

Application Data Sheet

No.93

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

GC-MS/MSによる加工食品中残留農薬の 簡易スクリーニング

Easy Screening for Residual Pesticides in Processed
Foods Using GC-MS/MS

選択性と感度に優れたGC-MS/MSを用いた方法が残留農薬分析において注目されています。しかしながら、夾雑成分を多く含む加工食品中残留農薬分析ではGC-MS/MSでも農薬と夾雑成分が分離できないことがあります。このような場合、分離パターンが異なる2本のカラムでそれぞれ分析し農薬を分離・検出することが有効です。Quick-DBは加工食品中残留農薬分析のために異なる2つのカラムにも対応した情報が登録されています。また、Twin Line MSシステムを用いると2本のカラムをMSIに同時に装着でき、MSの真空を停止することなくスムーズに異なるカラムでのデータが採取できます。

本データシートでは、Quick-DBとTwin Line MSシステムをカレー中の残留農薬分析に適用した結果を報告します。なお、あわせてアプリケーションデータシートNo.91、No.92をご参照下さい。アプリケーションデータシートNo.91では、GC-MSによる食品中残留農薬の簡易スクリーニングを行った例について、アプリケーションデータシートNo.92では、分離パターンが異なる2本のカラムによる食品中残留農薬の簡易スクリーニングを行った例について紹介しています。

注) Quick-DBを用いた定量値は内部標準との相対的強度比を利用した推測値になります。正確な定量値が必要な場合は、必ず検量線を作成する手法で定量作業を実施願います。

実験

Restek社のQ-sep™を使用して、QuEChERS法で市販のレトルトカレーを前処理し、得られた試料溶液に230種の農薬標準試料を濃度が10 ng/mLとなるように添加しました。調製した農薬添加試料を、Quick-DBに登録されている分析条件でスキャン/MRM分析しました。分析条件をTable 1に示します。カラムはTable 1に示す2本のカラムを用い、Twin Line MSシステムで1台のGC-MSに装着しました。農薬成分の保持時間はn-alkane標準試料の分析結果を基に推測しました。

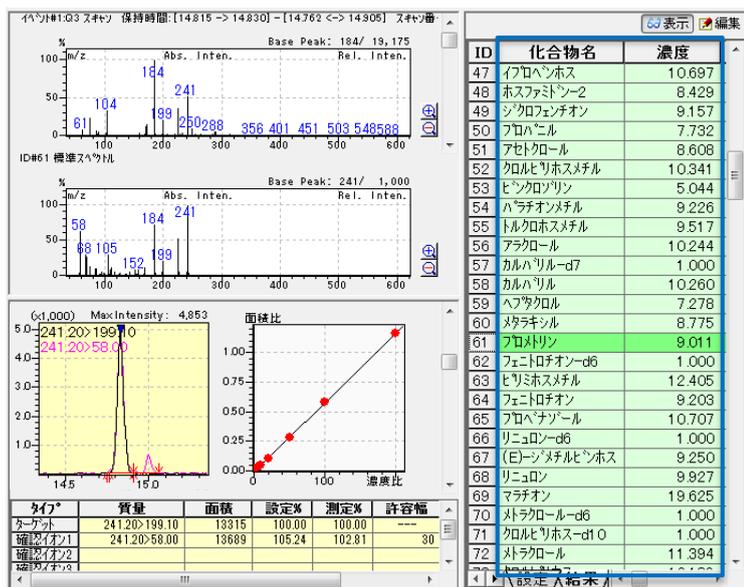
Table 1 分析条件

GC-MS:	GCMS-TQ8030 (Twin Line MSシステム)		
カラム1:	Rxi-5Sil MS (長さ30m, 0.25mm I.D., df=0.25 μm) (島津ジーエルシー, P/N:13623)		
カラム2:	Rtx-200MS (長さ30m, 0.25mm I.D., df=0.25 μm) (島津ジーエルシー, P/N:15623)		
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分)→(25 °C/分)→160 °C→(4 °C/分)→ 240 °C→(10 °C/分)→290 °C(11分)	イオン源温度:	200 °C
注入モード:	スプリットレス	溶媒溶出時間:	1.5 min
高圧注入:	250 kPa(1.5 min)	測定モード:	FAAST (スキャン/MRM同時測定)
キャリアガス制御:	線速度 (40.0 cm/秒)	Scan質量範囲:	m/z 50-600
注入量:	2 μL	Scanイベント時間:	0.15秒
		Scanスピード:	5,000 u/秒

分析結果

農薬を添加した食品抽出液を分析しQuick-DBでデータ処理しました。分析結果をFig. 1に示します。Quick-DBに登録されている検量線から定量したところ多くの成分で添加濃度10 ng/mLに近い値を示し、良好な定量値が得られました。

本分析法の定量精度を評価するため、添加濃度に対する定量値の比率を算出し、その比率が50%未満、50から200%、200%より大きいに、それぞれの農薬を分類し、分布を求めました。結果をFig. 2に示します。定量値が添加した農薬標準試料濃度の50-200%に入る成分が83%を占めており、高い定量精度で定量できることが明らかとなりました。



Quick-DBに予め登録されている検量線を使用して、定量値を算出したところ、良好な定量値が得られました。
(*内部標準の濃度は1 ng/mLと表示されます)

Fig. 1 農薬添加試料(濃度10 ng/mL)の分析結果

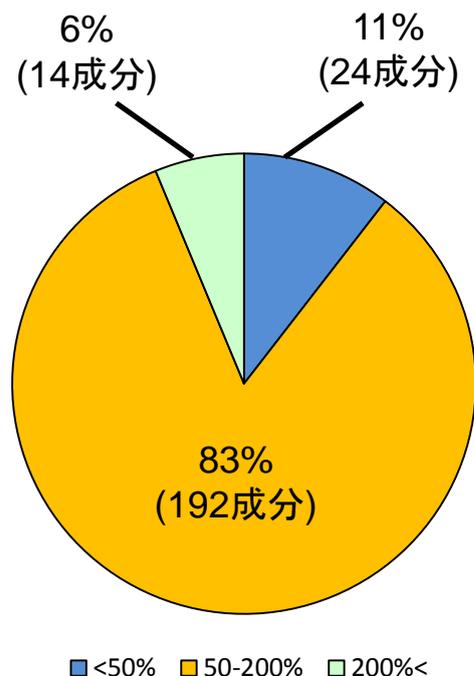


Fig. 2 添加濃度に対する定量値の比率の分布

食品中残留農薬の分析では、農薬のピークが検出された場合、夾雑成分を農薬として誤検出していないか、夾雑成分の重なりで定量値が大きくなっていないかを確認する必要があります。確認法には、分離パターンの異なるカラムで分析し、それぞれのカラムで農薬が検出され、ほぼ同じ定量値が得られていることを確認する方法があります。例として、Dimethoateの分析結果をFig. 3に示します。Rxi-5Sil MSでは夾雑成分の影響を受けていますが、Rtx-200MSでは夾雑成分の影響を受けませんでした。Quick-DBに登録されている検量線から定量したところ、Rtx-200MSで9.6 ng/mLであり、Rtx-200MSを用いることで良好な定量値が得られました。このように、夾雑成分との分離が困難な農薬に関しても、分離パターンが異なるカラムを用いることで分離でき、信頼性の高い定量分析ができます。

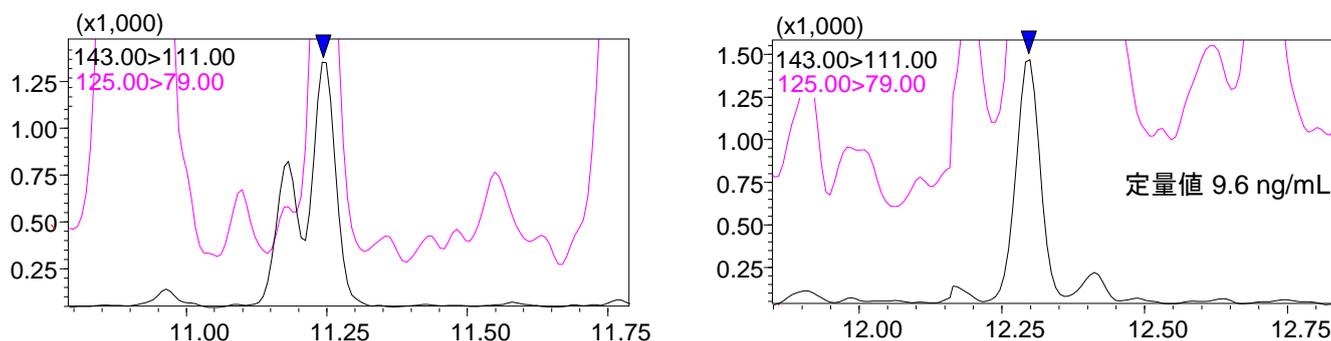


Fig. 3 カレー抽出液に添加したDimethoate (濃度10 ng/mL)のマスキングクロマトグラム(左: Rxi-5Sil MS、右: Rtx-200MS)

GCMS-TQ8030にTwin Line MSシステムを用いて2本のカラムを装着し、Quick-DBをもとに加工食品中の残留農薬をスクリーニングすることによって、迅速かつ簡便に精度の高い定量分析ができました。