

# Application Data Sheet

## No.96

### GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

## 食品中残留農薬420成分のGC-MS/MSによる一斉分析法の検討

Consideration of multicomponent analysis with GC-MS/MS for 420 Residual Pesticides in Foods

食品中残留農薬の分析には、感度と選択性に優れたGC-MS/MSが用いられます。その対象となる農薬数は、近年では300~400成分にも及んでいます。このような多数の農薬を分析するには、検出感度の問題やMRMメソッド作成の複雑さから、対象農薬を複数のメソッドに分割し、全成分を分析するために複数回測定する必要があります。そのため、分析数が多くなり、検査ラボのスループットが悪化し、生産性の低下の原因となっています。

GCMS-TQ8040では、新しいファームウェア・プロトコルによる1分析で最大32,768トランジションのMRM分析を実現し、GCMSsolutionのメソッド作成機能“Smart MRM<sup>®</sup>”によって化合物毎に最適な測定時間を自動設定することで、高感度・高精度な多成分一斉分析を実現しています。

また、約480成分の農薬が登録されている“Smart Pesticides Database”を用いることで、煩雑なトランジションの設定を行うことなくMRM分析を始めて頂けます。このデータベースには保持指標も登録されており、n-アルカンを1回分析するだけで保持時間の修正が可能です(AART機能)。修正された保持時間を用いることで、標準試料を分析することなくMRMメソッド作成に進むことが可能です。

本データシートでは、“Smart Pesticides Database”および“Smart MRM”を使用して、420成分(約1200トランジション)の一斉分析法について検討しました。

### 実験

Restek社のQ-sep<sup>™</sup>を使用して、QuEChERS法で市販のハウレンソウを前処理し、得られた試料溶液に農薬を濃度が5 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、“Smart Pesticides Database”に登録されている分析条件で420成分のMRM一斉分析を行いました。分析条件をTable 1に示します。各農薬の保持時間はn-アルカンを分析し、AART機能を用いて修正しました。

Table 1 分析条件

GC-MS:	GCMS-TQ8040		
カラム:	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)		
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:	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)	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 分
高圧注入:	250 kPa(1.5 min)	測定モード:	MRM
キャリアガス制御:	線速度 (47.2 cm/秒)	ループタイム:	0.5 秒
注入量:	2 μL		

### 分析結果

マラチオン、トリフロキシストロビン及びフェンブコナゾールのマスクロマトグラムをFig.1に、420成分のうち240成分の繰り返し面積再現性(n=5)をTable 2に示します。“Smart MRM”を用いて適切なMRM分析メソッドを作成することで、420成分の一斉分析においても、良好な感度および精度で分析が可能です。

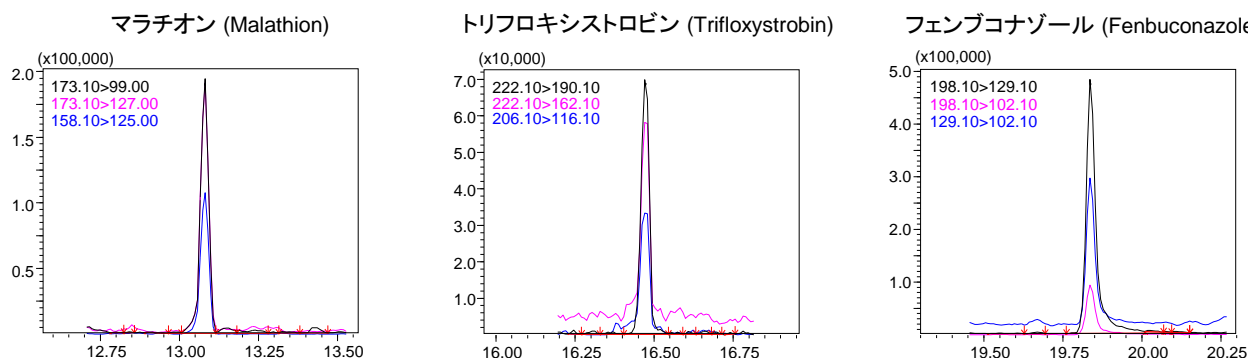


Fig. 1 各農薬のマスクロマトグラム

Table 2 240成分の繰り返し面積再現性(n=5)

化合物名	%RSD	化合物名	%RSD	化合物名	%RSD	化合物名	%RSD
ジクロロホス	6.37	プロパニル	1.78	フェノチオカルブ	2.83	ヒリダフェンチオン	3.17
ジクロロベニル	2.87	アセトクロール	3.83	alpha-エンドスルファン	13.10	イプロジオン	8.59
EPTC	2.28	プロモブチド	4.15	ブタホス	4.96	アセタフリド	7.64
ブチレート	2.55	クロルヒリホスメチル	2.91	フルトリアホール	5.72	ホスメット	10.86
エトリジアゾール	8.94	ピンクロゾリン	3.91	フェナミホス	6.49	ビフェントリン	6.12
メタクリホス	3.84	パラチオンメチル	6.53	ナプロハミド	8.75	EPN	7.46
クロチアニジン	9.96	トルクロホスメチル	2.70	フルトラニル	6.05	プロモプロピレート	3.29
クロロネブ	3.36	シメコナゾール	4.94	ヘキサコナゾール	8.09	ヒコリナフェン	3.06
クリミジン	3.31	アラクロール	4.17	プロチオホス	3.47	フェメシカルブ	5.28
オルトフェニルフェノール	2.74	シメトリン	3.24	フルジオキシニル	2.39	ビフェナゼート	3.52
イソプロカルブ	4.68	メタラキシル	2.51	イソプロチオラン	4.10	エキサゾール	7.00
テクナゼン	3.66	フェンクロホス	2.94	プレチラクロール	3.01	フェンプロハトリン	6.37
オトエート	6.96	プロトリン	4.12	プロフェノホス	2.96	フェンアミドン	2.31
プロホキシル	9.13	ヒリミホスメチル	3.14	トリンクラーゾール	5.31	テブフェンピラト	6.29
プロハクロー	2.73	フェントロチオン	4.47	ウニコナゾール	3.63	ビフェノックス	7.37
エトプロホス	2.55	エトメセート	4.15	オキサジナゾン	2.86	フラムビル	4.71
エタルフルラリン	3.83	(E)-ジメチルピホス	4.82	チフルサミド	5.38	テトラジホス	7.80
クロルプロファミ	3.21	プロマシル	7.35	トリブホス	2.04	ヘントキサジン	5.03
トリフルラリン	5.56	エスプロカルブ	3.06	マイクロタニル	2.62	ホサロン	8.42
ジクロホス	5.78	マラチオン	7.44	フルシラゾール	6.76	レプトホス	4.31
ペンフルラリン	5.09	キノラミン	6.49	オキシフルオルフェン	12.31	アジンホスメチル	4.17
サリチオン	2.10	メトラクロー	1.79	ブピリメート	3.78	シハロリン-1	9.01
スルホテップ	3.61	クロルヒリホス	3.63	ブプロフェジン	5.30	シハロリン-2	8.68
モノクロホス	5.44	チオベンカルブ	7.20	クレソキシムメチル	2.86	シハロホップチル	1.48
カスサホス	3.25	(Z)-ジメチルピホス	2.82	カルホキシ	3.94	メフェナセット	4.52
ホレート	1.99	ジエトフェンカルブ	2.10	ジクロプロトラゾール	4.21	ヒラゾホス	5.85
alpha-BHC	4.14	フェンチオン	6.45	(Z)-メミノストロピン	6.00	フェナリモル	4.05
チオメト	3.57	クロルタールシメチル	3.06	アザコナゾール	2.75	アジンホスエチル	3.58
ジクロラン	6.15	フェンプロピモル	4.62	シフルフェナミド	9.37	ヒラクロホス	7.94
ジメトエート	5.51	ハラチオン	8.92	クロルフェナビル	7.41	フェメキサプロップエチル	9.11
アラゾール	2.52	トリアジメホス	3.61	イソキサチオン	9.27	フルキンコナゾール	11.11
カルボフラン	8.29	テトラコナゾール	6.35	(Z)-ヒリミノハックメチル	2.59	ヒリダベン	5.75
シマジン	4.30	イソカルホホス	8.27	クロルベンシレート	1.33	ブタフェナシル	4.30
アトラジン	1.34	ニロタールイソプロピル	6.41	フェンスルホチオン	6.20	エトベンザニド	2.99
ジメチピホ	8.14	フサライド	5.64	beta-エンドスルファン	7.09	フェンコナゾール	2.93
スウェップ	3.23	プロモホス	3.73	ジニコナゾール	3.46	シハロメリン-1	14.35
beta-BHC	1.62	ホスチアゼート-1	5.22	オキサジキシル	4.14	シハロメリン-2	9.04
クロルプロファミ	7.21	ホスチアゼート-2	8.17	エチオン	3.10	シハロメリン-3	9.50
クロマゾン	3.10	ペンティメタリン	6.83	フルアクリリム	3.59	シハロメリン-4	9.03
キントゼン	2.85	(E)-クロルフェンピホス	3.27	メプロニル	1.35	ハルフェンロック	4.03
プロハジン	6.04	シプロジニル	4.35	トリアゾホス	6.34	フルシトリネート-1	7.57
gamma-BHC	4.52	フィプロニル	6.31	クロルニトロフェン	5.56	フルシトリネート-2	7.78
テルブホス	2.88	ジメタトリン	2.44	カルホフェノチオン	3.72	キサロホップエチル	5.45
シアホス	4.00	ベンコナゾール	4.01	シアノフェノホス	4.13	エトフェンロック	4.39
ホノホス	5.74	クロゾリネート	10.85	トリフロキシストロピン	2.52	シラフルオフェン	1.71
プロピサミド	1.97	トリフルアルニド	5.13	エティフェンホス	7.31	フルリト	2.51
ピロキロン	4.53	イソフェンホス	2.82	ナルフルラジン	4.58	ヒリジフェン	4.83
ダイアゾン	3.33	フェントエート	3.43	プロピコナゾール-1	7.77	フルミオキサジン	13.53
ヒリメタニル	3.55	キナルホス	7.29	プロピコナゾール-2	7.45	フェンハレレート-1	7.70
イサゾホス	3.89	チアベンダゾール	3.55	キノキシフェン	2.34	フェンハレレート-2	5.06
テフルトリン	2.58	ジメヒペレート	2.29	(E)-ヒリミノハックメチル	0.69	ヒラクロストロピン	3.40
ターバシル	6.73	プロシミド	1.15	エンドスルファンスルファート	12.96	ジフェノコナゾール-1	9.02
エトリムホス	3.20	プロモホスエチル	1.78	レナシル	2.35	ジフェノコナゾール-2	3.94
delta-BHC	7.35	メチダチオン	2.84	クロリダゾン	7.76	イントキサカルブ	13.62
トリアレート	4.62	クロルベンシド	3.44	テブコナゾール	5.87	アゾキシストロピン	8.90
テブピリムホス	3.79	プロハホス	7.33	ヒプロニルプロキシド	3.48	ジメトモルフ-1	6.48
イプロベンホス	2.12	テトラクロルピホス	6.45	エホキシコナゾール	0.42	ジメトモルフ-2	7.81
ペノキサコール	9.77	トリクラミド	13.53	ゾキサミド	7.71	トルフェンピラト	5.71
ジクロフェンチオン	2.62	ハクプロトラゾール	3.63	ヒリフチカルブ	5.85	イメベンコナゾール	7.03
ジメテナミド	2.55	ブタクロー	4.03	クロムキシフェン	4.34	シニコエチル	10.40