

固相自動化装置(G-Prep FA)を用いた 農作物中のGC/MS農薬等の一斉分析

2003年5月に食品衛生法が改正され、2006年5月より農薬等はポジティブリスト制度で規制されることとなりました。ポジティブリスト制度の告示と同時に、GC/MS、LC/MSによる農作物中の残留農薬一斉分析法が通知され、広く運用されています。

また、精度管理の観点から、測定値における信頼性の保証が求められています。前処理工程の精度を上げるために、自動化装置の使用は有効な手段であり、人為的誤差等を排除することができます。

そこで、今回は食品分析用の固相自動化装置(G-Prep FA)を残留農薬分析に適用した事例について、ご紹介します。



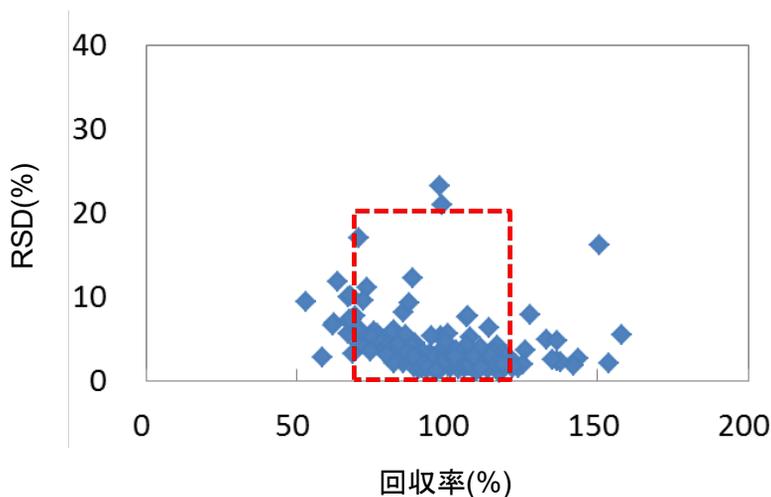
食品固相自動化装置
G-Prep FA

1. 測定結果

厚生労働省 GC/MSによる農薬等の一斉試験法(農作物)に従い、作製したホウレンソウ抽出液に各農薬成分を0.1ppmになるように添加し、固相自動化装置(G-Prep FA)で固相ミニカラム処理を行い、測定しました。得られた結果を以下に示します。

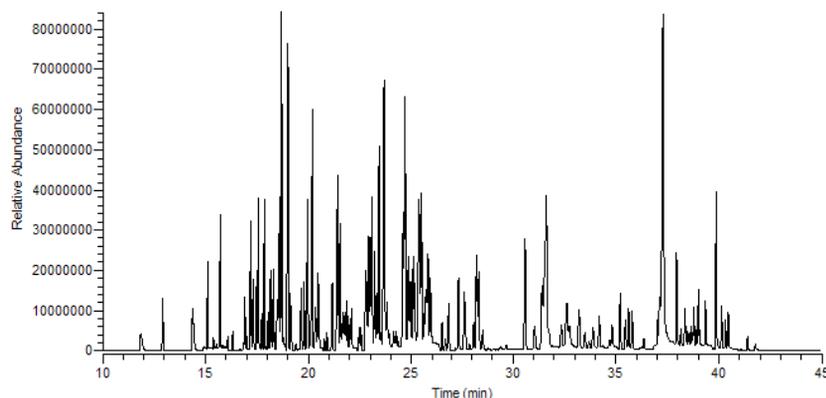
○添加回収試験結果

試料にホウレンソウを用いて添加回収試験(n=5)を実施した結果、回収率70~120%以内、RSD 20%以内に入る成分は、GC/MS対象農薬 161成分中127成分でした。



本資料で掲載されているデータは測定の一例であり、回収率の数値を保証するものではありません。

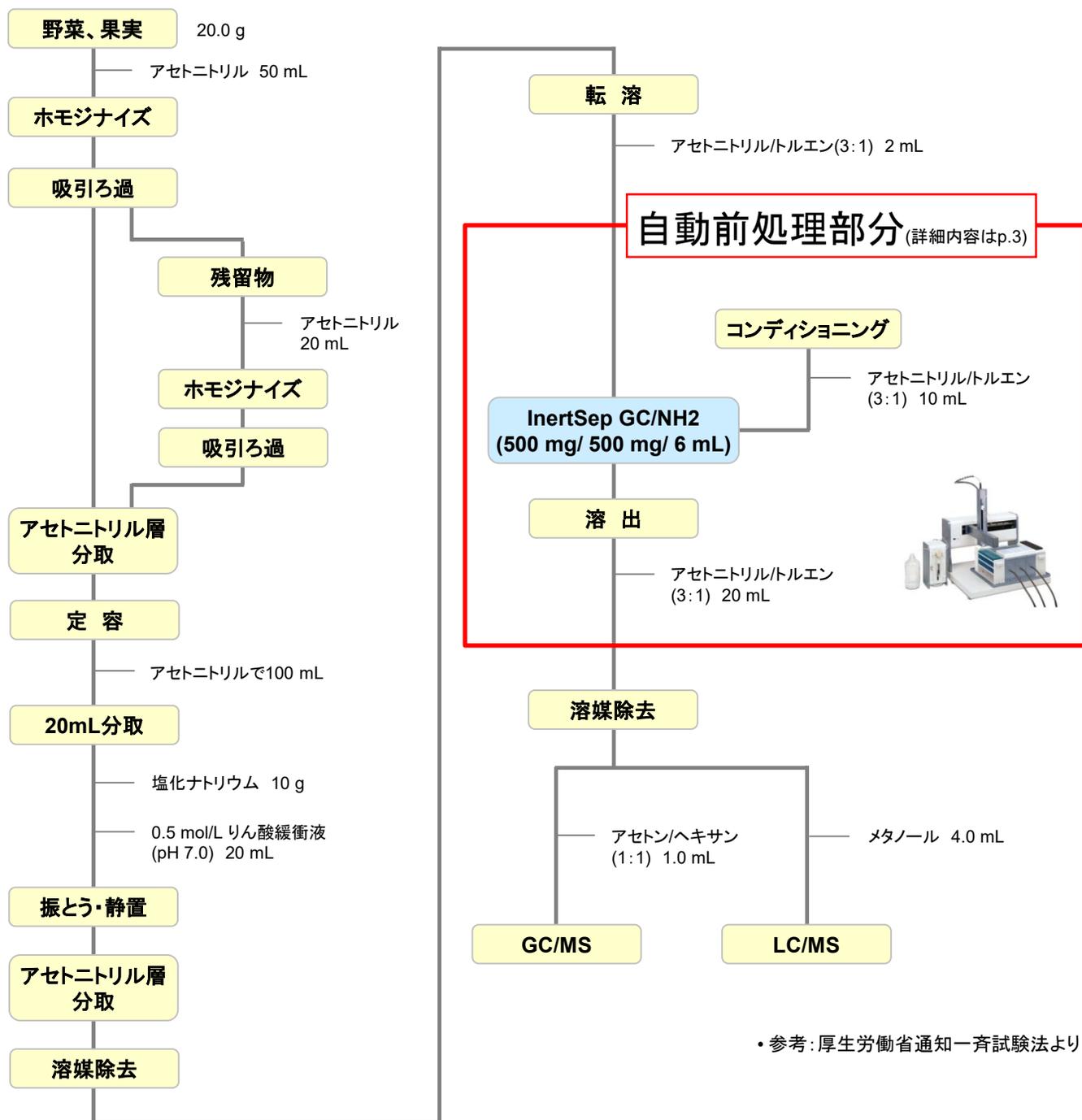
○標準添加試料のGC/MSクロマトグラム例



System : GC-MS
Column : InertCap 5MS/Sil 0.25mmID 30m, df=0.25μm
Oven Temp. : 50°C(3min hold)-10°C/min-200°C-3°C/min
 -230°C(5min hold)-10°C/min-300°C(5min hold)
Carrier gas : He 100kPa (Constant flow)
Injection : Splitless 2min, 230°C
Detection : MS SIM
Interface Temp.: 250°C
Sample Size : 2.0μL

2. 固相前処理のフロー図

下記の厚生労働省通知一斉試験法による固相前処理フローにて処理を行いました。自動前処理部分の詳細内容は次ページに示します。



3. 自動化装置(G-Prep FA)による前処理工程の詳細

— 自動化装置の有効なポイント —



- ・操作段階の人的誤差の排除
- ・個人差、日間差の解消
- ・肉体的負担の軽減
- ・有害物質の取り扱い
- ・メソッド共有(引き継ぎ)が簡単

InertSep GC/NH2
(500 mg/ 500 mg/ 6 mL)

コンディショニング

— アセトニトリル/トルエン
(3:1) 10 mL

Point プレコンディショニング

装置上で、固相内部の空気を効率よく抜くことで、再現性の向上が期待できます。

試料負荷

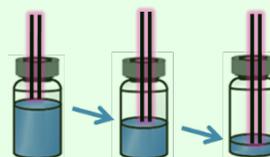
— 抽出液 2 mL

Point 高精度 加圧送液

シリンジポンプにより、送液速度および送液量を厳密に自動制御。再現性の高い操作が行えます。

Point 液面追従機能

ニードル先端が抽出液と接触した状態で抽出液を採取。



液面追従機能による抽出液の採取

抽出液との接触を最小限に抑えることで試料間のコンタミネーションリスクを低減。

溶出

— アセトニトリル/トルエン
(3:1) 20 mL

Point 内壁洗浄

試料容器の内部を洗い込み、その洗液を固相に流すことも可能です。

例) アセトニトリル/トルエン(3:1)
2mL × 2回

その後、残りの溶出液を直接固相に流します。

例) アセトニトリル/トルエン(3:1)
16mL

溶出液

3. 測定関連製品

自動前処理装置

【G-Prep FA-101】



G-Prep FAは固相ミニカラムを効率的に運用し、再現性、信頼性のある食品分析の試料前処理に特化した自動前処理システムです。正確な作業が要求されるミニカラム操作を自動化できます。

G-Prep FA-101 6mL固相ミニカラム仕様 アクセサリー例

品名	サイズ	入数	Cat.No.
固相ラック	6mL固相 20mL溶出用	1個	6010-67011
受器ラック	6mL固相 20mL溶出用	1個	6010-67012
受器	6mL固相 20mL溶出用	125本	1030-41504

固相抽出カラム

【InertSep® GC/NH2】



グラファイトカーบอนは、平面構造を有するカーボンからなり、主に農作物抽出液からの色素除去に利用されます。イオン交換固相と組み合わせることで、脂肪酸除去などの精製効果も得られます。

品名	カラムサイズ	入数	Cat.No.
InertSep GC/NH2	500 mg/500 mg/6 mL	30本	5010-68022

GCカラム

【InerCap® 5MS/Sil】



InerCap 5MS/Silは、5%ジフェニル(相当)-ジメチルポリシルフェニレンシロキサンを結合した微極性カラムです。GC/MS分析用に設計され、耐熱性の向上と低ブリードを実現しました。

品名	内径(mm)	長さ(m)	膜厚(μm)	Cat.No.
InerCap® 5MS/Sil	0.25	30	0.25	1010-15142

ジエルサイエンスでは、分析ノウハウときめこまやかなフォローもお付けしたシステム提案を行っております。お近くの営業所や カスタマーサポートセンター までお気軽にお問い合わせください。データに起因し、直接的または間接的に生じたいかなる損害に対しましても、当社が責任を負うものではありません。また、記載事項につきましては、予告無しに改訂する場合がありますので、あらかじめご了承ください。



〒163-1130 東京都新宿区西新宿 6-22-1 新宿スクエアタワー 30F
TEL.03-5323-6611 FAX.03-5323-6622

※各試験法は、変更される場合がありますので、分析の前に確認されることをお勧めします。

データに起因し、直接的または間接的に生じたいかなる損害に対しましても、当社が責任をおうものではありません。また、記載事項につきましては、予告無しに改訂する場合がありますので、あらかじめご了承ください。

カスタマーサポートセンターでは、ノウハウのご提供と分析に関するフォローを行っております。お困りの際には、カスタマーサポートセンターまでお気軽にお問い合わせください。

カスタマーサポートセンター (土・日・祝除く9:00-17:00)

☎ 04-2934-1100 ✉ info@glsc.co.jp



【アプリケーションの検索はこちら】

https://www.glsc.co.jp/technique/app/app_search.html