

# Application Data Sheet

## No. 115

### GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

## 食品中の残留農薬分析における検量線試料調製の自動化

Automation of the calibration curve sample preparation in pesticide residue analysis in foods

多機能オートサンブラ AOC-6000 は、容量の異なるシリンジを自動で交換する機能と試料を攪拌する機能を備えています。本アプリケーションデータシートでは、それらの機能を使って内部標準と疑似マトリックスを添加した農薬の標準試料系列を自動調製し、GCMS-TQ8040で分析した結果について報告します。

### 分析条件

農薬標準原液(10 µg/mL, アセトン溶液)をアセトン:ヘキサン(体積比1:1)で希釈し、1 µg/mL農薬標準液を調製しました。農薬サロゲート混合標準原液(20 µg/mL, アセトン溶液)をアセトン:ヘキサン(体積比1:1)で希釈し、10 µg/mL内部標準液を調製しました。ポリエチレングリコール300をアセトン:ヘキサン(体積比1:1)で希釈し、100 mg/mL疑似マトリックス試料を調製しました。自動化はFig. 1に示しますシステムを用い、Table 1に示す条件で測定しました。本システムでは、Fig. 2に示す各標準液や疑似マトリックス試料、空バイアル、希釈溶媒を装着後は、自動的に調製されます。(Fig. 3)

Table 1 分析条件

[装置構成]	
オートサンブラ:	AOC-6000 (ハイエンドモデル)
GC-MS:	GCMS-TQ8040
カラム:	Rxi-5Sil MS (長さ30 m, 0.25 mm 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)

#### [検量線試料の自動調製条件]

希釈倍率:	1000, 200, 100, 20, 10倍
希釈後の濃度:	1, 5, 10, 50, 100 ng/mL
希釈試料の最終体積:	500 µL
内部標準液の添加量:	10 µL
疑似マトリックスの添加量:	1 µL

#### [GC-MS/MS]

GC-MS/MSの分析条件は、“Quick-DB「GC/MS残留農薬分析用データベース」”に登録されている条件を使用しました。

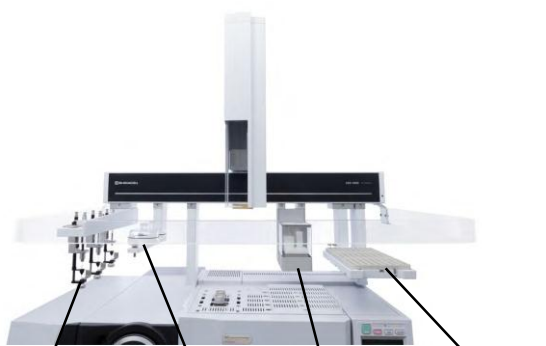


Fig. 1 AOC-6000付きGC-MS/MSシステム



Fig. 2 サンプルラックに装着したバイアル

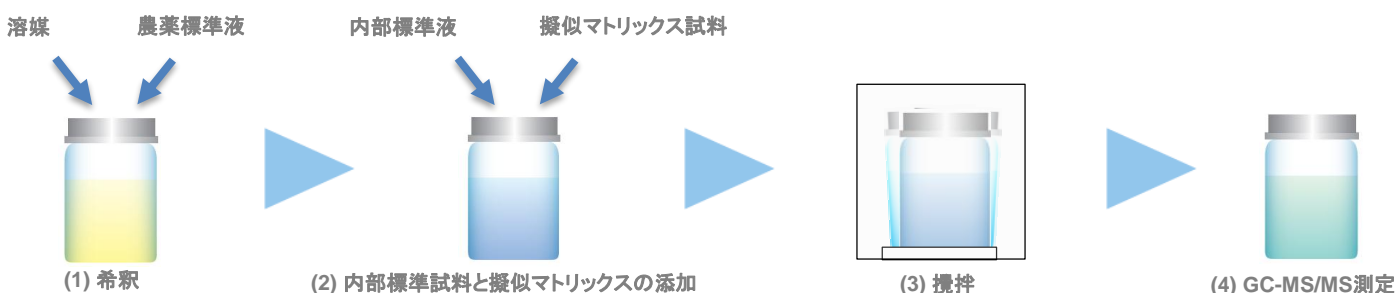


Fig. 3 標準試料調製フロー

## 分析結果

5回自動調製した100 ng/mL農薬標準試料をGC-MS/MSで測定しました。代表的な7種農薬の繰り返し分析精度をTable 2に示します。%RSDは、4.2% (エトフェンブロックス)以下となり、良好な結果が得られました。

Table 2 7種農薬標準試料の繰り返し分析精度 (100 ng/mL, 面積)

農薬	データ1	データ2	データ3	データ4	データ5	平均	%RSD
ダイアジノン	259821	254480	252259	269370	259173	259021	2.6
イプロベンホス	834017	838790	839281	914304	864153	858109	3.9
クロルピリホスメチル	272681	268938	275955	288632	287979	278837	3.2
トラクロール	2591179	2508642	2558336	2648199	2629109	2587093	2.2
チアベンダゾール	1248274	1266538	1311997	1363488	1342165	1306492	3.7
イプロチオラン	165477	165806	162462	174687	164912	166669	2.8
エトフェンブロックス	1773129	1626398	1608742	1690189	1610465	1661785	4.2

自動調製した農薬標準試料(1, 5, 10, 50, 100 ng/mL)の測定結果を用いて検量線を作成しました。検量線をFig. 4に示します。相関係数(R)は0.999379 (クロルピリホスメチル)以上となり、良好な直線性が得られました。

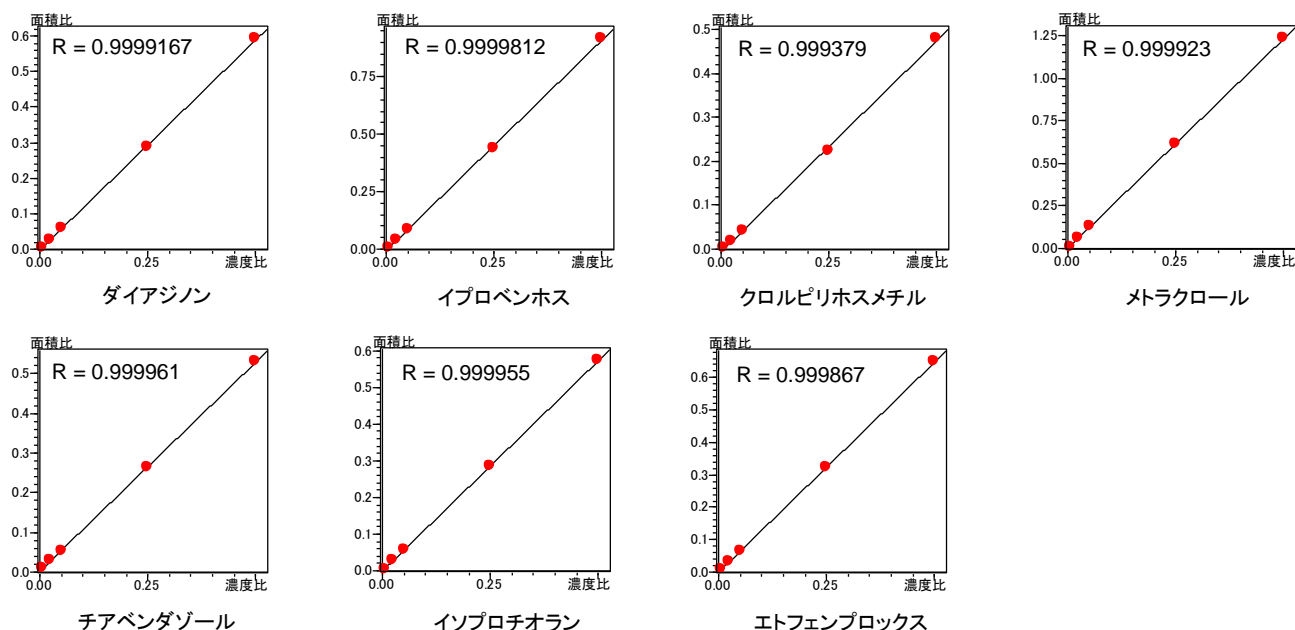


Fig. 4 7種農薬の検量線と相関係数 (R)

## 結論

AOC-6000を用いて自動調製した農薬標準試料をGCMS-TQ8040で測定した結果、良好な繰り返し分析精度が得られました。また、自動調製した標準試料系列を分析し得られた検量線は良好な直線性を示しました。

AOC-6000を用いて検量線標準試料の調製を自動化することで、作業時間の短縮や人為的誤差を避けることができ、分析ラボの生産性と信頼性向上に有効であることが明らかとなりました。