

Application Data Sheet

No.72

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 (3)

Scan/MRM Simultaneous Analysis of Residual Pesticides in foods Using GC-MS/MS (3)

トリプル四重極GC-MS/MSであるGCMS-TQ8030は、スキャンとMRMのデータを同時に測定できるスキャン/MRMモードを備えています。本データシートでは、スキャン/MRMモードを用い、ターゲットとする農薬はMRMデータで定量し、ターゲット以外の農薬はスキャンデータを一齐分析データベースソフトウェアに適用し半定量することを検討しました。

実験

評価には混合標準試料(0.001~0.1 mg/L)と、パプリカをQuEChERS法で前処理し得られた溶液に農薬を添加した試料(0.01 mg/L)を用いました。ターゲットに指定した農薬および各トランジションは、European Reference Laboratory¹⁾での妥当性評価結果で推奨されているものを使用しました。分析条件をTable 1に示します。

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]
 気化室温度 :250°C
 カラムオープン温度 :40°C(2分)→(8°C/分)→310°C(5分)
 注入モード :スプリットレス
 キャリアガス制御 :線速度 (40.0 cm/秒)
 注入量 :1 μL

[MS]
 インターフェース温度 :300°C
 イオン源温度 :200°C
 測定モード :スキャン/MRM
 イベント時間 :0.1秒、0.3秒
 スキャン質量範囲 :m/z 50 – 500
 スキャンスピード :5,000 u/秒

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	Buprofezin	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	Triazophos	161.10>134.10	8	161.10>106.10	14				
Chlorothalonil	265.90>230.90	14	265.90>167.90	24	263.90>167.90	24	Endosulfan sulfate	386.90>252.90	10	386.90>216.90	26		
Diazinon	304.10>179.10	12	179.20>137.20	18	Propiconazole-1	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	Propiconazole-2	259.10>190.90	8	259.10>172.90	18	259.10>69.10	12		
Tefluthrin	197.10>141.10	26	177.10>127.10	32	Tebuconazole	252.10>127.00	24	250.10>125.10	24				
Pirimicarb	238.20>166.10	10	166.10>96.00	14	lprodione	314.10>244.90	12	314.10>56.10	24				
Chlorpyrifos-methyl	285.90>270.90	12	285.90>93.00	22	Bromopropylate	340.90>184.90	18	182.90>154.90	16				
Vinclozolin	212.10>172.00	14	212.10>144.90	26	212.10>109.00	30	Bifenthrin	181.10>166.10	16	181.10>165.10	22	181.10>153.10	10
Parathion-methyl	263.10>109.00	18	263.10>81.00	26	Fenpropathrin	265.10>210.10	12	181.10>152.10	24	181.10>127.10	26		
Tolclofos-methyl	265.00>249.90	12	265.00>93.00	24	Fenazaquin	160.20>145.10	8	145.20>115.10	24	145.20>91.10	24		
Metalaxyl	206.20>162.10	8	206.20>132.10	18	Tebufenpyrad	333.20>276.10	8	333.20>171.00	22				
Fenitrothion	277.10>125.00	18	277.10>109.00	18	Tetradifon	359.90>159.00	12	328.90>200.90	14				
Pirimiphos-methyl	305.10>290.10	12	290.10>125.00	24	Phosalone	182.00>138.00	8	182.00>111.00	18	182.00>102.10	18		
Dichlofuanid	332.00>167.10	6	224.00>123.00	12	Pyriproxyfen	136.10>96.00	12	136.10>78.00	24				
Malathion	173.10>117.00	12	173.10>99.00	18	Cyhalothrin-4	181.10>152.10	24	163.10>127.00	14	163.10>91.00	22		
Chlorpyrifos	196.90>168.90	14	196.90>107.00	26	Fenarimol	251.00>139.00	18	139.10>111.00	16				
Fenthion	278.10>125.00	22	278.10>109.00	18	Acrinathrin	289.10>93.10	12	181.10>152.10	24	208.10>181.10	8		
Parathion	291.10>109.00	14	291.10>81.00	26	Permethrin-1	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	Pyridaben	147.20>132.10	14	147.20>117.10	22				
Pendimethalin	252.20>162.10	12	252.20>161.10	12	Permethrin-2	183.10>168.10	12	183.10>153.10	18	183.10>115.10	24		
Cyprodinil	225.20>224.10	6	224.20>208.10	18	Cyfluthrin-1	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-2	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	Cyfluthrin-3	206.10>151.20	24	163.10>127.10	6	163.10>91.00	14		
Fipronil	367.00>227.90	26	367.00>212.90	26	Cyfluthrin-4	206.10>151.20	24	163.10>127.10	6	163.10>91.00	14		
Captan	79.00>77.00	8	79.00>51.00	22	Cypermethrin-1	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-2	181.10>152.10	24	163.10>127.10	6	163.10>91.00	14		
Phentoate	274.10>125.00	18	274.10>121.10	12	Cypermethrin-3	181.10>152.10	24	163.10>127.10	6	163.10>91.00	14		
Folpet	147.10>103.10	10	147.10>76.00	26	Cypermethrin-4	181.10>152.10	24	163.10>127.10	6	163.10>91.00	14		
Procyimidone	283.10>96.10	12	283.10>67.10	24	Ethofenprox	163.20>135.00	10	163.20>107.10	18				
Methidathion	145.10>85.00	8	145.10>58.00	18	Fenvalerate-1	125.10>99.00	22	125.10>89.00	22				
alpha-Endosulfan	240.90>205.90	14	238.90>203.90	16	tau-Fluvalinate-1	250.10>200.10	16	250.10>55.00	18				
Mepanipyrim	222.20>220.10	8	222.20>193.10	26	Fenvalerate-2	125.10>99.00	22	125.10>89.00	22				
Profenofos	337.10>266.80	16	207.90>63.00	26	tau-Fluvalinate-2	250.10>200.10	16	250.10>55.00	18				
Myclobutanil	179.10>152.00	8	179.10>125.00	16	Deltamethrin-1	252.90>93.10	18	181.10>152.10	24				
Flusilazole	233.10>165.10	18	233.10>152.10	18	Deltamethrin-2	252.90>93.10	18	181.10>152.10	24				

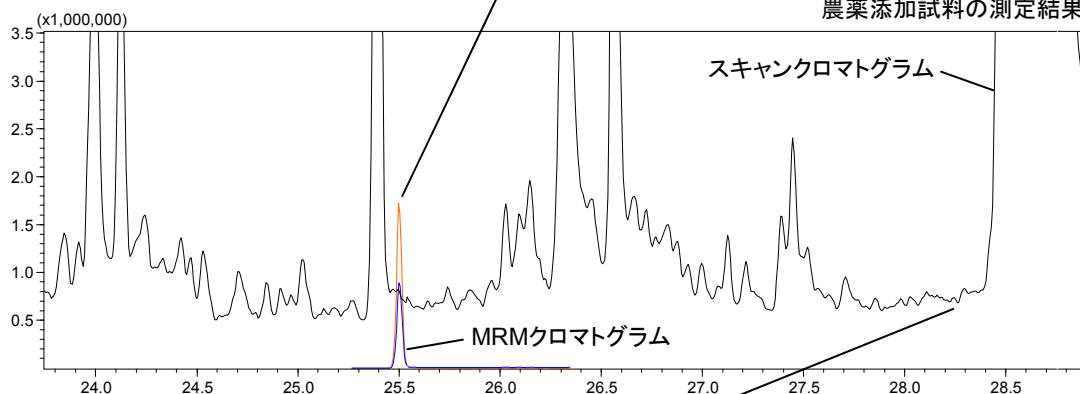
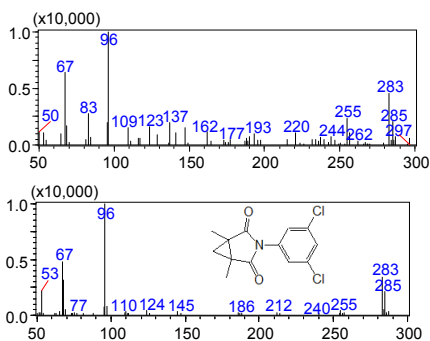
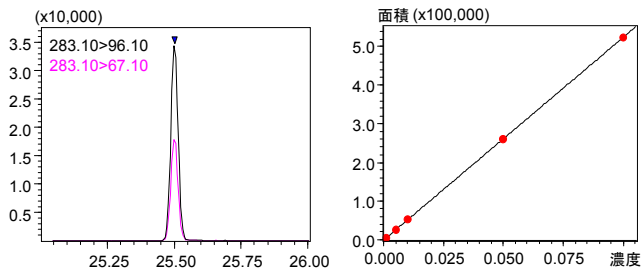
分析結果

混合標準試料(0.001~0.1 mg/L)と農薬添加試料(0.01 mg/L)をスキャン/MRMモードで分析した結果の一例をFig. 1示します。Fig. 1に示しますProcymidoneのように、ターゲットとした農薬については、MRMデータから検量線を作成し、厳密な定量を行うことができました。さらに、スキャンデータを同時に採取しているため、マススペクトルから農薬を確認できました。

その他の農薬については、一斉分析データベースソフトウェア(P/N:225-13106-91)を用いてデータ解析を行いました。一斉分析データベースソフトウェアには450を超える農薬の各種情報(マススペクトル、保持指標、検量線)が登録されており、標準試料を用いることなく、推測保持時間、マススペクトルから農薬を同定し、検量線から半定量値を算出することができます。今回の検討でも、Quinoxifenのようにターゲット以外の農薬を検出し半定量することが確認できました。

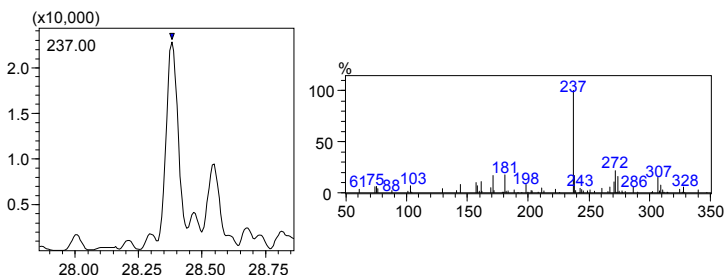
ターゲット化合物部の解析結果

Procymidone : 定量値 0.0098 mg/L



他の農薬のスクリーニング結果

Quinoxifen : 定量値 0.0134 mg/L



一斉分析データベースソフトウェアの登録情報を用いることで、化合物の同定、半定量の算出を行うことが可能

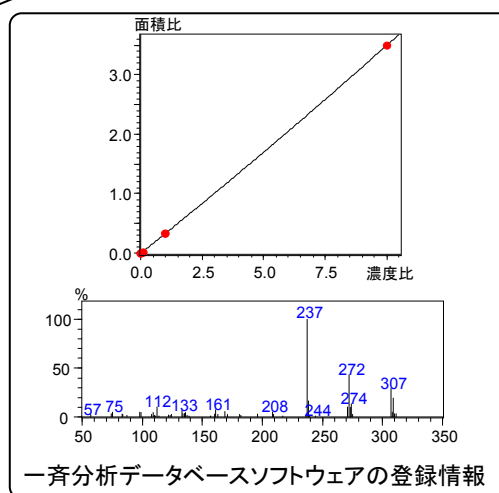


Fig. 1 スキャン/MRMIによる分析結果

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著者に帰属しており、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11月
© Shimadzu Corporation, 2012