

Application
Data Sheet

No. 71

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

GC-MS/MSを用いたQuEChERS法による
食品中残留農薬一斉分析

Analysis of residual pesticides in food using QuEChERS by GC-MS/MS

European Union Reference Laboratory (EURL)からGC-MS/MSとLC-MS/MSを用いた残留農薬分析の妥当性評価結果が報告されています¹⁾。その中で66農薬がGC-MS/MSでの測定が推奨されており、本データシートではそれらの農薬のGCMS-TQ8030による分析結果を紹介します。

実験

混合標準試料 (0.001~0.1 mg/L)、パプリカをQuEChERS法で前処理を施した溶液に農薬を添加した試料 (0.01 mg/L) をTable 1に示す分析条件で測定しました。

Table 1 分析条件

GC-MS	:GCMS-TQ8030		
カラム	:Rxi-5Sil MS (長さ30m, 0.25mm I.D., df=0.25 μm)		
ガラスインサート	:Sky Liner, Splitless Single Taper Gooseneck w/Wool (島津ジーエルシー, catalog# 567366)		
[GC]			[MS]
気化室温度	:250°C		インターフェース温度 :250°C
カラムオープン温度	:70°C(2分)→(25°C/分)→150°C→(3°C/分)→200°C→(8°C/分)→280°C(10分)		イオン源温度 :230°C
注入モード	:スプリットレス		測定モード :MRM (下記参照)
キャリアガス制御	:線速度 (58.1 cm/秒)		
注入量	:1 μL		

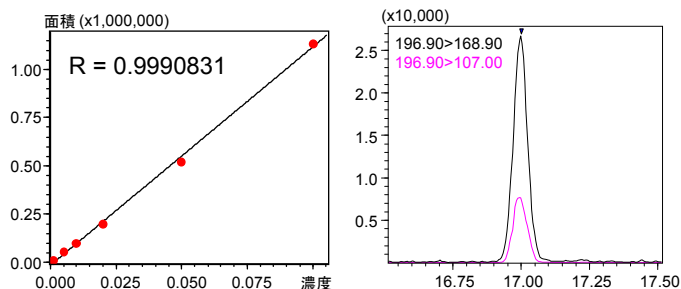
MRMモニタリングm/z

Compound Name	Quantitative Transition		Qualitative Transition		Compound Name	Quantitative Transition		Qualitative Transition					
	Precursor>Product	CE (V)	Precursor>Product	CE (V)		Precursor>Product	CE (V)	Precursor>Product	CE (V)				
Diphenylamine	169.10>77.00	26	169.10>115.10	30	Bupropfezin	172.10>57.10	18	105.10>104.10	4				
Ethoprophos	200.00>157.90	6	200.00>114.00	14	200.00>97.00	26	Bupirimate	273.10>193.20	8	273.10>108.00	18		
Chlorpropham	213.10>171.10	6	213.10>127.10	18	beta-Endosulfan	240.90>205.90	14	238.90>203.90	14				
Trifluralin	306.10>264.00	8	264.10>206.10	8	264.10>160.10	18	Oxadixyl	163.10>132.10	10	163.10>117.10	24		
Dicloran	206.00>176.00	12	206.00>124.00	26	176.00>148.00	12	Ethion	231.00>174.90	14	231.00>128.90	26		
Propyzamide	172.90>144.90	16	172.90>109.00	26	Endosulfan sulfate	386.90>252.90	10	386.90>216.90	26				
Chlorothalonil	265.90>230.90	14	265.90>167.90	24	263.90>167.90	24	Propiconazole-1	259.10>190.90	8	259.10>172.90	18	259.10>69.10	12
Diazinon	304.10>179.10	12	179.20>137.20	18	Propiconazole-2	259.10>190.90	8	259.10>172.90	18	259.10>69.10	12		
Pyrimethanil	199.10>184.10	14	199.10>158.10	14	Tebuconazole	252.10>127.00	24	250.10>125.10	24				
Tefluthrin	197.10>141.10	26	177.10>127.10	32	Iprodione	314.10>244.90	12	314.10>56.10	24				
Pirimicarb	238.20>166.10	10	166.10>96.00	14	Bromopropylate	340.90>184.90	18	182.90>154.90	16				
Chlorpyrifos-methyl	285.90>270.90	12	285.90>93.00	22	Bifenthrin	181.10>166.10	16	181.10>165.10	22	181.10>153.10	10		
Vinclozolin	212.10>172.00	14	212.10>144.90	26	Fenpropathrin	265.10>210.10	12	181.10>152.10	24	181.10>127.10	26		
Parathion-methyl	263.10>109.00	18	263.10>81.00	26	Fenazaquin	160.20>145.10	8	145.20>115.10	24	145.20>91.10	24		
Tolclofos-methyl	265.00>249.90	12	265.00>93.00	24	Tebuconazole	333.20>276.10	8	333.20>171.00	22				
Metalaxyl	206.20>162.10	8	206.20>132.10	18	Tetradifon	355.90>158.90	12	353.90>159.00	12	228.90>200.90	14		
Fenitrothion	277.10>125.00	18	277.10>109.00	18	Pyriproxyfen	182.00>138.00	8	182.00>111.00	18	182.00>102.10	18		
Pirimiphos-methyl	305.10>290.10	12	290.10>125.00	24	Cyhalothrin	181.10>152.10	24	163.10>127.00	14	163.10>91.00	22		
Dichlofuanid	332.00>167.10	6	224.00>123.00	12	Fenarimol	251.00>139.00	18	139.10>111.00	16				
Malathion	173.10>117.00	12	173.10>99.00	18	Acrinathrin	289.10>93.10	12	181.10>152.10	24	208.10>181.10	8		
Chlorpyrifos	196.90>168.90	14	196.90>107.00	26	Permethrin-1	183.10>168.10	12	183.10>153.10	18	183.10>115.10	24		
Fenthion	278.10>125.00	22	278.10>109.00	18	Pyridaben	147.20>132.10	14	147.20>117.10	22				
Parathion	291.10>109.00	14	291.10>81.00	26	Permethrin-2	183.10>168.10	12	183.10>153.10	18	183.10>115.10	24		
Tetraconazole	336.10>218.00	18	336.10>204.00	26	Cyfluthrin-1	206.10>151.20	24	163.10>127.10	6	163.10>91.00	14		
Pendimethalin	252.20>162.10	12	252.20>161.10	12	Cyfluthrin-2	206.10>151.20	24	163.10>127.10	6	163.10>91.00	14		
Cyprodinil	225.20>224.10	6	224.20>208.10	18	Cyfluthrin-3	206.10>151.20	24	163.10>127.10	6	163.10>91.00	14		
(E)-Chlorfenvinphos	323.10>266.90	14	267.00>159.00	18	Cyfluthrin-4	206.10>151.20	24	163.10>127.10	6	163.10>91.00	14		
Tolyfluanid	137.10>91.00	18	137.10>65.00	26	Cypermethrin-1	181.10>152.10	24	163.10>127.10	6	163.10>91.00	14		
Fipronil	367.00>227.90	26	367.00>212.90	26	Cypermethrin-2	181.10>152.10	24	163.10>127.10	6	163.10>91.00	14		
Captan	79.00>77.00	8	79.00>51.00	22	Cypermethrin-3	181.10>152.10	24	163.10>127.10	6	163.10>91.00	14		
(Z)-Chlorfenvinphos	323.10>266.90	14	267.00>159.00	18	Cypermethrin-4	181.10>152.10	24	163.10>127.10	6	163.10>91.00	14		
Phenthoate	274.10>125.00	18	274.10>121.10	12	Ethofenprox	163.20>135.00	10	163.20>107.10	18				
Folpet	147.10>103.10	10	147.10>76.00	26	Fenvalerate-1	125.10>99.00	22	125.10>89.00	22				
Procymidone	283.10>96.10	12	283.10>67.10	24	tau-Fluvalinate-1	250.10>200.10	16	250.10>55.00	18				
Methidathion	145.10>85.00	8	145.10>58.00	18	Fenvalerate-2	125.10>99.00	22	125.10>89.00	22				
alpha-Endosulfan	240.90>205.90	14	238.90>203.90	16	tau-Fluvalinate-2	250.10>200.10	16	250.10>55.00	18				
Mepanipyrim	222.20>220.10	8	222.20>193.10	26	Deltamethrin-1	252.90>93.10	18	181.10>152.10	24				
Profenofos	337.10>266.80	16	207.90>63.00	26	Deltamethrin-2	252.90>93.10	18	181.10>152.10	24				
Myclobutanil	179.10>152.00	8	179.10>125.00	16									
Flusilazole	233.10>165.10	18	233.10>152.10	18									

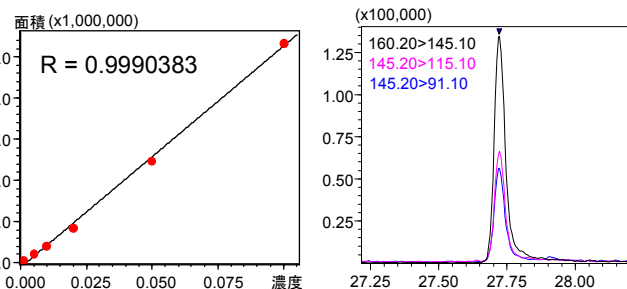
分析結果

混合標準試料(0.001~0.1 mg/L)を用いた各農薬の検量線、0.01 mg/L試料のマスキングマトグラムと農薬添加試料(0.01 mg/L)を用いた繰り返し面積再現性(n=6)の結果を示します。

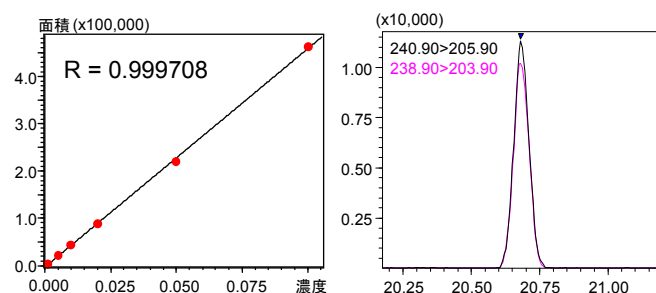
Chlorpyrifos



Fenazaquin



alpha-Endosulfan



Fenvalerate-1

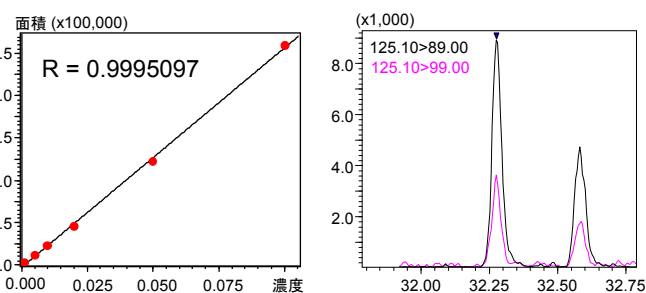


Fig. 1 各農薬の検量線と0.01 mg/L試料のマスキングマトグラム

Table 1 各農薬の繰り返し面積再現性 (n=6)

Compound Name	%RSD	Compound Name	%RSD	Compound Name	%RSD	Compound Name	%RSD
Diphenylamine	4.99	Chlorpyrifos	5.23	Buprofezin	4.92	Fenarimol	5.16
Ethoprophos	4.95	Fenthion	5.75	Bupirimate	5.47	Acrinathrin	2.03
Chlorpropham	6.26	Parathion	6.93	beta-Endosulfan	6.29	Permethrin-1	6.34
Trifluralin	5.33	Tetraconazole	6.96	Oxadixyl	5.74	Pyridaben	7.11
Dicloran	6.49	Pendimethalin	6.29	Ethion	6.18	Permethrin-2	6.24
Propyzamide	5.52	Cyprodinil	5.21	Triazophos	3.45	Cyfluthrin-1	4.44
Chlorothalonil	4.46	(E)-Chlorfenvinphos	5.35	Endosulfan sulfate	4.26	Cyfluthrin-2	3.77
Diazinon	5.45	Tolyfluanid	4.81	Propiconazole-1	6.02	Cyfluthrin-3	7.35
Pyrimethanil	3.18	Fipronil	6.76	Propiconazole-2	5.56	Cyfluthrin-4	8.19
Tefluthrin	5.13	Captan	5.74	Tebuconazole	7.59	Cypermethrin-1	8.58
Pirimicarb	5.00	(Z)-Chlorfenvinphos	5.52	Iprodione	1.72	Cypermethrin-2	3.71
Chlorpyrifos-methyl	5.27	Phenthoate	6.40	Bromopropylate	5.71	Cypermethrin-3	8.08
Vinclozolin	6.33	Folpet	6.56	Bifenthrin	5.29	Cypermethrin-4	2.48
Parathion-methyl	5.81	Procymidone	6.40	Fenpropathrin	4.00	Ethofenprox	5.03
Tolclofos-methyl	4.89	Methidathion	6.17	Fenazaquin	4.84	Fenvalerate-1	4.20
Metalaxyl	5.43	alpha-Endosulfan	6.27	Tebufenpyrad	5.62	tau-Fluvarlinate-1	2.16
Fenitrothion	5.10	Mepanipyrim	6.41	Tetradifon	6.09	Fenvalerate-2	5.65
Pirimiphos-methyl	5.35	Profenofos	5.92	Phosalone	5.90	tau-Fluvarlinate-2	2.14
Dichlofluanid	4.04	Myclobutanil	5.46	Pyriproxyfen	5.16	Deltamethrin-1	7.58
Malathion	6.31	Flusilazole	5.63	Cyhalothrin	5.38	Deltamethrin-2	7.32

参考文献

1) EURL-FV Multiresidue Method using QuEChERS followed by GC-QqQ/MS/MS and LC-QqQ/MS/MS for Fruits and Vegetables (European Reference Laboratory, 2010-M1)

株式会社 島津製作所

分析計測事業部 <http://www.an.shimadzu.co.jp/>

本資料の掲載情報に関する著作権は当社または原作者に帰属しており、権利者の事前の書面による許可なく、本資料を複製、転用、改ざん、販売等することはできません。掲載情報については十分検討を行っていますが、当社はその正確性や完全性を保証するものではありません。また、本資料の使用により生じたいかなる損害に対しても当社は一切責任を負いません。本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。

初版発行: 2012年12月
© Shimadzu Corporation, 2012