

# オンラインGPC-GC/MS (Prep-Q) を用いた 食品中残留農薬分析

Analysis of Pesticide Residues in Foods using Online GPC-GC/MS (Prep-Q)

近年、食品中残留農薬の規制が増加し、また測定対象農産物も増加の傾向にあります。これらの増加に伴い、食品中残留農薬分析では前処理の自動化と分析の迅速化が求められています。厚生省から、前処理の一部にGPCクリーンアップを用い多成分の農薬を同時に分析する「残留農薬迅速分析法」が通知されています。(平成9年、衛化43, 44, 45号)

弊社は、「残留農薬迅速分析法」をさらに発展させる

ため、GPCクリーンアップシステムとGC/MSをオンラインで接続した装置を開発しました。オンラインGPC-GC/MS (Prep-Q) はGPCとGC/MSを完全自動化することで従来の「残留農薬迅速分析法」に比べ簡便かつ迅速な残留農薬分析を実現しています。この装置の開発は大阪府公衆衛生研究所の考案・指導<sup>1)2)</sup>のもとに行ないました。

今回のアプリケーションニュースではPrep-Qで実サンプル(ジャガイモ)に農薬を添加し分析した例を報告します。

## 装置概要

Instrument

食品から抽出した試料には油・色素成分が多量に含まれており、農薬分析の妨害となります。抽出試料はGPCカラムにより分子量の大きい順に油・色素成分と農薬類に分離されます。バルブの切り替えにより溶出時間の早い油・色素成分を排出し、分析対象となる農薬類をトラッピングループに取り込みます。ループに取り込まれた農薬類はGC部に注入され、GCカラムで分離された後MS部において検出されます。(Fig.1)

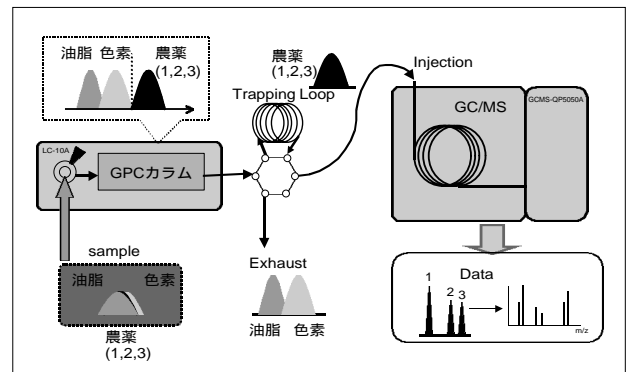


Fig.1 Prep-Qの概要  
Instrument

## 分析方法

Analytical Conditions

システム : Prep-Q

GPC : LC-VPシリーズ

GC/MS : GCMS-QP5050A

GPCカラム : CLNpak EV-200 (昭和電工, 150mmL. x 2mmI.D.)

GCカラム : Uncoated : Deactivated silica tubing (5m x 0.53mmI.D.)

Pre-column : DB-5 (5m x 0.25mm I.D. df=0.25µm)

Analysis : DB-5 (30m x 0.25mm I.D. df=0.25µm)

- GPC -	
Mobile Phase	: Acetone:Cyclohexane (3 : 7)
Flow Rate	: 0.1mL/min
Injection Volume	: 20µL
Fraction	: 200µL
- GC -	
PTV	: 120 (0.5min)-80 /min-280 (27.5min)
Column Temp.	: 82 (1min)-8 /min-280 (4.25min)
Carrier Gas Press.	: 120kPa
- MS -	
Interface Temp.	: 280
Scan Range	: m/z 86-356
Interval	: 0.5sec

## 試料の抽出と前処理

Sample Pretreatment

試料の前処理は「残留農薬迅速分析法」に準拠した方法で行ないます。操作の詳細はFig.2に示します。

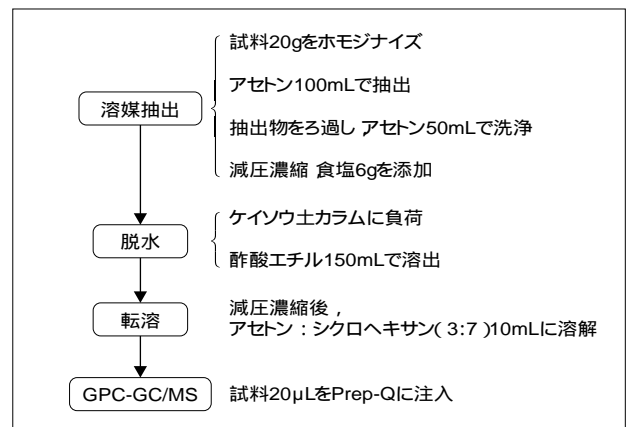


Fig.2 前処理の流れ  
Flow of Pretreatment

## 実試料分析例

### Analysis

今回の報告ではジャガイモの抽出液に農薬標準液を添加しPrep-Qで測定を行いました。

例として農薬4成分（Fenobucarb, BHC, Diazinon, Permethrin）のマスキロマトグラムおよびマススペクトルをFig.3に示します。

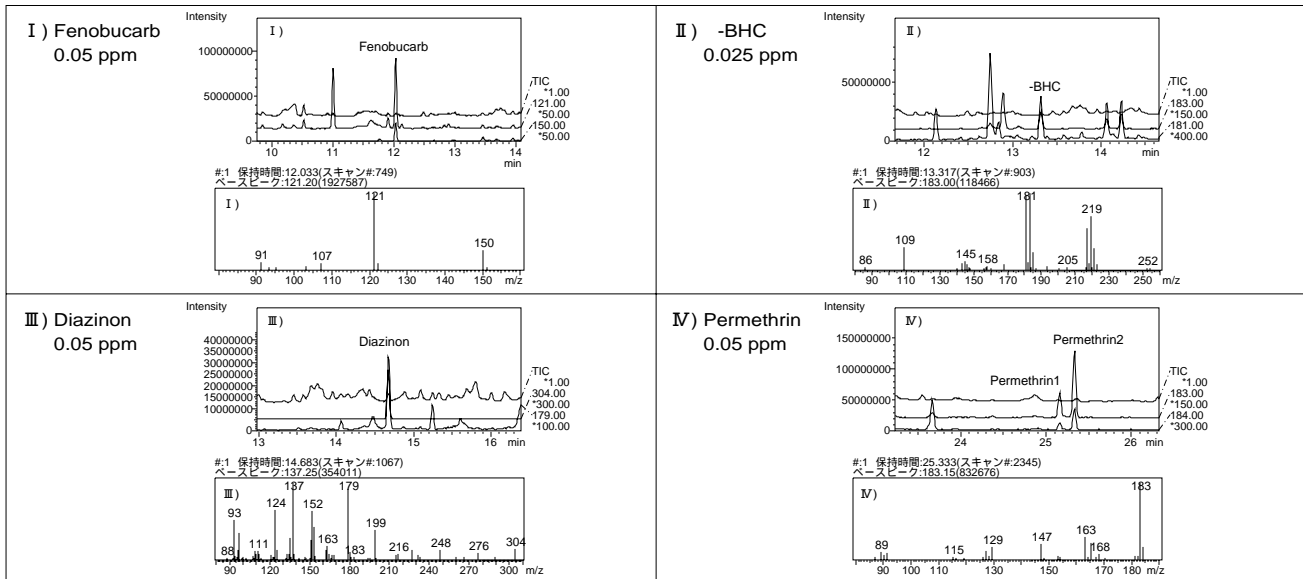


Fig.3 ジャガイモ抽出液中の農薬のマスキロマトグラムおよびマススペクトル  
MC and Mass Spectram of Pesticides added to Potato Extract

## 迅速分析法との比較

### Comparison

Prep-QはクリーンアップGPC部に小型GPCカラムを使用しクリーンアップに要する時間を短縮しています。また、GCへの大量注入を行なうことで「残留農薬迅速分析法」での濃縮工程を省略しています。その結果、従来の「残留農薬迅速分析法」に比べ1検体あたりの分析時間を約1/2に短縮することができました。また、クリーンアップGPCでの溶媒使用量も200mL/検体から1mL/検体に削減しています。Prep-Qはより環境にやさしく経済的な残留農薬分析を可能とします。

## まとめ

### Conclusion

食品中残留農薬分析用に開発されたPrep-Qは前処理以降の完全自動化、分析時間の短縮、溶媒使用量の削減を可能にしました。したがって、従来の「残留農薬迅速分析法」より簡便でかつ迅速な残留農薬分析を行なうことがで

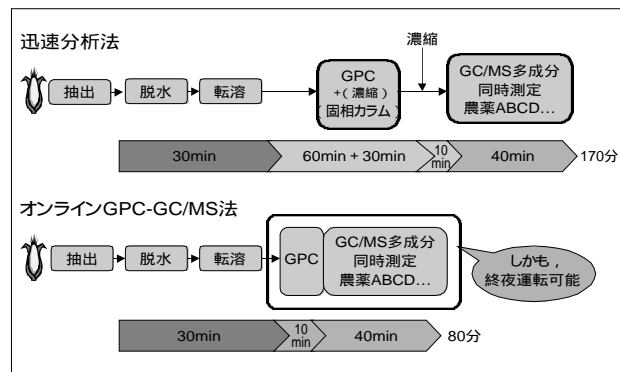


Fig.4 迅速分析法とPrep-Qの分析時間比較  
Comparison of Analysis Time

きます。さらに自動化されていることから分析精度の向上やバリデーション（装置やメソッド）の簡便化が期待でき、より信頼性の高い分析を行なうことができます。今後は環境分野などへの適応を検討していく予定です。

## 参考

### Reference

- 食品中の残留農薬分析におけるGPC-GC/MSのオンライン化のための検討 GCへの大量注入  
大阪府立公衆衛生研究所 北川幹也, 堀伸二郎ら 日本食品衛生学会第73回学術講演会
- オンラインGPC-GC/MSによる食品中残留農薬の分析  
大阪府立公衆衛生研究所 北川幹也, 堀伸二郎ら 日本食品衛生学会第77回学術講演会

初版発行：2001年1月

**島津製作所** 分析計測事業部  
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)  
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>  
会員制Webの閲覧だけでなくいろいろな情報サービスが受けられます。