

Application
 Data Sheet

No. 109

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

 GC-MS/MSを使用した食品中の
 多環芳香族炭化水素類(PAHs) 分析

 Analysis of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons(PAHs) in Foods Using
 GC-MS/MS

2009年にコーデックス委員会は燻製食品などに含まれる多環芳香族炭化水素類(polycyclic aromatic hydrocarbons ; PAHs)に対し、“燻製及び直接乾燥工程における食品の多環芳香族炭化水素類汚染の低減に関する実施規範”を公表しました。また、欧州、カナダ、韓国や中国などは、食品中のBenzo[a]pyreneについて基準値を設定しています。

本アプリケーションデータシートでは、GC-MS/MSを用いて経節に含まれるPAHsの分析結果を報告します。

実験

経節を前処理して得られた抽出液をTable1に示します分析条件で測定しました。MS/MSの測定条件はGCMSsolutionのSmart MRMを用いて自動作成しました。

Table1 分析条件

GC-MS/MS:	GCMS-TQ8040	
カラム:	Rxi-PAH (長さ60m, 0.25mm I.D., df= 0.1 µm 島津ジーエルシー P/N:49317)	
ガラスインサート:	スプリットレスインサート ウール入り(PN:221-48876-03)	
[GC]		[MS]
注入量:	2µL	インターフェース温度: 330°C
気化室温度:	330°C	イオン源温度: 230°C
カラムオープン温度:	180°C(2分) → (5°C/分) → 260°C → (15°C/分) → 350°C(12分)	測定モード: MRM
キャリアガス制御:	線速度一定(40.0cm/秒)	ルーブタイム: 0.3秒
注入モード:	スプリットレス	
サンプリング時間:	2分	
キャリアガス:	ヘリウム	

 MRMモニタリング *m/z*

Compound Name	Quantitative Transition		Qualitative Transition	
	Precursor>Product	CE(V)	Precursor>Product	CE(V)
Benzo[c]fluorene	216.10>215.10	22	216.10>189.10	30
Benzo[a]anthracene	228.10>226.10	28	228.10>202.10	26
Cyclopenta[c,d]pyrene	226.10>224.10	38	226.10>200.10	30
Chrysene	228.10>226.10	28	228.10>202.10	26
5-Methylchrysene	242.10>239.10	32	242.10>215.10	22
Benzo[b]fluoranthene	252.10>250.10	28	252.10>226.10	30
Benzo[k]fluoranthene	252.10>250.10	30	252.10>226.10	30
Benzo[j]fluoranthene	252.10>250.10	30	252.10>226.10	30
Benzo[a]pyrene	252.10>250.10	30	252.10>226.10	24
Dibenzo[a,h]anthracene	278.10>276.10	30	278.10>252.10	30
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	276.10>274.10	34	276.10>250.10	30
Benzo[g,h,i]perylene	276.10>274.10	32	276.10>275.10	28
Dibenzo[a,i]pyrene	302.10>300.10	36	302.10>298.10	60
Dibenzo[a,e]pyrene	302.10>300.10	36	302.10>276.10	28
Dibenzo[a,i]pyrene	302.10>300.10	36	302.10>276.10	28
Dibenzo[a,h]pyrene	302.10>300.10	36	302.10>276.10	28
D12-Benzo[a]anthracene	240.20>236.20	28		
D12-Chrysene	240.20>236.20	28		
D12-Benzo[b]fluoranthene	264.20>260.20	32		
D12-Benzo[k]fluoranthene	264.20>260.20	32		
D12-Benzo[a]pyrene	264.20>260.20	32		
D14-Dibenzo[a,h]anthracene	292.20>288.20	34		
D12-Indeno[1,2,3-cd]pyrene	288.20>284.20	38		
D12-Benzo[g,h,i]perylene	288.20>284.20	38		
D14-Dibenzo[a,i]pyrene	316.20>312.20	40		

分析結果

GC/MS(SIM)とGC-MS/MS(MRM)で標準試料を測定し、検出下限値を算出した結果をTable2に示します。MRMの検出下限値は、Benzo[c]fluoreneを除き、SIMに比べ最大で約1/8の低い値を示しました。

経節抽出液を分析して得られたクロマトグラムをFig.1に示します。夾雑成分が含まれる実試料において、分離性能の高いMRMの方が対象成分を選択的に検出できました。

Table2 検出限界

Compound Name	検出限界 (濃度: pg/μl)	
	GC/MS(SIM)	GC-MS/MS(MRM)
Benzo[c]fluorene	0.028	0.036
Benz[a]anthracene	0.137	0.134
Cyclopenta[cd]pyrene	0.109	0.105
Chrysene	0.209	0.068
5-Methylchrysene	0.323	0.098
Benzo[b]fluoranthene	0.143	0.058
Benzo[k]fluoranthene	0.158	0.080
Benzo[j]fluoranthene	0.172	0.075
Benzo[a]pyrene	0.159	0.029
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	0.075	0.011
Dibenzo[a,h]anthracene	0.063	0.032
Benzo[ghi]perylene	0.086	0.050
Dibenzo[a,l]pyrene	0.271	0.035
Dibenzo[a,e]pyrene	0.017	0.017
Dibenzo[a,i]pyrene	0.178	0.086
Dibenzo[a,h]pyrene	0.076	0.035

(注) 標準試料 0.5 pg/μLの連続分析(n=3)の標準偏差より検出限界(3.3σ)を算出しました。

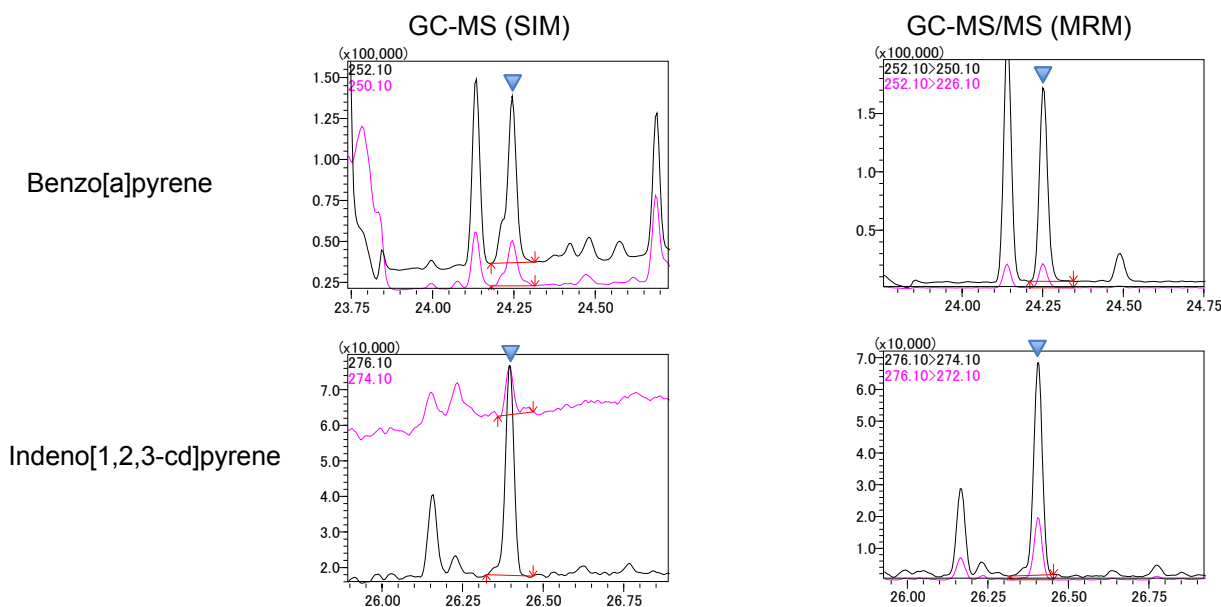


Fig.1 経節抽出液中のPAHsのSIM(左)およびMRM(右)クロマトグラム

まとめ

GC-MS/MSの測定条件をGCMSsolutionのSmart MRMを用いて自動作成し、その条件で経節中の多環芳香族類を分析しました。その結果、GC-MS/MSは自動作成したMRM条件で、GC/MS法に比べ良好な感度とピーク分離が得られました。

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。