

Application Data Sheet

No. 107

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

GC-MS/MSによる農作物中の残留農薬 477成分一斉分析法の検討(2)

Simultaneous Analysis of 477 Residual Pesticides in Agricultural Crops
using GC-MS/MS - Part 2

アプリケーションデータシートNo.106にて、Smart MRMで作成した測定プログラムを用いることで、477成分の一斉分析においても高感度・高精度に分析可能であることを示しました。しかし、選択性の高いMRM分析を用いても、マトリックスの妨害を回避できないケースが見られました。そこで本データシートでは、汎用的な5% フェニル/95% メチルポリシロキサンのカラムに加え、分離特性の異なるトリフルオロプロピルメチルポリシロキサンのカラムを使用した分析結果を紹介します。

これらのカラムは、Twin Line MSシステムを用いることで、一つのGC-MS/MSに2つのカラムを同時に据え付けることが可能であり、真空を止めてカラムを交換することなく、それぞれのカラムを用いた連続分析を可能とします。

実験

大豆、オレンジ、玄米、ホウレンソウを試料として残留農薬分析の前処理手順で処理し、GPCクリーンアップシステム（島津製作所）で精製してマトリックス溶液を調製しました¹⁾。調製したマトリックス溶液に濃度が5 ppb（内部標準物質は200 ppb）となるように477成分（内部標準物質含む）をスパイクして測定試料液（試料濃度：1 g/mL）としました。内部標準物質には農薬サロゲート19種^{*1}を使用しました。

装置はGCMS-TQ8040のTwin Line MSシステムを用いて、Table 1の分析条件にて測定しました。トランジションは成分ごとに定量用及び確認用の2つ設定し、Smart MRMで測定プログラムを自動作成しました。

Table 1 分析条件

GC-MS:	GCMS-TQ8040 (Twin Line MSシステム)		
カラム1:	SH-Rxi-5Sil MS (長さ30m, 0.25mm I.D., df=0.25 μm) (島津ジーエルシー, P/N:221-75954-30)		
カラム2:	SH-Rtx-200MS (長さ30m, 0.25mm I.D., df=0.25 μm) (島津ジーエルシー, P/N: 221-75811-30)		
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 min)→(25 °C/min)→160 °C→(4 °C/min) →240 °C→(10 °C/min)→290 °C (11 min)	イオン源温度:	200 °C
注入モード:	スプリットレス	測定モード:	MRM
高圧注入:	250 kPa(1.5 min)	ループタイム:	0.4 秒
キャリアガス制御:	線速度 (40.0 cm/秒)	要求処理時間:	0.3 分
注入量:	2 μL		



Fig. 1 GCMS-TQ8040とTwin Line MSシステム

結果

カラム1及びカラム2を用いた分析結果をFig. 2、Fig. 3に示します。カラム1ではマトリックスの妨害のために、農薬のピークが正しく検出されなかった農薬が、カラム2を用いることでマトリックスを分離でき、正確に検出することができました。また、カラム2を用いた場合でも精度の高い分析結果が得られました。

カラム1のデータにてピークが検出された際に、カラム2のデータを解析することで、農薬のピークであるかどうか確認することができます。

1) E. Ueno, et al., *J. AOAC INT.* **87**, (2004) 1003-1015

*1 ジクロロボス-*d*₆, アセフェート-*d*₆, ダイアジノン-*d*₁₀, イプロベンホス-*d*₇, カルバリル-*d*₇, フェニトロチオン-*d*₆, リニュロン-*d*₆, メトラクロール-*d*₆, クロルピリホス-*d*₁₀, ジエトフェンカルブ-*d*₇, ホスチアゼート-*d*₅, ペンディメタリン-*d*₅, チアベンダゾール-¹³C₆, イマザリル-*d*₅, イソプロチオラン-*d*₄, イソキサチオン-*d*₁₀, EPN-*d*₅, エトフェンプロックス-*d*₅, エスフェンバレレート-*d*₇

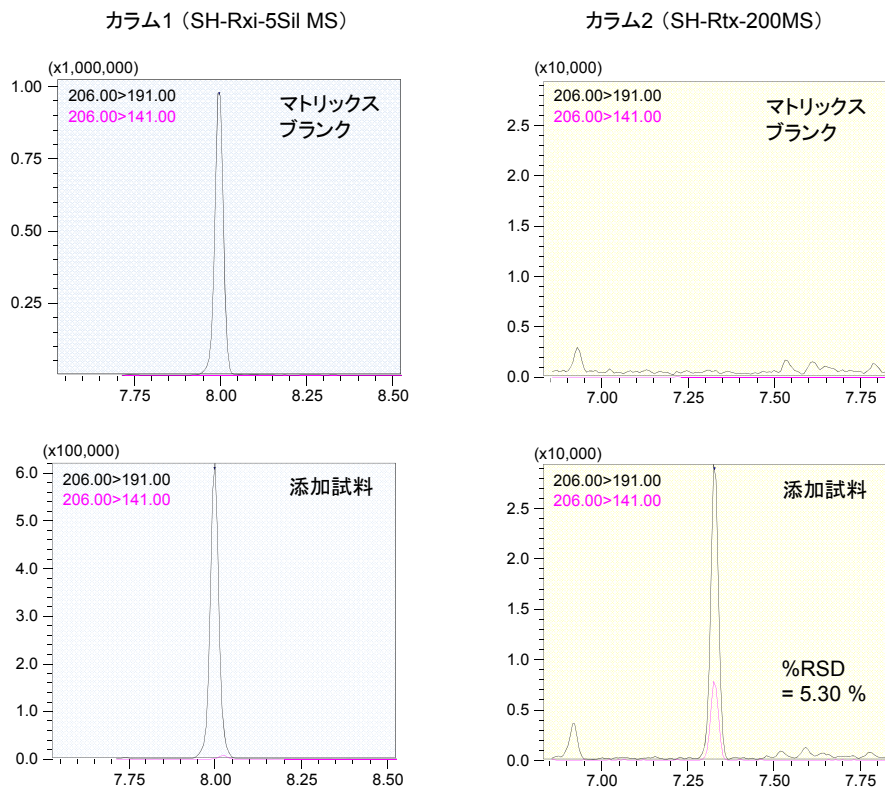


Fig. 2 大豆試料内のクロロネブのカラム1(左)、カラム2(右)を用いたMRMクロマトグラム

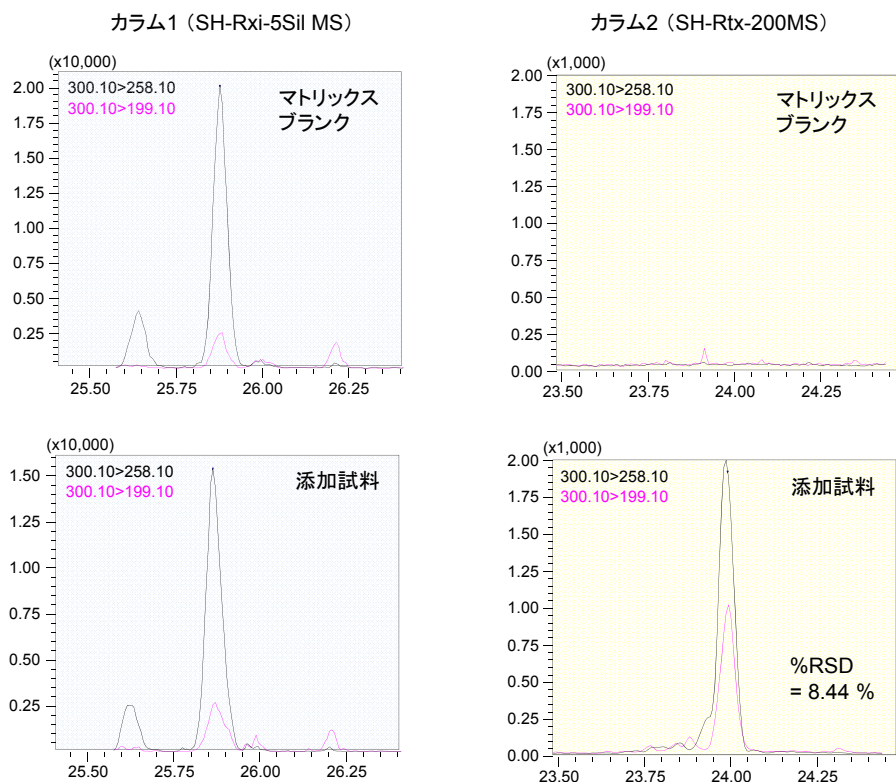


Fig. 3 玄米試料内のピフェナゼートのカラム1(左)、カラム2(右)を用いたMRMクロマトグラム

(公財) 科学技術交流財団「知の拠点あいち」重点研究プロジェクト/ 食の安心・安全技術開発プロジェクトにおいて得られたデータをもとに作成しました。

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。