

Application Data Sheet

No.57

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

GC-MS/MSを用いた加工食品中の 残留農薬分析

加工食品類の残留農薬分析では、夾雑物が多いため農産物を対象とした従来の分析法を適用することが困難な場合があります。そのような場合、夾雑物を取り除くために新たな前処理方法の検討が必要です。

本報では、レトルトカレーの残留農薬分析で、前処理に迅速性と簡便性から農産物に一般的に用いられているQuEChERS法を、夾雑物との分離には高選択性を有するGC-MS/MSをそれぞれ用いて検討しました。

実験

市販のレトルトカレーをQuEChERS法で前処理し得られた試料溶液に39種の農薬を、濃度が0.01 mg/Lとなるように添加し農薬添加試料を調製しました。調製した農薬添加試料をGC-MSとGC-MS/MSを用いてTable1に示す分析条件で測定しました。測定は、GC-MSはSIM (Selected Ion Monitoring) モードでGC-MS/MSはMRM (Multiple Reaction Monitoring) モードを用いました。

Table 1 分析条件

GC-MS	:GCMS-TQ8030	[MS]	
カラム	:Rxi-5Sil MS (長さ30m, 0.25mm I.D., df=0.25 μm)	インターフェース温度	:250°C
ガラスインサート	:スプリットレスインサートウール入り (PN:221-48876-03)	イオン源温度	:230°C
[GC]		測定モード	:MRM(下記参照)
気化室温度	:250°C		
カラムオープン温度	:50°C(1分)→(25°C/分)→125°C→(10°C/分)→300°C(15分)		
注入モード	:スプリットレス (高圧注入 250kPa, 1.5分)		
キャリアガス制御	:線速度 (47.2 cm/秒)		
注入量	:1 μL		

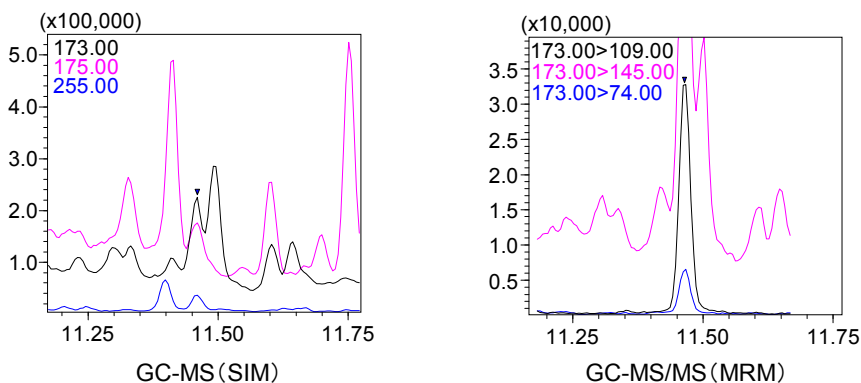
Compound Name	Retention Time	Quantitative Transition		Qualitative Transition 1		Qualitative Transition 2	
		Precursor>Product	CE	Precursor>Product	CE	Precursor>Product	CE
Mevinphos	7.621	192.0>164.0	5	192.0>127.0	10	192.0>109.0	26
Carbofuran	10.971	164.0>149.0	10	164.0>131.0	16	164.0>103.0	25
Simazine	11.007	201.0>173.0	6	201.0>186.0	6	201.0>138.0	12
gamma-HCH (Lindane)	11.298	219.0>183.0	6	219.0>145.0	20	219.0>181.0	8
Propyzamide	11.464	173.0>145.0	15	173.0>109.0	26	173.0>74.0	30
Diazinon	11.521	304.0>179.0	12	304.0>162.0	6	304.0>195.0	10
delta-HCH	11.838	219.0>183.0	10	219.0>145.0	22	219.0>147.0	22
Ametryn	12.748	227.0>185.0	8	227.0>170.0	12	227.0>212.0	10
Fenitrothion	13.070	277.0>260.0	6	277.0>109.0	18	277.0>125.0	16
Malathion	13.246	173.0>127.0	6	173.0>99.0	15	173.0>145.0	6
Thiobencarb	13.405	257.0>100.0	8	257.0>72.0	24	257.0>224.0	4
Fenthion	13.464	278.0>109.0	20	278.0>125.0	20	278.0>169.0	16
Parathion	13.532	291.0>109.0	15	291.0>137.0	6	291.0>142.0	5
Phthalide	13.726	243.0>215.0	18	243.0>179.0	26	243.0>144.0	40
Fosthiazate-1	13.824	195.0>103.0	8	195.0>139.0	5	195.0>167.0	5
Fosthiazate-2	13.873	195.0>103.0	8	195.0>139.0	5	195.0>167.0	5
Isofenphos	14.200	213.0>121.0	16	213.0>185.0	6	213.0>93.0	28
Procymidone	14.416	283.0>96.0	12	283.0>68.0	24	283.0>255.0	12
Dimepiperate	14.419	145.0>112.0	8	145.0>69.0	16	145.0>84.0	20
Tetrachlorvinphos	14.740	329.0>109.0	20	329.0>314.0	16	329.0>79.0	28
Flutolanil	15.080	173.0>145.0	16	173.0>125.0	26	173.0>95.0	28
Isoprothiolane	15.174	290.0>204.0	6	290.0>118.0	14	290.0>162.0	18
Myclobutanil	15.393	179.0>125.0	15	179.0>152.0	10	179.0>90.0	30
Chlorfenapyr	15.638	247.0>227.0	16	247.0>200.0	26	247.0>177.0	25
Triazophos	16.381	161.0>134.0	8	161.0>106.0	14	161.0>91.0	18
Bifenthrin	17.713	181.0>166.0	12	181.0>165.0	25	181.0>179.0	12
Fenpropathrin	17.892	265.0>210.0	12	265.0>172.0	14	265.0>89.0	26
Pyridaben	19.647	147.0>117.0	22	147.0>119.0	10	147.0>132.0	14
Cypermethrin-1	20.345	163.0>127.0	6	163.0>91.0	15	163.0>109.0	20
Cypermethrin-2	20.448	163.0>127.0	6	163.0>91.0	15	163.0>109.0	20
Cypermethrin-3	20.506	163.0>127.0	6	163.0>91.0	15	163.0>109.0	20
Flucythrinate-1	20.507	451.0>225.0	6	451.0>199.0	15	451.0>157.0	28
Cypermethrin-4	20.546	163.0>127.0	6	163.0>91.0	15	163.0>109.0	20
Flucythrinate-2	20.702	451.0>225.0	6	451.0>199.0	15	451.0>157.0	28
Fenvalerate-1	21.233	419.0>225.0	6	419.0>167.0	14	419.0>125.0	28
Fluvalinate-1	21.351	250.0>200.0	18	250.0>55.0	18	250.0>145.0	26
Fluvalinate-2	21.415	250.0>200.0	18	250.0>55.0	18	250.0>145.0	26
Fenvalerate-2 (Esfenvalerate)	21.435	419.0>225.0	6	419.0>167.0	14	419.0>125.0	28
Imibenconazole	23.008	375.0>260.0	22	375.0>306.0	8	375.0>271.0	18

分析結果

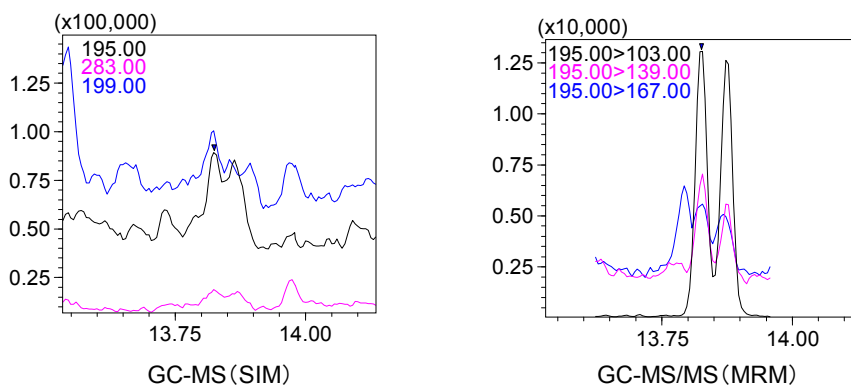
農薬添加試料(0.01 mg/L)を、GC-MSのSIMモードとGC-MS/MSのMRMモードでそれぞれ測定して得られたマスクロマトグラムをFig.1に示します。Fig.1のマスクロマトグラムから明らかなように、GC-MSのSIMモードでは一部の農薬で、夾雑物とピークが重なり、検出や同定することができませんでした。一方、GC-MS/MSのMRMモードでは、それらの農薬を選択的に検出し同定することができました。

レトルトカレーのような夾雑物が多い加工食品中の残留農薬分析では、GC-MS/MSが有効と考えられます。

Propyzamide



Fosthiazate-1,2



Isofenphos

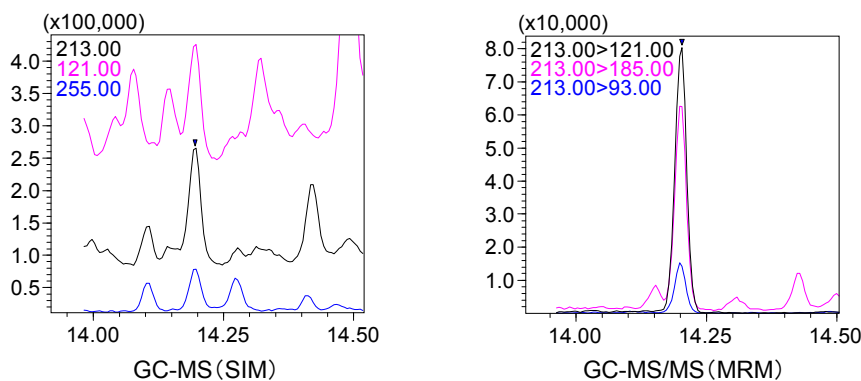


Fig. 1 各農薬0.01 mg/Lのマスクロマトグラム

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 © 2012 Shimadzu Corporation. All right reserved.