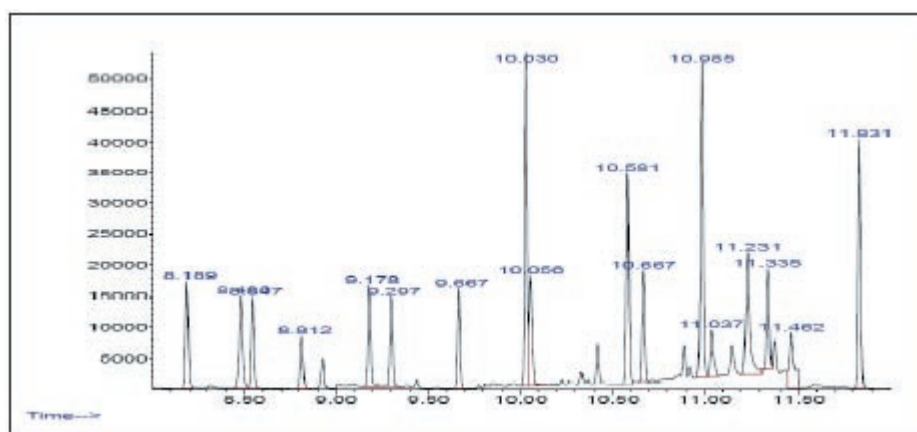


図 1. DPX-RP による有機塩素系農薬 0.5ppm 添加にんじん抽出物の GC/MS クロマトグラム