

# Application Data Sheet

## No.92

### GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

## 2本のカラムによる食品中残留農薬の 簡易スクリーニング

Easy Screening for Residual Pesticides in Foods with Two Different Columns

近年、農薬数の増加や検査対象の多様化に伴い、食品中残留農薬のGC-MS分析では、迅速で精度の高いスクリーニングが求められています。

Quick-DBは478成分の農薬の各種情報(マススペクトル、保持時間、検量線)が登録されたデータベースで、標準試料を用いることなく、農薬を検出し、定量することができます。

Quick-DBで農薬が検出された場合、夾雑成分の影響について確認しておくことが精度の高いスクリーニングに有効です。確認の方法として、異なる2つのカラムで確認する方法が挙げられます。この際、2本のカラムを同時に1台のGC-MSに装着できるTwin Line MSシステムが有効です。Quick-DBは分離パターンの異なる2つのカラムに対応した情報が登録されており、Twin Line MSシステムにも適用可能です。

本データシートでは、Quick-DBをTwin Line MSシステムに適用し、食品中残留農薬のスクリーニングを行いました。

### 実験

Restek社のQ-sep™を使用して、QuEChERS法で市販のオレンジと大豆を前処理し、得られた試料溶液に138種の農薬を濃度が10 ng/mLとなるように添加しました。調製した農薬添加試料を、Quick-DBに登録されている分析条件でスキャン/SIM分析しました。検出頻度の高い成分をSIMモードで高感度に分析し、検出頻度の低い成分に関しても、スキャンモードで網羅的に分析しました。分析条件をTable 1に示します。農薬成分の保持時間はn-alkane標準試料の分析結果を基に推測しました。

Table 1 分析条件

GC-MS:	GCMS-QP2010 Ultra (Twin Line MSシステム)		
カラム1:	Rxi-5Sil MS (長さ30m, 0.25mm I.D., df=0.25 μm) (島津ジーエルシー, P/N:13623)		
カラム2:	Rtx-200MS (長さ30m, 0.25mm I.D., df=0.25 μm) (島津ジーエルシー, P/N:15623)		
ガラスインサート:	Sky Liner, Splitless Single Taper Gooseneck w/Wool (島津ジーエルシー, P/N:567366)		
[GC]		[MS]	
気化室温度:	250 °C	インターフェース温度:	300 °C
カラムオープン温度:	60 °C(1分)→(25 °C/分)→160 °C→(4 °C/分)→ 240 °C→(10 °C/分)→290 °C(11分)	イオン源温度:	200 °C
注入モード:	スプリットレス	溶媒溶出時間:	1.5 min
高圧注入:	250 kPa(1.5 min)	測定モード:	FAAST (スキャン/SIM同時測定)
キャリアガス制御:	線速度 (40.0 cm/秒)	Scan質量範囲:	m/z 50-600
注入量:	2 μL	Scanイベント時間:	0.15秒
		Scanスピード:	5,000 u/秒
		SIMイベント時間:	0.3秒

#### <Twin Line MSシステム>

2つの気化室にそれぞれ取り付けられた2本の異なるカラムの出口側をMSに同時に取り付けることで、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データが採取できます。(分析にはどちらか一方のカラムを使用し、使用しないカラムにはHeガスを少量流してカラムの劣化を防ぎます。)

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ます。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本のカラムで使用した場合の感度と同等の感度を得ることが可能です。



注) Quick-DBを用いた定量値は内部標準との相対的強度比を利用した推測値になります。正確な定量値が必要な場合は、必ず検量線を作成する手法で定量作業を実施願います。

## 分析結果

農薬を添加した食品抽出液を分析しQuick-DBでデータ処理した結果の一部をFig. 1-3に示します。CarbarylとAldrinはRxi-5Sil MSでは夾雑成分ピークが農薬ピークに重なっています。そのためQuick-DBを用いた定量値が添加量(10.0 ng/ml)より大きくなっています。一方、Rtx-200MSでは夾雑成分の影響を受けないため添加量に近い定量値が得られています。また、Pyrimethanilのように夾雑成分の影響を受けない農薬においても2本のカラムで確認することによってスクリーニングの信頼性が向上します。

以上の結果より、Twin Line MSシステムを食品中残留農薬分析に適用することで、QuEChERS法など簡易前処理試料や加工食品などの夾雑成分が多い試料に関する信頼性の高い分析ができました。このことは、Quick-DBで定量する場合にも重要です。

### Carbaryl

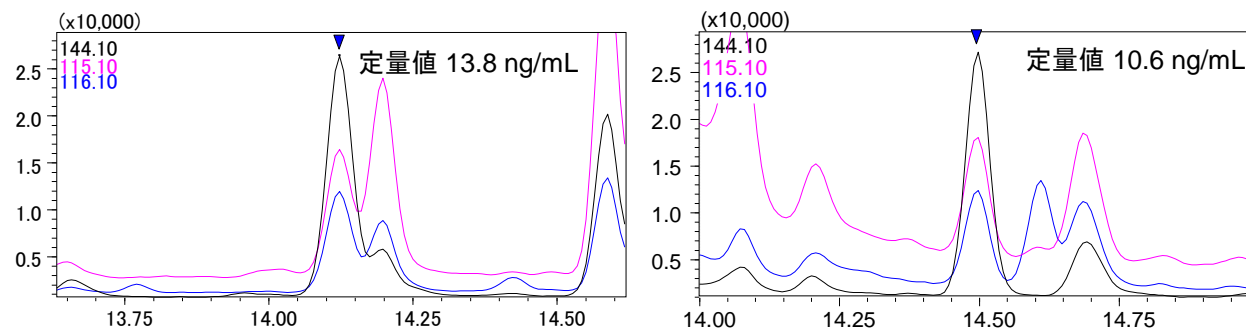


Fig. 1 大豆抽出液に添加したCarbaryl (10 ng/mL)のマスクロマトグラム(左: Rxi-5Sil MS、右: Rtx-200MS)

### Aldrin

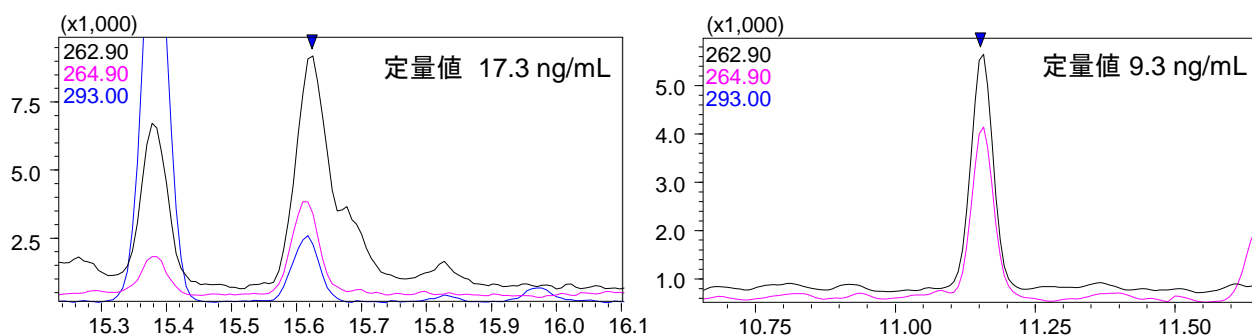


Fig. 2 オレンジ抽出液に添加したAldrin (10 ng/mL)のマスクロマトグラム(左: Rxi-5Sil MS、右: Rtx-200MS)

### Pyrimethanil

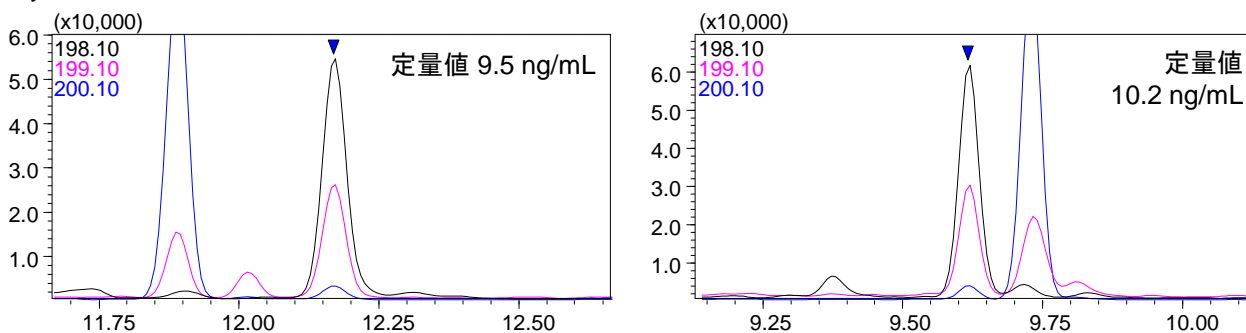


Fig. 3 大豆抽出液に添加したPyrimethanil (10 ng/mL)のマスクロマトグラム(左: Rxi-5Sil MS、右: Rtx-200MS)