

食品中残留農薬向けメソッドパッケージの活用

Method Package for Analysis of Residual Pesticides in Foods

GC/MSを用いて新たな分析を始めるには、キャピラリーカラムを選択し最適な分析条件を決定する必要があります。分解性や吸着性のある成分を分析する場合は、インサートなどについても考慮しなくてはなりません。さらに、データの解析では分析対象化合物について化合物名、保持時間、定量イオン、確認イオンやマススペクトルなどの情報を登録した化合物テーブルを作成しなければなりません。

メソッドパッケージは、これらの煩雑で手間がかかる作業を低減するために、分析対象化合物に応じた最適なカラムや消耗品情報を提供するとともに、それに応じた分析条件および化合物情報が登録されたメソッドファイルを提供します。

本アプリケーションニュースでは、食品中残留農薬向けメソッドパッケージをご紹介します。

K. Matsuda

メソッドパッケージ

Method Package

食品中残留農薬向けメソッドパッケージには、「食品中残留農薬分析用メソッド」、「レポートフォーマット(4種)」、「ガラスインサート(5本入り)」と「同定支援ツール」が含まれています。メソッドには、Table 1に示す分析条件が登録されており、さらにTable 2に示す

200成分(異性体含む)をこの分析条件で測定した際の化合物テーブルが登録されています(Fig.1a, b)。また、レポートフォーマットは、食品中残留農薬分析の結果出力に適したものとなっています(Fig.2)。

Microsoft® Excel™が必要です。

Table 1 分析方法
Analytical Conditions

Model : GCMS-QP2010 / GCMS-QP2010 Plus
Workstation : GCMSsolution Ver.2.5
食品中残留農薬向けメソッドパッケージ
Column : Rtx®-5ms 30 m × 0.25 mm I.D. df=0.25 μm

-GC-

Column Temp. : 50 °C (1min)-25 °C/min-125 °C-10 °C/min-300 °C (15 min)
Carrier Gas : He (Constant Linear Velocity Mode)
Linear Velocity : 47.2 cm/sec
Injection Method : Splitless (Sampling Time=1 min)
High Press. Injection : 250 kPa (1.5 min)

-MS-

Interface Temp. : 250 °C
Ion Source Temp. : 200 °C
Scan Range : m/z 50 - 460
Scan Interval : 0.5 sec

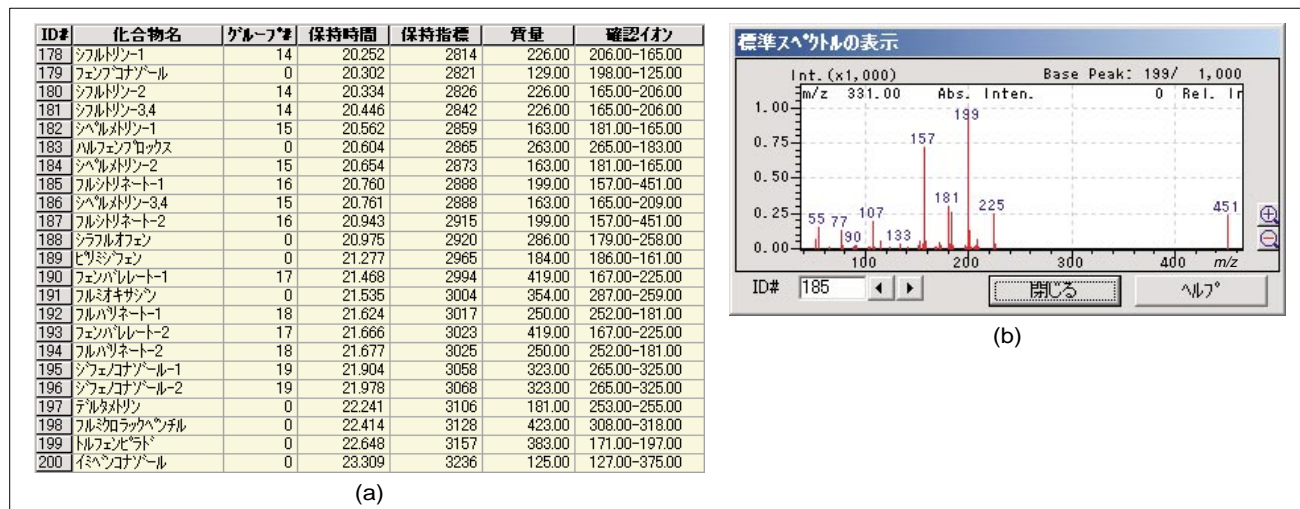
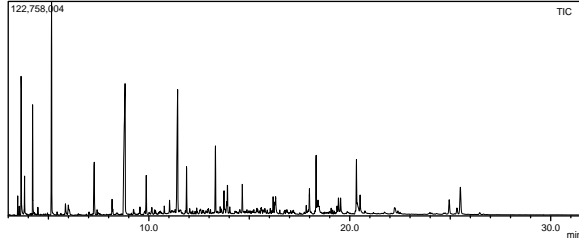


Fig.1 登録情報 (a)化合物テーブル (b)標準スペクトル
Information of Registered Compounds (a) Compound Table (b) Standard Spectrum

分析者 : Admin
 分析日時 : 2005/12/30 18:16:37
 サンプルタイプ : 未定
 レベル番号 : 1
 サンプル名 : *添加回収試験 (キャベツ)
 サンプルID : 9
 内容量 : [1]-1.000
 サンプル量 : 1.000
 希釈率 : 1.000
 バイアル番号 : 16
 注 : 2.000
 データファイル : F:\Method_Package*添加回収試験 (キャベツ) .qgd
 分析時のデータファイル : F:\Method_Package*添加回収試験 (キャベツ) .qgd
 メソッドファイル : F:\Method_Package\Pesticides.qgd
 分析時のメソッドファイル : C:\GCMSolution\Data\Pesticides.qgd
 レポートファイル : F:\Method_Package*添加回収試験 (キャベツ) .qgd
 チューニングファイル : C:\GCMSolution\System1\Tune1\F pesticides.qgd
 編集者 : Admin
 更新日時 : 2006/05/25 20:05:39



ID#	化合物名	保持時間	m/z	面積	高さ	濃度	単位
1	Carbolfuran deg.	6.514	164	28049	17342	0.068	ug/mL
2	XMC	9.232	122	1082080	644241	0.149	ug/mL
3	Tecnazen	9.766	261	91747	51696	0.176	ug/mL
4	Propoxur	9.792	110	1456871	807747	0.150	ug/mL
5	Propachlor	9.810	176	242777	136223	0.141	ug/mL
6	Bentfluralin	10.449	293	409370	247466	0.269	ug/mL
7	Monocrotophos	10.543	127	682229	343219	0.389	ug/mL
8	Dicofen	11.045	208	146316	77424	0.270	ug/mL
9	Sinazazine	11.138	201	253883	107869	0.167	ug/mL
10	Carbaryl	11.188	149	375510	163602	0.169	ug/mL
11	Azinphos	11.254	209	309595	15434	0.132	ug/mL
12	Oxamizone	11.308	204	815312	472623	0.136	ug/mL
13	Cyazotopos	11.551	243	389890	227236	0.174	ug/mL
14	Quintozene	11.572	295	88146	47815	0.184	ug/mL
15	Propylamido	11.587	173	443596	247473	0.263	ug/mL
16	Isazofos	12.032	161	513559	25434	0.160	ug/mL
17	Thialate	12.039	268	218981	123664	0.130	ug/mL
18	Isofenphos	12.184	204	398924	202951	0.176	ug/mL
19	Berofos	12.300	129	480653	278524	0.146	ug/mL
20	Picloram	12.556	163	36144	207469	0.163	ug/mL
21	Propachlor	12.598	122	305458	174259	0.197	ug/mL
22	Bromobutide	12.592	119	610521	348935	0.139	ug/mL
23	Acetochlor	12.713	223	116024	59261	0.102	ug/mL
24	Vinclozolin	12.710	285	123248	68245	0.126	ug/mL
25	Chlorpyrifos-methyl	12.728	296	463838	267469	0.163	ug/mL
26	Ametrin	12.884	212	227574	138007	0.127	ug/mL
27	Prometryn	12.944	241	453730	224555	0.136	ug/mL
28	Mesafent	12.970	206	204948	119324	0.137	ug/mL
29	Ethofosulfate	13.305	286	142330	76742	0.139	ug/mL
30	Bromoxynil	13.312	206	3381526	173226	0.131	ug/mL
31	Quinclorac	13.428	172	256173	128577	0.189	ug/mL
32	Fenprophosph	13.617	128	1910989	860212	0.128	ug/mL
33	Triadimenol	13.738	57	2740587	1389268	0.187	ug/mL
34	Chlorhal-dimethyl	13.773	301	479919	272481	0.123	ug/mL
35	Nitrofen-napthyl	13.785	167	143216	71183	0.135	ug/mL
36	Bromoxynil	14.020	331	431545	238837	0.148	ug/mL
37	Fthalide	14.024	243	389914	223888	0.144	ug/mL
38	Dicofenol	14.036	167	795219	449277	0.332	ug/mL
39	Dinethamyltin	14.289	212	1210015	544279	0.163	ug/mL
40	Aldicarb	14.314	129	26515	17226	0.100	ug/mL
41	Alicin-2	14.439	123	427638	153461	0.149	ug/mL

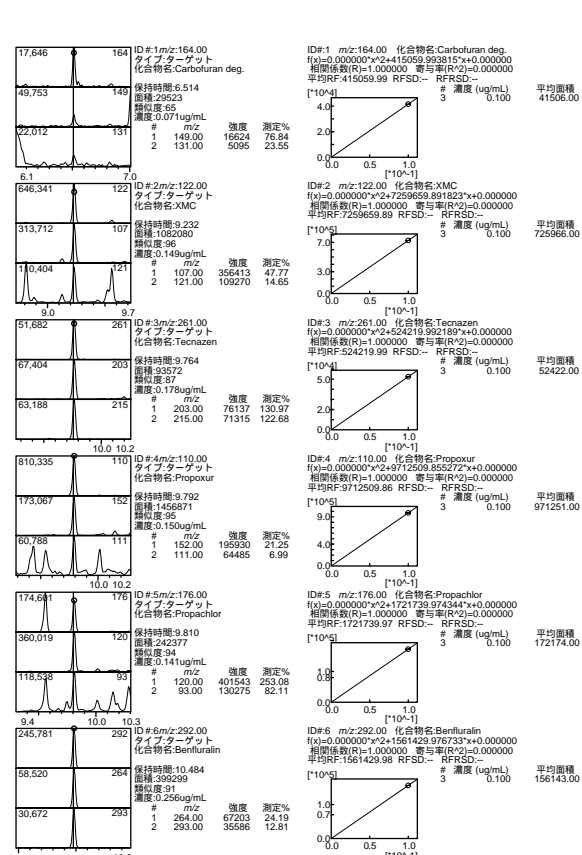
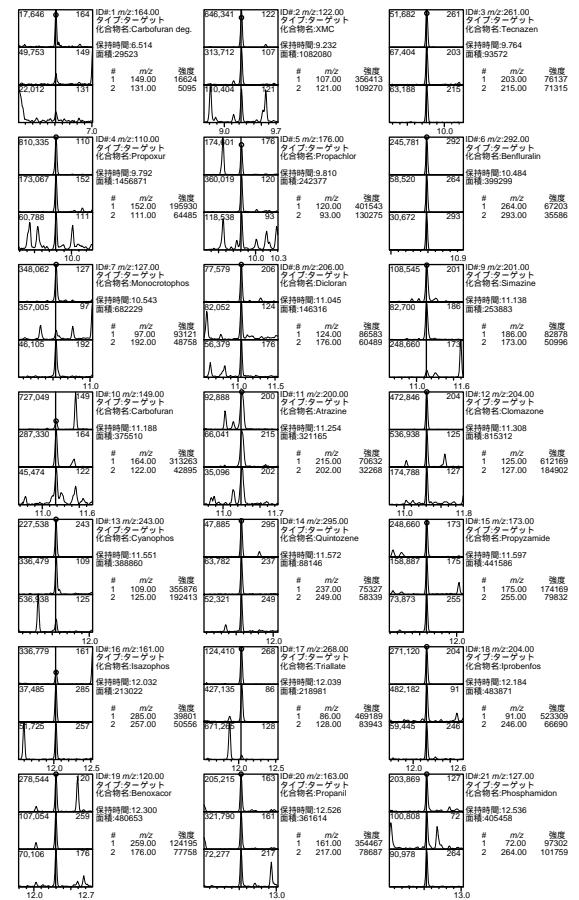
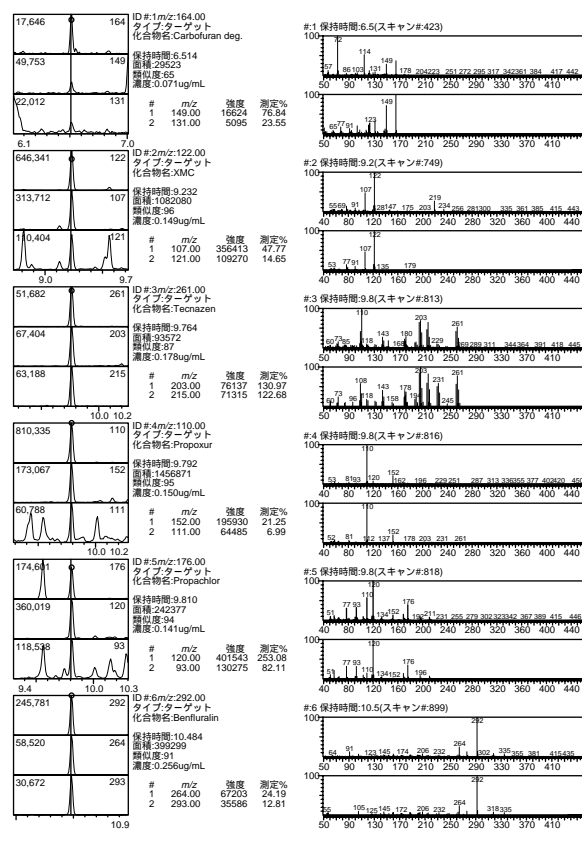


Fig.2 レポート出力例
 Example of Reports

Table 2 登録化合物の一覧
List of Target Compounds

1	メタミドホス	41	ベノキサコール	81	ジフェナミド	121	マイクロブタニル	161	フェノトリン-1
2	ジクロロボス	42	エチオフェンカルブ	82	ホスチアゼート-2	122	ブプロフェジン	162	フェノトリン-2
3	カルボフラン分解物	43	ベンフレセート	83	(E)-クロルフェンピホス	123	フルシラゾール	163	テトラジホン
4	EPTC	44	プロパニル	84	ジメタメトリン	124	ブピリメート	164	ホサロン
5	ブチレート	45	ホスファミドン	85	ベンディメタリン	125	アザコナゾール	165	ピリプロキシフェン
6	アセフェート	46	プロモブチド	86	アレスリン-1	126	(Z)-メミノストロピン	166	シハロトリン-1
7	イソプロカルブ	47	アセトクロール	87	(Z)-ピリフェノックス	127	イソキサチオン	167	メフェナセット
8	XMC	48	ピンクロゾリン	88	アレスリン-2	128	シプロコナゾール	168	シハロトリン-2
9	フェノブカルブ	49	クロルピリホスメチル	89	イソフェンホス	129	クロルベンジレート	169	アクリナトリン
10	テクナゼン	50	パラチオンメチル	90	(Z)-クロルフェンピホス	130	フェンスルホチオン	170	フェナリモル
11	プロボキシル	51	トルクロホスメチル	91	キャプタン	131	-エンドスルファン	171	ピラゾホス
12	プロバクロール	52	カルパリル	92	キナルホス	132	p,p'-DDD	172	ピラクロホス
13	エトプロホス	53	アメトリン	93	フェントエート	133	エチオン	173	ピテルタノール-1
14	クロルプロファミ	54	プロメトリン	94	トリアジメノール-1	134	オキサジキシル	174	ペルメトリン-1
15	ペンダイオカルブ	55	メタラキシル	95	ジメピベレート	135	メプロニル	175	ピテルタノール-2
16	ベンフルラリン	56	メチオカルブ	96	トリアジメノール-2	136	フルアクリピリム	176	ペルメトリン-2
17	モノクロトホス	57	フェニトロチオン	97	キノメチオネート	137	カフェントラゾンエチル	177	ピリダベン
18	カズサホス	58	ピリミホスメチル	98	メチダチオン	138	ベナラキシル	178	シフルトリン-1
19	-BHC	59	エトフメセート	99	フェノチオカルブ	139	エディフェンホス	179	フェンブコナゾール
20	チオメトン	60	プロマシル	100	(E)-ピリフェノックス	140	キノキシフェン	180	シフルトリン-2
21	ジクロラン	61	エスプロカルブ	101	パクロブトラゾール	141	プロビコナゾール-1	181	シフルトリン-3, 4
22	シマジン	62	ジクロフルアニド	102	テトラクロルピホス	142	トリフロキシストロピン	182	シベルメトリン-1
23	カルボフラン	63	キノクラミン	103	-エンドスルファン	143	ノルフルラゾン	183	ハルフェンブロックス
24	アトラジン	64	マラチオン	104	イマザメタベンズメチル	144	レナシル	184	シベルメトリン-2
25	ジメチピン	65	チオベンカルブ	105	フルトリアホール	145	プロビコナゾール-2	185	フルシトリネート-1
26	クロマゾン	66	ジエトフェンカルブ	106	フェナミホス	146	ヘキサジノン	186	シベルメトリン-3, 4
27	-BHC	67	メトラクロール	107	ナプロバミド	147	テブコナゾール	187	フルシトリネート-2
28	-BHC (リンデン)	68	フェンプロビモルフ	108	フルトラニル	148	ジクロホップメチル	188	シラフルオフェン
29	テルブホス	69	フェンチオン	109	イソキサチオンオキソン	149	テニルクロール	189	ピリミジフェン
30	シアノホス	70	(Z)-ジメチルピホス	110	プロチオホス	150	プロバルギット	190	フェンバレレート-1
31	キントゼン	71	クロルピリホス	111	イソプロチオラン	151	カプタホール	191	フルミオキサジン
32	プロビザミド	72	パラチオン	112	(E)-メミノストロピン	152	イプロジオン	192	フルバリネート-1
33	ダイアジノン	73	トリアジメホン	113	プロフェノホス	153	ピリダフェンチオン	193	フェンバレレート-2
34	テフルトリン	74	ジコホール分解物	114	トリブホス	154	プロモプロビレート	194	フルバリネート-2
35	-BHC	75	イソフェンホスオキソン	115	プレチラクロール	155	アセタミプリド	195	ジフェノコナゾール-1
36	イサゾホス	76	クロルタルジメチル	116	p,p'-DDE	156	ホスメット	196	ジフェノコナゾール-2
37	トリアレート	77	ニトロタルイソプロピル	117	トリシクラゾール	157	EPN	197	デルタメトリン
38	エトリムホス	78	ホスチアゼート-1	118	オキサジアゾン	158	ピペロホス	198	フルミクロラックベンチル
39	イプロベンホス	79	プロモホス	119	オキシフルオルフェン	159	メトキシクロール	199	トルフェンピラド
40	ピリミカルブ	80	フサライド	120	フラムプロップメチル	160	テブフェンピラド	200	イミベンコナゾール

保持時間の自動修正 (AART) 機能

Automatic Adjustment of Retention Time (AART)

メソッドパッケージを初めて使用する場合、カラムを切断した場合や異なるロットのカラムを使用する場合には、「登録されている保持時間」を「現在の装置の保持時間」に修正する必要があります。保持時間の自動修正 (AART) 機能は、Fig.3に示す原理に基づき「登録された保持指標」と「n-アルカン類の保持時間の実測値」から分析対象化合物の保持時間を推測します。メソッドパッケージを使用する場合、メソッドには分析対象化合物の保持指標が

あらかじめ登録されていますので、n-アルカン混合標準液を分析しAART機能を用いることにより保持時間を容易に推測することが可能です。Fig.4に保持時間の自動修正 (AART) 機能の画面を示します。

このようにして推測された保持時間をもとに、標準試料を分析し、Fig.5の修正ウィザードで保持時間を自動的に確定することができます。あらかじめ推測した保持時間を用いるため信頼性のある結果が得られます。

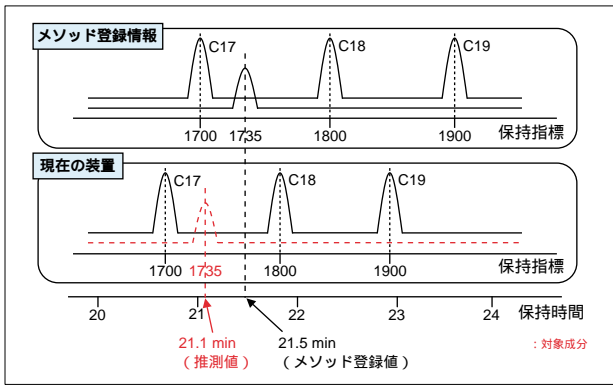


Fig.3 保持時間の自動修正(AART)機能
Automatic Adjustment of Retention Time (AART)



Fig.5 修正ウィザード
Wizard (Modify)

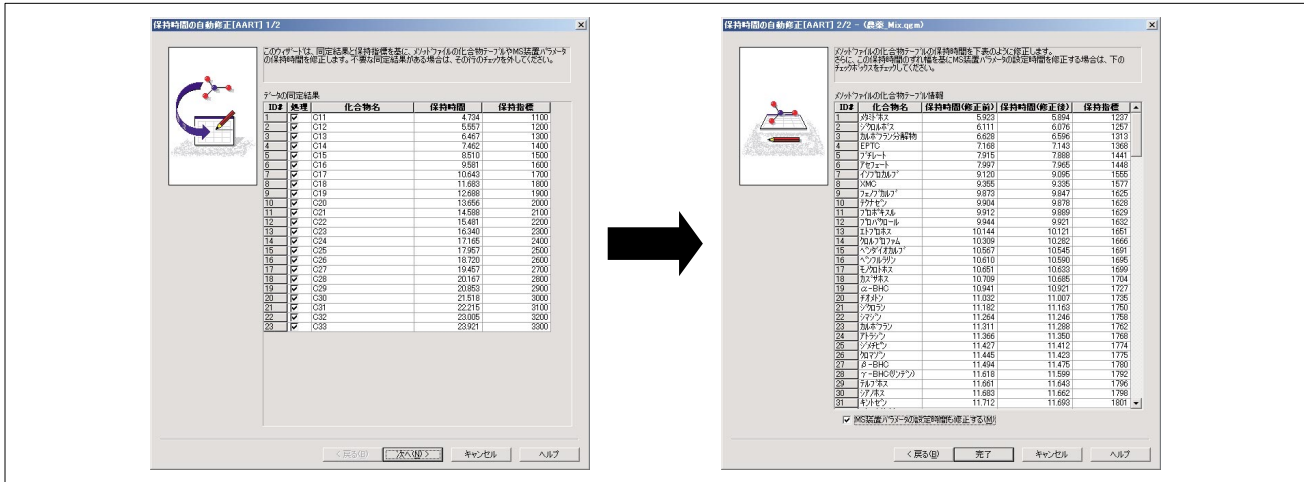


Fig.4 保持時間の自動修正(AART)機能の使用手順
Procedure of Automatic Adjustment of Retention Time (AART)

保持時間修正の精度

Precision of Retention Time Adjustment

食品中残留農薬向けメソッドパッケージでは、23種のn-アルカン混合標準液(C11~C33)を用いて保持時間を推測し修正します(Fig.6)。そのため、精度の高い保持時間修正が可能です。

保持時間修正のカラム間のバラツキを確認するため、本メソッドパッケージで使用しているRtx®-5MS(30 m×0.25 mm I.D. df=0.25 μm)の新品を6本用いて、登録されている200成分の保持時間を自動修正(AART)機能を用いて推測しました。その結果、6本のカラムでの実測値と推測値のずれは0~0.061 minの範囲に収まりました。

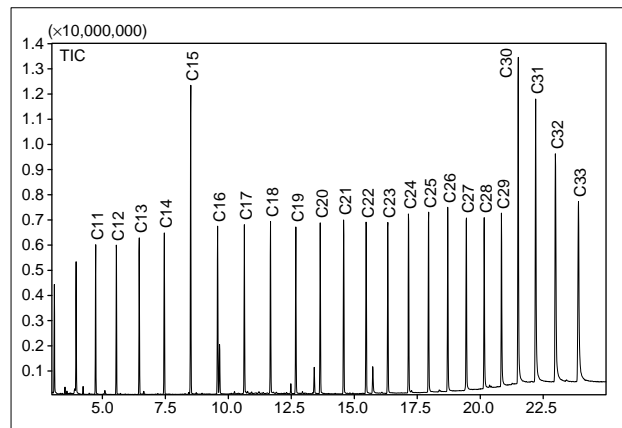


Fig.6 n-アルカン混合標準液のTIC
TIC of n-Alkanes Standard Solution

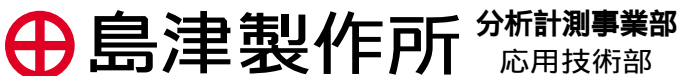
まとめ

Conclusion

分析や解析に必要な情報が既に登録されているメソッドパッケージを用いることで、立ち上げ時の煩雑な操作を省力化することができます。また、保持時間の自動修正(AART)機能と組み合わせることで保持時間の修正を容易にできることから、多成分一斉分析での解析作業の効率化が可能となります。

正(AART)機能と組み合わせることで保持時間の修正を容易にできることから、多成分一斉分析での解析作業の効率化が可能となります。

初版発行：2006年7月



島津分析コールセンター

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