

Application Data Sheet

No. 127

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

Smart SIMを用いた農薬418成分一斉分析

418 pesticides simultaneous analysis by Smart SIM

Selected Ion Monitoring (SIM)法は高感度で測定ができるため、食品中の残留農薬分析などの微量成分の分析に用いられます。しかし、従来のSIM条件設定では成分数が数百にもなると、設定が煩雑であり、また同時にモニタリングするイオン数が多くなって感度が低下します。これらの問題を解決するために、Smart SIMが開発されました。ここでは、Smart SIMの農薬418成分一斉分析への適用例を紹介します。

Smart SIMとは

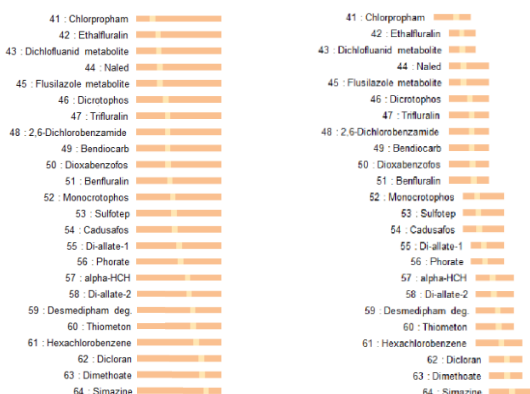


Fig. 1 SIM測定タイムプログラム

(左:グループ測定法、右:Smart SIMを用いた測定法)

Smart SIMを用いることで、各化合物の保持時間に同期した最適なタイムプログラムを作成できます。

従来のSIM法では、Fig. 1 に示しますように、特定のイオンに対して、特定の時間帯のみデータを採取するためのタイムプログラムを設定する必要があります。対象化合物が100成分を超えてくると、このタイムプログラムは非常に複雑になり、従来のグループ測定法(Fig. 1, 左)では設定することが難しく、また、多数のイオンを同時に測定するために十分な感度が得られません。

各化合物の保持時間に同期した最適なタイムプログラム(Fig. 1, 右)を自動作成するSmart SIMを用いてメソッドを作成し、感度と精度の評価を行いました。

Smart SIMでメソッドを作成するには、まずSmart Database(Fig. 2)を準備します。既存のメソッドファイルがあれば、インポートするだけで作成可能です。保持指標情報も登録されますので、Smart Database上でAART機能を用いることで、標準試料を分析することなく、保持時間を推測・補正することが出来ます。今回もAART機能で補正された保持時間を用いて、メソッドを作成しました。分析条件をTable 1に示します。

(保持指標を用いた保持時間補正については、当社Webサイトを確認下さい。
<http://www.an.shimadzu.co.jp/gcms/gcmssol/sol1.htm>)

シリアル番号	タイプ	測定モード	化合物名 (E)	保持指標 1	保持時間	Ion1			Ion2			Ion3		
						Typ	m/z	Rati	Typ	m/z	Rati	Typ	m/z	Rati
1	Target	SIM	DCIP	1061	4.412	T	213.0	100.00	Ref.1	127.0	219.30	154.0	56.14	
2	Target	SIM	Chlofentazine deg.	1188	5.426	T	276.0	100.00	Ref.1	316.0	78.70	333.0	23.15	
3	Target	SIM	Hymexazol	1203	5.551	T	200.0	100.00	Ref.1	92.0	128.69	108.0	22.13	
4	Target	SIM	Dichlorvos	1258	6.048	T	185.0	100.00	Ref.1	109.0	595.24	145.0	152.38	
5	Target	SIM	Nerisctoxin	1288	6.319	T	235.0	100.00	Ref.1	250.0	14.80	155.0	9.60	
6	Target	SIM	Allidochlor	1302	6.448	T	127.0	100.00	Ref.1	193.0	9.60	237.0	6.80	
7	Target	SIM	Dichlobenil	1365	7.072	T	306.0	100.00	Ref.1	264.0	88.68	335.0	8.18	
8	Target	SIM	EPTC	1367	7.092	T	173.0	100.00	Ref.1	175.0	63.60	189.0	44.00	
9	Target	SIM	Biphenyl	1399	7.409	T	216.0	100.00	Ref.1	183.0	45.60	201.0	26.80	
10	Target	SIM	Butylate	1440	7.838	T	292.0	100.00	Ref.1	264.0	24.40	293.0	12.40	
11	Target	SIM	Meviphos	1442	7.859	T	127.0	100.00	Ref.1	97.0	18.00	192.0	10.00	
12	Target	SIM	Chlormephos	1454	7.984	T	322.0	100.00	Ref.1	238.0	39.60	286.0	39.20	
13	Target	SIM	Etridiazole	1472	8.173	T	159.0	100.00	Ref.1	158.0	69.20	270.0	5.20	
14	Target	SIM	Clothianidin	1509	8.562	T	234.0	100.00	Ref.1	236.0	39.73	86.0	254.79	
15	Target	SIM	Thiocyclam	1515	8.625	T	260.0	100.00	Ref.1	231.0	54.29	75.0	714.29	

Fig. 2 Smart Database画面

Table 1 分析条件

GC-MS:	GCMS-QP2020	[MS]	
カラム:	SH-Rtx®-5MS (長さ30 m, 0.25 mm I.D., df=0.25 μm) (島津ジーエルシー, P/N 221-75855-30)	インターフェース温度:	250°C
ガラスインサート:	Sky® Single Taper Inlet Liner w/ Wool (島津ジーエルシー, P/N 23336.5)	イオン源温度:	200°C
[GC]		イオン化法:	EI
気化室温度:	250°C	測定モード:	SIM
カラムオープン温度:	50°C(1.0分)→(25°C/分)→125°C→(10°C/分)→300°C(15分)	ループタイム:	0.5 秒
注入モード:	スプリットレス		
高圧注入:	250kPa (1.5min)		
注入量:	2 μL		
キャリアガス制御:	線速度 (47.2 cm/秒)		

分析結果

試料は、農薬標準混合液に擬似マトリックスとしてポリエチレングリコール300を200 µg/mLになるよう加えたものを使用しました。Fig. 3に100 ng/mLのSIMクロマトグラムを、Fig. 4に各農薬のSIMクロマトグラムおよび%RSDとS/N比を示します。また、同試料に対して、従来のグループ測定法にて244成分一斉分析メソッドにて測定した結果をFig. 5に示します。

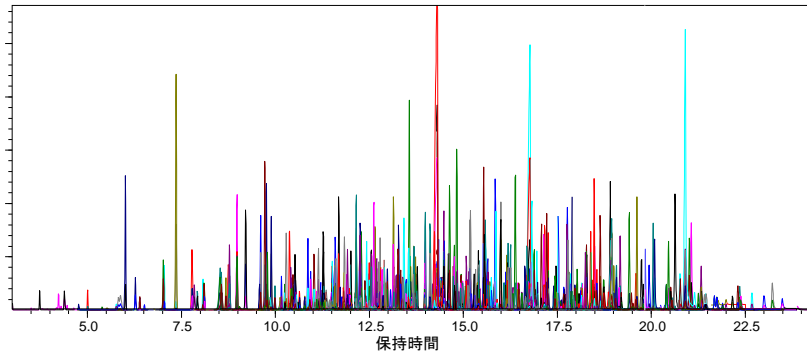


Fig. 3 100 ng/mL農薬標準混合液のSIMクロマトグラム

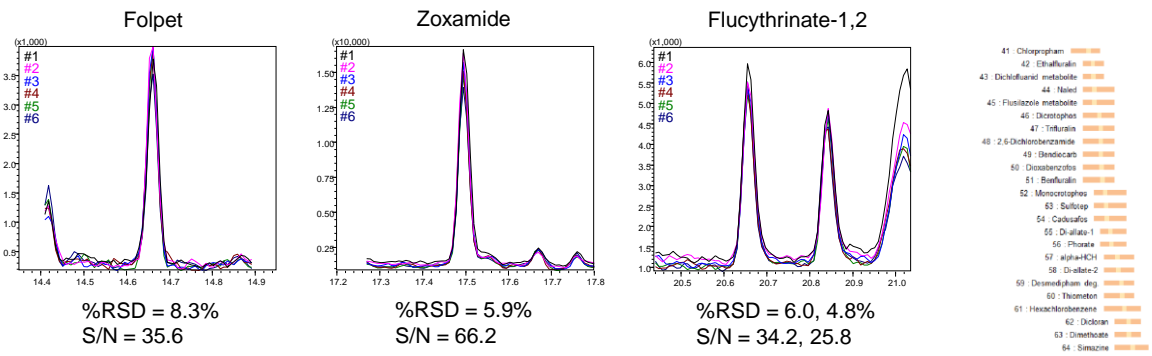


Fig. 4 2 ng/mLのSIMクロマトグラムと%RSDおよび平均S/N比 (n=6)

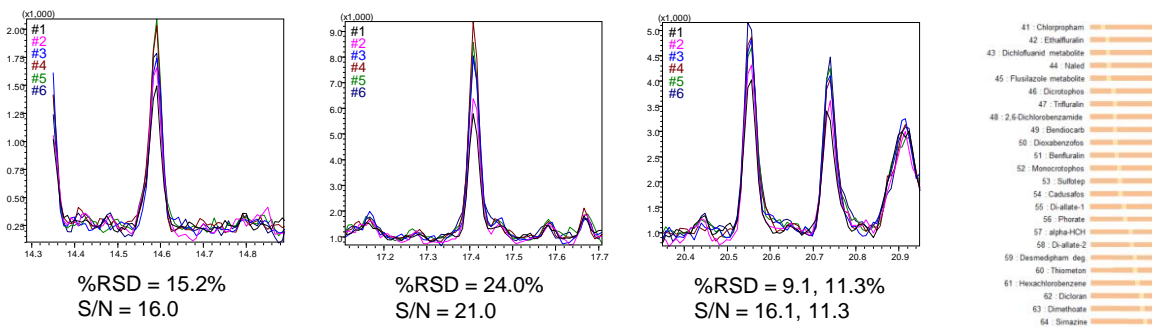


Fig. 5 グループ測定法での2 ng/mLのSIMクロマトグラムと%RSDおよび平均S/N比 (n=6)

Smart SIMIによって、400成分以上の一斉分析が可能なメソッドが簡単に作成できました。また、従来のグループ測定法で設定したメソッドと比較して、高感度かつ高精度に分析できることが分かりました。さらに、Fig. 6にも示すように、2 ng/mLの90%以上の成分において、%RSDが10%以下となり、高精度に分析できることが示されました。

従来法で設定したメソッドでは、感度・精度面から、200成分を超えるとメソッドを複数に分割して複数回測定していました。Smart SIMを用いることで、一度の測定で結果が得られ、分析時間を大幅に短縮でき、一検体あたりの分析回数も削減されるので、メンテナンス頻度・コストも削減でき、ラボの生産性を大幅に向上させます。

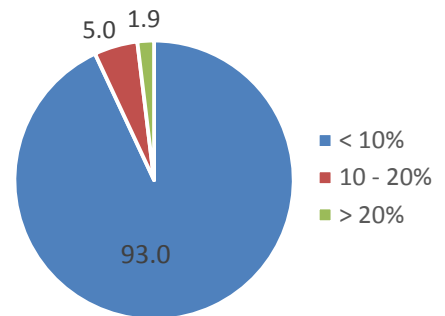


Fig. 6 2ng/mLにおける%RSD分布 (非検出のOxpoconazole-formyl分解物を除く)

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著者に帰属しており、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。