

Application Data Sheet

No.65

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

GC-MS/MSによるスキャン/MRMを用いた食品中の残留農薬分析 (2)

Scan/MRM Simultaneous Analysis of Residual Pesticides in Spinach Using GC-MS/MS (2)

GCMS-TQ8030は、スキャンとMRMのデータを同時に測定するスキャン/MRMモードを備えたGC-MS/MSです。スキャン/MRMモードを用いると、MRMによる高い選択性による高感度な分析を、スキャンによるマススペクトルを用いた定性分析を同時に行うことが可能です。これらの特長を生かし、MRMで正確な定量を行い、スキャンで得られたマススペクトルをシミュラリティ検索で定性することが可能です。本アプリケーションデータシートでは、QuEChERS法で処理した食品中の残留農薬をスキャン/MRMで測定を行い、スキャンのマススペクトルから化合物の確認を行った結果を紹介します。

実験

ほうれん草をQuEChERS法で前処理し得られた試料溶液に31種の農薬を、濃度が0.02 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/MSを用いてTable1に示す分析条件で測定しました。

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	:スキャン/MRM
気化室温度	:250°C	質量範囲	:m/z 45 – 500
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)	スキャンイベント時間	:0.05秒
注入モード	:スプリットレス (高圧注入 250kPa, 1.5分)	スキャンスピード	:10,000 u/秒
キャリアガス制御	:線速度 (47.2 cm/秒)		
注入量	:1 μL		

MRMモニタリング m/z

Compound Name	Quantitative Transition		Qualitative Transition 1		Qualitative Transition 2	
	Precursor>Product	CE (V)	Precursor>Product	CE (V)	Precursor>Product	CE (V)
Dimethoate	125>79	8	125>62	8	125>93	16
Simazine	201>173	6	201>186	6	201>138	12
gamma-HCH (Lindane)	219>183	6	219>145	20	219>181	8
Diazinon	304>179	12	304>162	6	304>195	10
delta-HCH	219>183	10	219>145	22	219>147	22
Chlorpyrifos-methyl	286>271	16	286>241	26	286>93	25
Parathion-methyl	263>109	15	263>246	6	263>136	8
Fenitrothion	277>260	6	277>109	18	277>125	16
Malathion	173>127	6	173>99	15	173>145	6
Chlorpyrifos	314>258	15	314>194	30	314>166	40
Fenthion	278>109	20	278>125	20	278>169	16
Pendimethalin	252>162	12	252>191	10	252>208	5
Isofenphos	213>121	16	213>185	6	213>93	28
Procyridone	283>96	12	283>68	24	283>255	12
Tetrachlorvinphos	329>109	20	329>314	16	329>79	28
Flutolanil	173>145	16	173>125	26	173>95	28
Isoprothiolane	290>204	6	290>118	14	290>162	18
Chlorfenapyr	247>227	16	247>200	26	247>177	25
Chlorobenzilate	251>139	15	251>111	28	251>138	28
Ethion	231>129	25	231>175	14	231>203	8
Hexazinone	171>71	18	171>85	16	171>101	12
Tebuconazole	250>125	25	250>153	12	250>163	10
Bifenthrin	181>166	12	181>165	25	181>179	12
Fenpropathrin	265>210	12	265>172	14	265>89	26
Tetradifon	356>229	12	356>159	14	356>161	15
Pyraclofos	360>194	15	360>139	16	360>97	25
Cypermethrin-1	163>127	6	163>91	15	163>109	20
Cypermethrin-2	163>127	6	163>91	15	163>109	20
Cypermethrin-3	163>127	6	163>91	15	163>109	20
Cypermethrin-4	163>127	6	163>91	15	163>109	20
Imibenconazole	375>260	22	375>306	8	375>271	18

分析結果

農薬添加試料(0.02 mg/L)をスキャン/MRMモードで測定し、得られたスキャンのトータルイオンカレントクロマトグラムとMRMのマスキロマトグラムをFig. 1に示します。また、Fig. 2にスキャンで測定されたマススペクトルとシミュラリティ検索でヒットした化合物およびマススペクトルを示します。

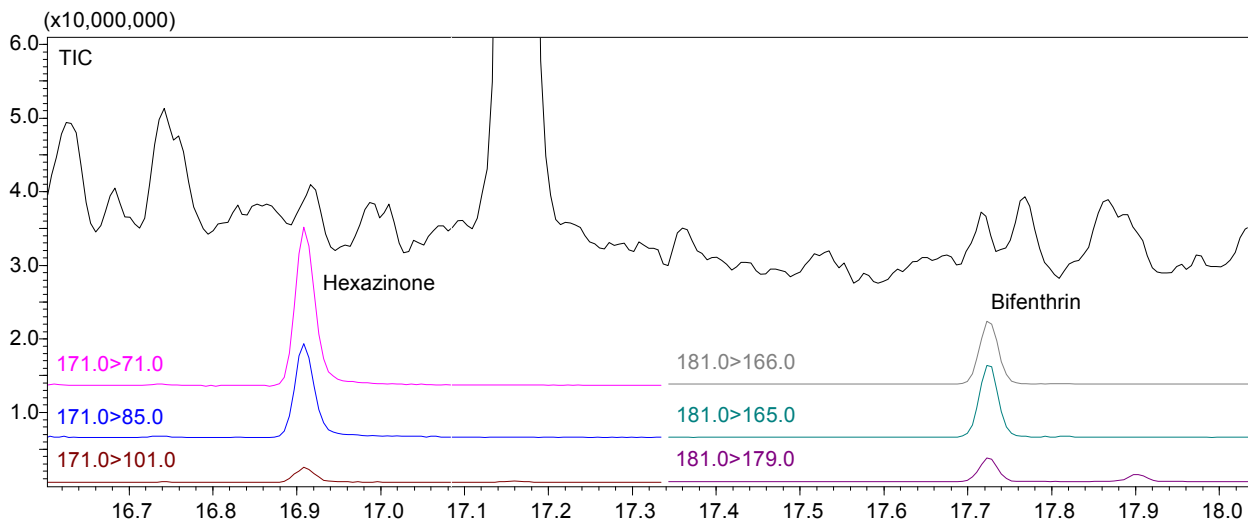


Fig. 1 農薬添加試料をスキャン/MRMで測定したクロマトグラム

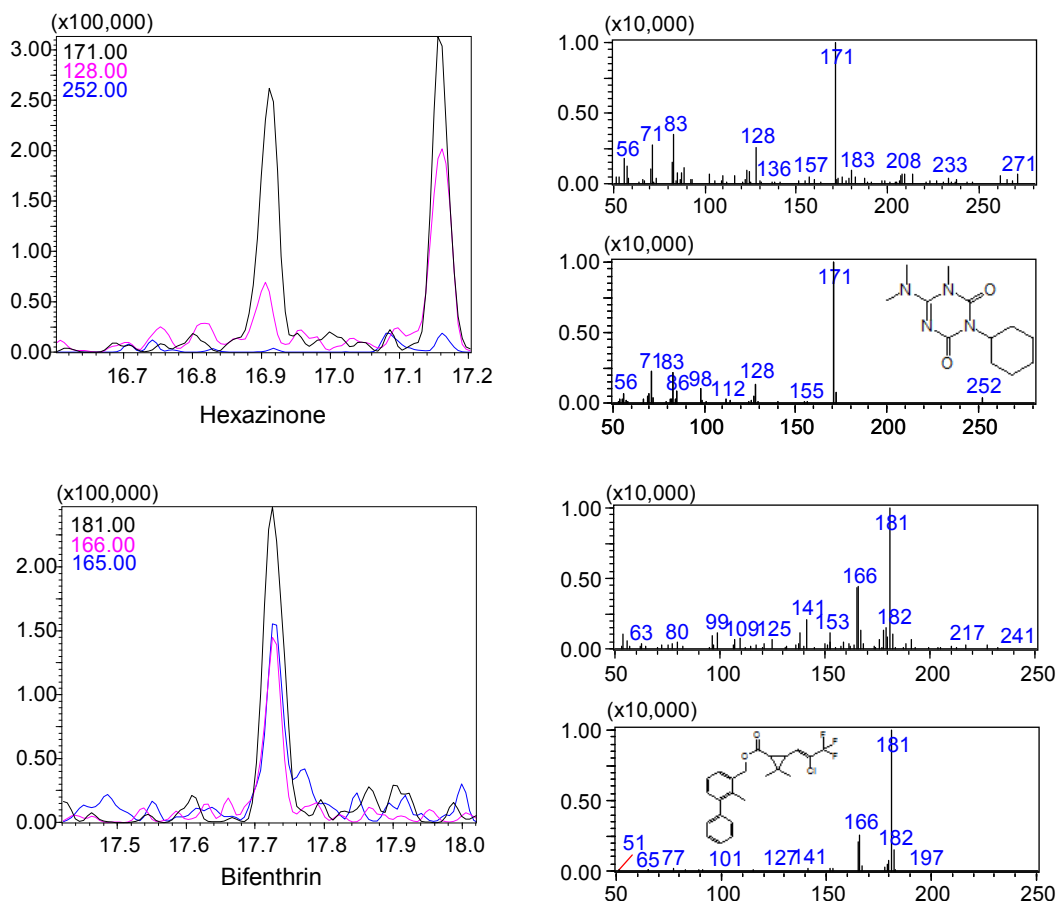


Fig. 2 各農薬のスキャンのマスキロマトグラムとマススペクトル
(上: 測定されたマススペクトル、下: ライブラリのマススペクトル)