

9. 残留農薬分析における器具の選定と

濃縮倍率が溶解に及ぼす影響

○竹内 悠里 岡野 良夫 橋本 良子¹⁾

要 約

残留農薬分析時に使用するナス型フラスコの容量および濃縮倍率が溶解後の残留濃度に与える影響について確認を行った。その結果、濃縮倍率 20 倍までは理論濃度と同等の結果を得たが、濃縮倍率が 40 倍以上になると理論濃度より高濃度になる傾向が認められた。

一般に残留農薬分析を行う際には、厚生労働省通知の試験法、分析法に関する書籍や文献を参考に分析を行う。通知等には、サンプルの計量、抽出、精製、濃縮、溶解等の手順が記載されている。しかし、使用する器具の形状や容量まで詳細には記載されていないため、器具は使用者の経験から選定されている。

本試験では、濃縮に用いるナス型フラスコの容量および濃縮倍率が、溶解後の残留濃度に与える影響について確認を行った。

材料及び方法

1. 農薬溶液の希釈

試験溶液はダイアジノンを用いた。ダイアジノンは野菜、果樹等に広範に使用できる殺虫剤であり、東京都の農業現場で広く使用されている。ダイアジノン/ヘキサン溶液 1000ppm (AccuStandard) をヘキサンで希釈し、0.005ppm~1ppm 溶液を作成した。希釈には、メスフラスコ (20mL~500mL) とホールピペット (0.1 mL~25 mL) を用いた。

2. ナス型フラスコへの分注

希釈したダイアジノン/ヘキサン溶液を 100 mL、50 mL、10 mL、5 mL のナス型フラスコにそれぞれのフラスコ容量の 40% 量を分注した。試験は 2 回または 3 回実施した。

3. 溶媒留去および定容

ナス型フラスコをエバポレーターで溶媒留去し、理論上の濃度が 1ppm となるようにヘキサン

で溶解した。溶解したヘキサンでフラスコ内壁を洗いこみ、試験溶液とした。それぞれの溶液量と溶解量に対する濃縮倍率は表 1 に示した。

表1 試験条件

フラスコ容量 (mL)	溶液量 (mL)	分注溶液濃度 (ppm)	溶解量 (mL)	理論濃度 (ppm)	濃縮倍率 (倍)
100	40	1	40	1	1
		0.05	2		20
		0.025	1		40
		0.0125	0.5		80
		0.005	0.2		200
50	20	1	20	1	1
		0.05	1		20
		0.025	0.5		40
		0.01	0.2		100
10	4	1	4	1	1
		0.25	1		4
		0.05	0.2		20
5	2	1	2	1	1
		0.25	0.5		4
		0.1	0.2		10

4. 測定

試験溶液をマイクロインサートバイアルに 100 μ L とり、GC/MS で分析を行った。分析フローは図 1 に、測定条件は図 2 に示した。

1) (公財) 東京都農林水産振興財団

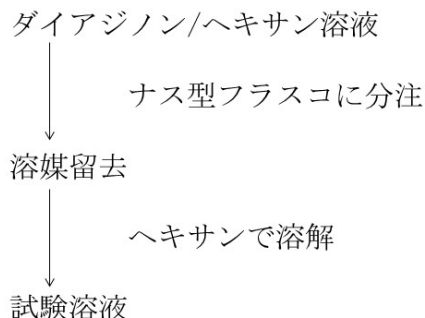


図1 分析フロー

GC	Agilent7891A
カラム	Agilent J&W DB-5MS+DG (長さ30m×内径0.25mm 膜厚0.25μm)
昇温条件	50°C (1min) →25°C/min→125°C (0min) →10°C/min→300°C (10min) (31.5min)
流速	1mL/min (ヘリウム)
注入口温度	250°C
注入口モード	スプリットレス
注入量	1μL
MS	Agilent5975C
四重極温度	150°C
イオン源温度	230°C
トランスファーライン温度	280°C

図2 測定条件

成績

1ppm/ヘキサン溶液を各フラスコ容量の40%量分注、溶媒留去後、分注量と同量のヘキサンで溶解した結果を対照とした。各フラスコ区の対照の結果を1ppmとしたときの、濃縮倍率と最終溶液濃度の結果を表2に示した。各フラスコ区ともに、濃縮倍率20倍までは理論濃度であるほぼ1ppmの結果を得られたが、濃縮倍率が40倍以上になると理論濃度である1ppm以上の濃度になる傾向が認められた。

表2 濃縮倍率と最終溶液濃度

フラスコ容量 および 溶液量	溶解量 (mL)	最終溶液濃度 (ppm)	平均 (ppm)	濃縮倍率 (倍)
100mLフラスコ 40mL溶液	2	1.0, 0.9, 1.2	1.0	20
	1	1.3, 1.4, 1.5	1.4	40
	0.5	2.1, 2.1, 2.6	2.3	80
	0.2	4.3, 3.6	4.0	200
50mLフラスコ 20mL溶液	1	1.2, 1.0, 1.3	1.1	20
	0.5	1.4, 1.5, 1.4	1.4	40
	0.2	2.4, 2.7, 2.4	2.5	100
10mLフラスコ 4mL溶液	1	0.8, 0.9, 1.0	0.9	4
	0.2	0.9, 1.0, 0.9	1.0	20
5mLフラスコ 2mL溶液	0.5	0.9, 1.3, 1.2	1.1	4
	0.2	1.1, 1.0, 1.0	1.1	10

考察

100mLフラスコおよび50mLフラスコにおいて0.2mLで溶解した条件では、回収できた試験溶液が0.1mL以下であったため、ナスフラスコ内でヘキサンが揮発した結果、試験溶液が濃縮された可能性がある。条件は異なるが、GC注入口において1μLのヘキサン溶液は140μLに気化するため(温度250°C、圧力140kPa)、50mLおよび100mLのフラスコは、0.2mLのヘキサン溶液が気化するための十分な容積がある。

厚生労働省通知のダイアジノンを対象とした個別試験法¹⁾では、精製後の抽出溶液およそ100mLを溶媒留去後、5mLのアセトンで溶解している。この条件での濃縮倍率は20倍である。また、GC/MSによる農薬等の一斉試験法(農作物)¹⁾では、精製後の抽出溶液およそ20mLを1mL以下に濃縮し、アセトン10mLを加えて再度1mL以下に濃縮、再度アセトン5mLを加えて溶媒を除去し、1mLに定容している。この条件でも初めの抽出溶液から最終溶液への濃縮倍率は20倍である。残留農薬分析において、抽出溶液を20倍に濃縮して最終溶液にする条件は、通知法にも記載されており、本試験の結果からも最終溶液濃度に影響を与えることはないと考えられる。しかし、分析機器の検出限界が限られるような場面において、目的成分を検出するために濃縮倍率を上げて濃縮する場合には、使用器具容量と濃縮倍率の関係に注意をする必要があると考える。

引用文献

1) 食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法(平成17年1月24日付け食安発第0124001号厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知)