

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

高感度GC-MS/MSを用いた食品中残留農薬
分析の効率化

High-Throughput Analysis of Residual Pesticides in Foods using High Sensitivity GC-MS/MS

食品中の残留農薬分析では、食品由来の夾雑成分の影響のため、インサートライナーの交換やカラムカットなどの定期的なメンテナンスが必要になります。しかし、メンテナンスの作業時間や消耗品コストがかかるといった問題から、できるだけメンテナンスの頻度を低減したいという要望があります。

高感度GC-MS/MSであるGCMS-TQ™8050(以下、GCMS-TQ8050)は極微量のイオンを高感度に検出できるため、微量成分でも高い定量精度を得ることができます。GCMS-TQ8050の高感度を利用することで、少ない注入量で従来の定量下限を得ることが可能です。さらに注入量の削減により、インサートライナーやカラム、イオン源などへの分析負荷を軽くし、メンテナンス頻度を減らすことができます。本アプリケーションデータシートでは、GCMS-TQ8050を用いて注入量を従来の1/4に削減した条件で、農薬標準試料及びトマト実試料を分析した結果を紹介します。

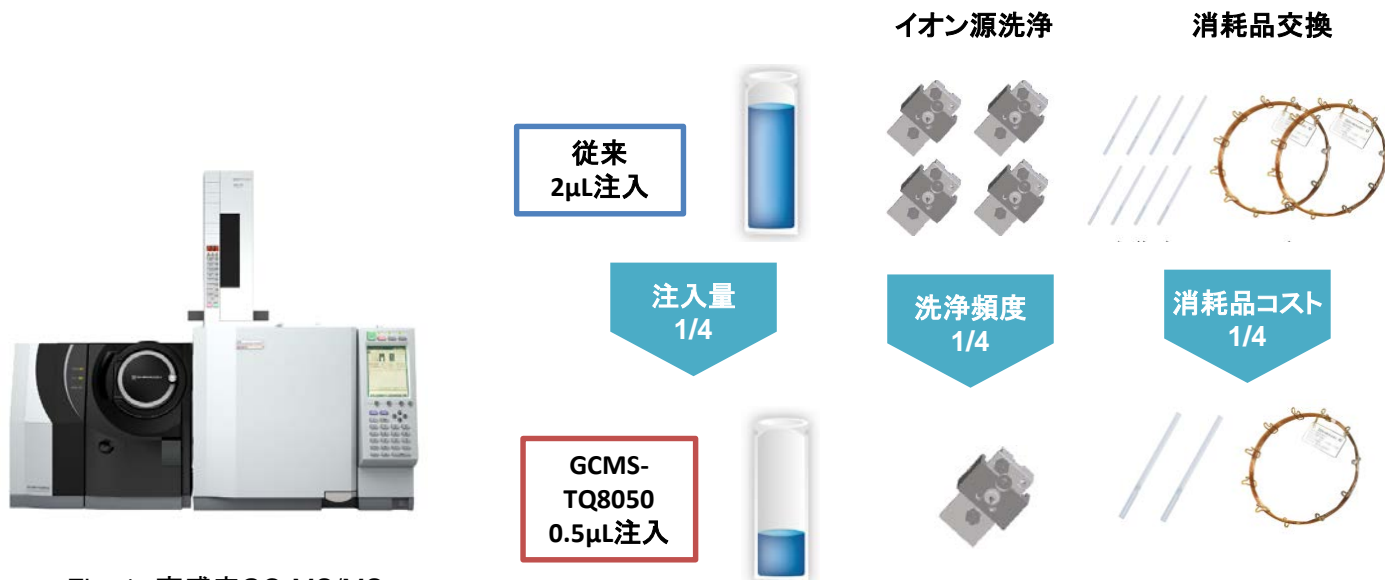


Fig. 1 高感度GC-MS/MS
GCMS-TQ8050

Fig. 2 注入量削減によるメンテナンス頻度の低減

実験

標準試料として、農薬標準混合液(林純薬工業製 PL2005農薬GC/MS Mix I, II, III, IV, V, VI, 7)を最終濃度が5~100 ng/mLとなるように調製しました。このとき、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となるように加えました。また、添加回収試験用の実試料として、トマト抽出液に最終濃度が10 ng/mLとなるように農薬標準混合液を添加しました。

分析メソッドは、Smart Pesticides Database Ver.2を用いて作成しました。本実験では、注入量を削減するために、5 µLシリンジを使用し、0.5 µL注入で分析を行いました。

Table 1 分析条件

GC-MS:	GCMS-TQ8050		
カラム:	SH-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 221-75954-30)		
ガラスインサート:	Topaz®シングルグースネックライナー, ウール付 (島津ジーエルシー, P/N 23336)		
注入用シリンジ:	AOC-20i用5µLシリンジ(島津ジーエルシー, P/N: 221-75173)		
[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(1.0分)→(25°C/分)→125°C→(10°C/分)→300°C(15分)	イオン源温度:	230°C
注入モード:	スプリットレス	イオン化法:	EI
高圧注入:	250kPa (1.5min)	測定モード:	MRM
注入量:	0.5 µL		
キャリアガス制御:	線速度 (47.2 cm/秒)		

分析結果

注入量を従来の1/4に削減して、5 ng/mL標準試料を繰り返し分析(n=5)し、感度および繰り返し分析精度を確認しました。全387成分の面積再現性の分布をFig. 3に示します。その結果、95%の成分で%RSDが10%以下、98%の成分で20%以下という良好な結果が得られました。

また、トマト実試料に農薬を添加し、実試料中の定量値を確認しました。その定量結果から算出された回収率の分布をFig. 4に、代表的な農薬のクロマトグラムをFig. 5に示します。約80%の成分で、70-120%の良好な回収率が得られました。

本結果より、高感度GC-MS/MSを使用することで、注入量を削減しても、低濃度においても十分な定量精度が得られることが分かりました。注入量を削減することで、装置のメンテナンスの頻度を低減し、効率的な運用が可能になります。

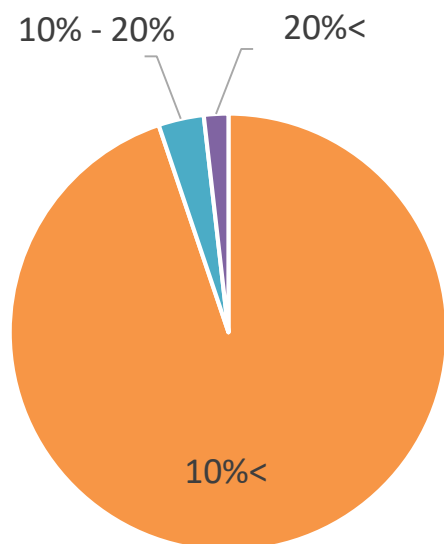


Fig. 3 5 ppb農薬標準試料の面積再現性(%RSD)の分布

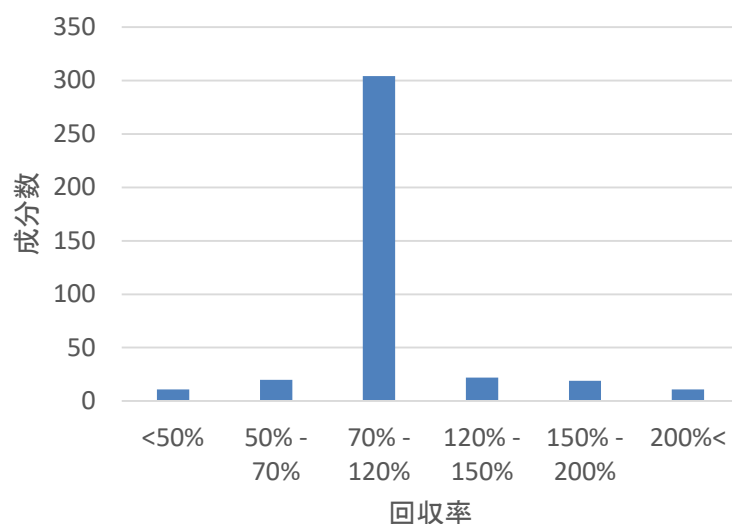
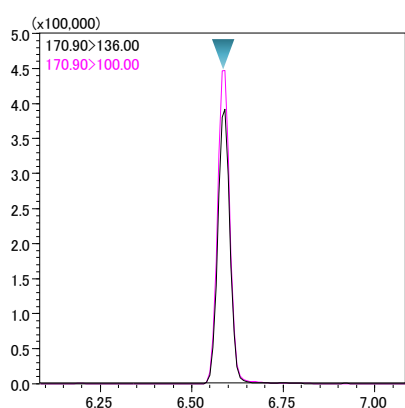
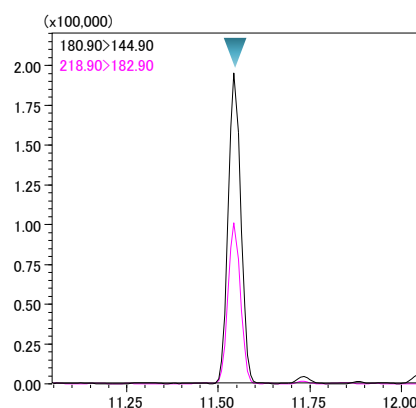


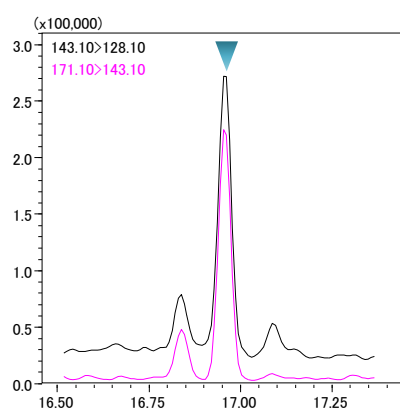
Fig. 4 トマト実試料での添加回収率の分布



ジクロベニル



delta-BHC



レスメトリン-1, 2

Fig. 5 トマト実試料中の代表的な農薬のクロマトグラム

GCMS-TQは、株式会社島津製作所の商標です。
RxiおよびTopazは、Restek Corporationの登録商標です。

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。