

## GC-MS Application Datasheet No.31

## Twin Line GC-MSによる食品中残留農薬分析

食品中残留農薬のGC分析では、信頼性の高いデータを得るために、液相の異なるカラムによる確認試験が行われます。一方、GC-MS分析では、保持時間だけでなく $m/z$ を用いて確認が可能のため、通常、1種類のカラムのみで試験が行われています。しかし近年、農薬数の増加や検査対象の多様化に伴い、GC-MS分析においても、液相の異なるカラムを用いた信頼性の向上が求められています。

そこで、分岐素子や抵抗管を用いることなく2本のカラムを1台のMSに取り付けられる“Twin Line MSキット”を用いて、液相の異なる2種類のカラムによる食品中残留農薬分析を行いました。

## 実験

## 試験溶液の調製方法

実試料の分析における有効性を評価するために、ホウレン草、ニンジン、キャベツ、玄米、オレンジ、リンゴの6作物を、厚生労働省通知試験法である「GC/MSによる農薬等の一斉試験法(農作物)」<sup>[1]</sup>に準拠して試験溶液を調製しました。また、この試験溶液に農薬を0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ となるように添加しました。

## Twin Line GC-MS分析条件

以下の分析条件で、試験溶液の測定を行いました。カラム1とカラム2は、それぞれ専用の試料気化室を持ち、分析は交互に行いました。

GC-MS	:GCMS-QP2010 Ultra (Twin Line MSキット)	
カラム1	:Rtx-5MS (長さ 30 m, 0.25mm I.D., $df=0.25 \mu\text{m}$ )	
カラム2	:Rtx-OPPesticides2 (長さ 30 m, 0.25mm I.D., $df=0.25 \mu\text{m}$ )	
[GC]		
気化室温度	:250 °C	
カラムオープン温度	:50 °C(1min) →(25 °C/min) →125 °C →(25 °C/min) →300 °C(15 min)	
注入モード	:スプリットレス (サンプリング時間 1 min)	
高圧注入	:250 kPa(1.5 min)	
キャリアガス	:He	
制御モード	:線速度 (47.2 cm/sec)	
試料注入量	:2.0 $\mu\text{L}$	



[MS]			
インターフェース温度	:250°C	イオン源温度	:200°C
測定モード	:Scan	質量範囲	: $m/z$ 50-460
イベント時間	:0.5 秒	エミッション電流	:60 $\mu\text{A}$ (通常)

## &lt;Twin Line MSシステム&gt;

2本の異なるカラムの出口側をMSに同時に取り付けすることで、MSの真空を停止することなくスムーズに異なるカラムでのアプリケーションデータが採取可能となります。

2本のカラムの出口は直接、質量分析計のインターフェースに導入され、抵抗管を利用しないため、1本のカラムで使用していたメソッドと保持時間、保持指標をそのまま利用可能です。また吸着等の損失がなく、しかも大容量差動排気システムであるため、1本のカラムで使った場合の感度と同等の感度を得ることが可能です。

## 結果および考察

## カラムの選択

2種類のカラムを用いる場合、溶出パターンが異なる必要があるため、低極性カラムと中極性カラムを組み合わせることが妥当だと考えられます。また、同一のカラムオープンに2本のカラムを設置するので、両カラムの最高使用温度が300°C(昇温条件の最高温度)以上である必要があります。そこで、既報<sup>[2]</sup>を参考にしてRtx-5MS(330/350°C)とRtx-OPPesticides 2(310/330°C)を選択しました。

## 添加農薬ときょう雑成分との重なり

きょう雑成分の重なり方が2種類のカラムで異なっている例を図1, 2に示します。Fig. 1のRtx-OPPesticides2では、Fenvalerate-2が夾雑成分の影響を受けていますが、Rtx-5MSでは夾雑成分の影響を受けていません。Fig. 2のRtx-5MSでは、Triadimenol-1が夾雑成分の影響を受けていますが、Rtx-OPPesticides2では夾雑成分の影響を受けていません。

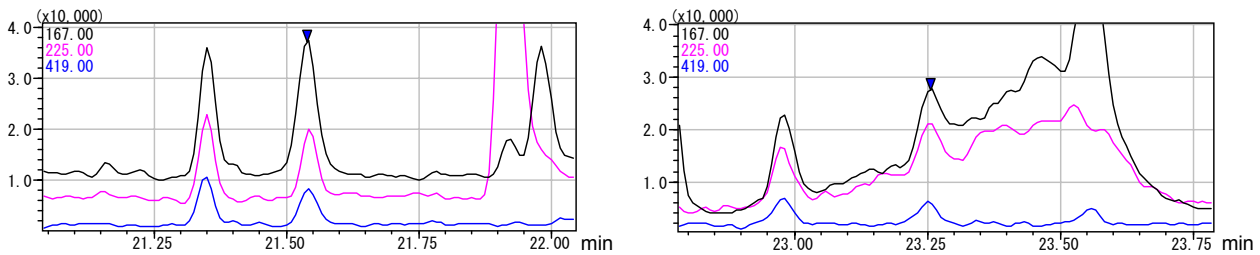


Fig. 1 オレンジ抽出液に添加したFenvalerate-2のマスククロマトグラム(左: Rtx-5MS, 右: Rtx-OPPesticides2)

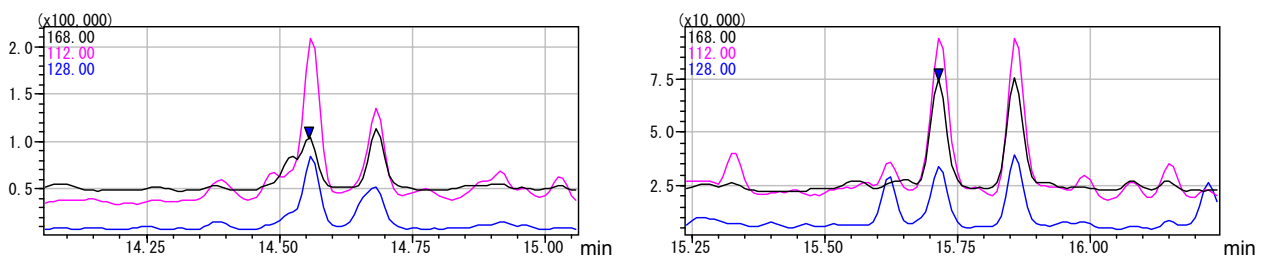


Fig. 2 玄米抽出液に添加したTriadimenol-1のマスククロマトグラム(左: Rtx-5MS, 右: Rtx-OPPesticides2)

## 実試料での農薬の検出確認

Fig. 3に示したように、Rtx-5MSでは、Captanの保持時間にきょう雑成分のピークが存在するため、Captanの有無を判断することが難しくなっています。ところが、Rtx-OPPesticides2ではCaptanの保持時間にきょう雑成分のピークが存在しないので、農薬の不検出が容易に判断できます。

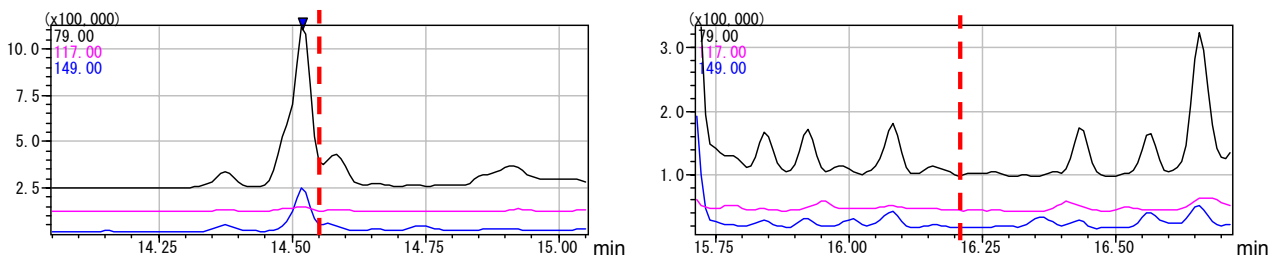


Fig. 3 玄米抽出液におけるCaptan保持時間のマスククロマトグラム(左: Rtx-5MS, 右: Rtx-OPPesticides2)

## 参考文献

- [1] 厚生労働省通知試験法； <http://www.mhlw.go.jp/topics/bukyoku/iyaku/syoku-anzen/zanryu3/3-001.html>
- [2] 上野, 大島, 斎藤, 松本；食衛誌, 41, 385-393(2001)

このデータ集は弊社が得た情報および内容のままにご提供するものであり、作成にあたり万全を期していますが、その正確性および特定の目的における有用性について保証するものではありません。弊社は、このデータ集の使用により直接的または間接的に生じたいかなる損害に対しても責任を負えないものであり、その使用により生じた結果および現象については使用者の責任とします。また、このデータ集の内容は将来予告なしに変更することがあります。

Copyright © 2011 Shimadzu Corporation. All right reserved.