

Application Data Sheet

No.91

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

GC-MSによる食品中残留農薬の簡易スクリーニング

Easy Screening for Residual Pesticides in Foods using GC-MS

近年、農薬数の増加や検査対象の多様化に伴い、食品中残留農薬のGC-MS分析では、迅速で精度の高いスクリーニングが求められています。

Quick-DBは合計478成分の農薬の各種情報(マススペクトル、保持指標、検量線)が登録されたデータベースで、標準試料を用いることなく、農薬を定量することができます。検量線の内部標準物質には、農薬サロゲートを使用しており、各農薬に適したサロゲートを選定することによって良好な定量精度を実現します。

本データシートでは、Quick-DBを使用して、大豆の残留農薬をスクリーニングしました。

実験

Restek社のQ-sep™を使用して、QuEChERS法で市販の大豆を前処理し、得られた試料溶液に138種の農薬を濃度が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/SIM分析しました。検出頻度の高い成分をSIMモードで高感度に分析し、検出頻度の低い成分に関しても、スキャンモードで網羅的に分析しました。分析条件をTable 1に示します。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。

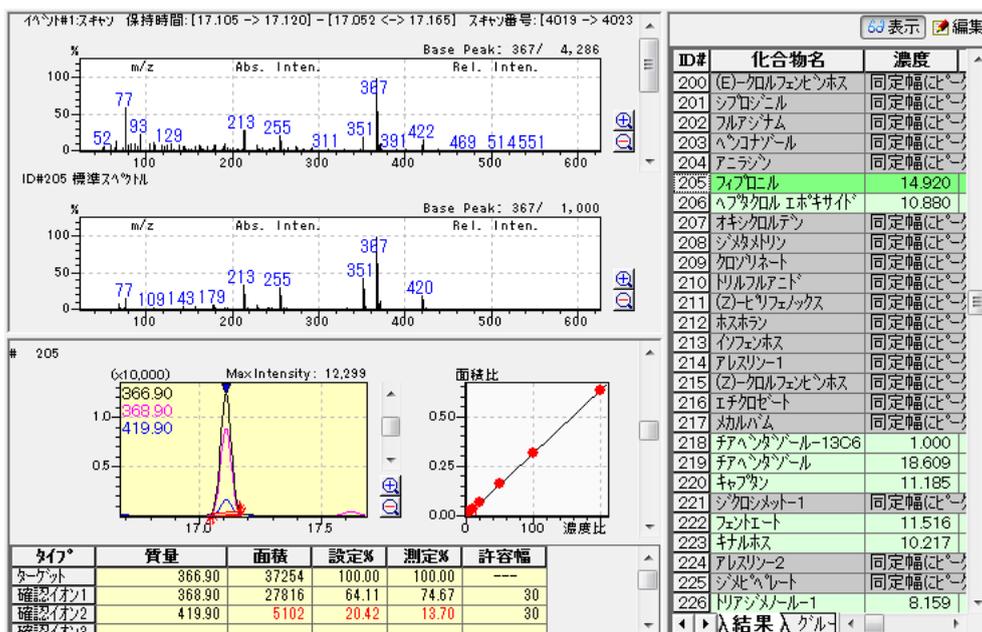
Table 1 分析条件

GC-MS:	GCMS-QP2010 Ultra	[MS]	
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)	インターフェース温度:	300 °C
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)	イオン源温度:	200 °C
[GC]		溶媒溶出時間:	1.5 min
気化室温度:	250 °C	測定モード:	FAAST (スキャン/SIM同時測定)
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)	Scan質量範囲:	m/z 50-600
注入モード:	スプリットレス	Scanイベント時間:	0.15秒
高圧注入:	250 kPa(1.5 min)	Scanスピード:	5,000 u/秒
キャリアガス制御:	線速度 (40.0 cm/秒)	SIMイベント時間:	0.3秒
注入量:	2 μL		

<Quick-DB(GC-MS 残留農薬分析データベース)>

農薬の多成分一斉分析に適したスキャン/SIM、スキャン/MRM分析条件および農薬サロゲートを内部標準物質として作成した検量線情報が予め登録されたデータベースです。メソッド作成に時間を割くことなく迅速に食品中の残留農薬分析を行うことができます。

さらに、農薬分析に適したカラムとライナーの採用と保持時間自動修正機能(AART機能)によって、精度の高い分析を可能とします。



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。

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。例として、Hexachlorobenzeneの分析結果を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10.3 ng/mLであり、高い定量精度を示しました。また、スキャンデータを同時に採取しているため、マススペクトルから農薬を確認できました。

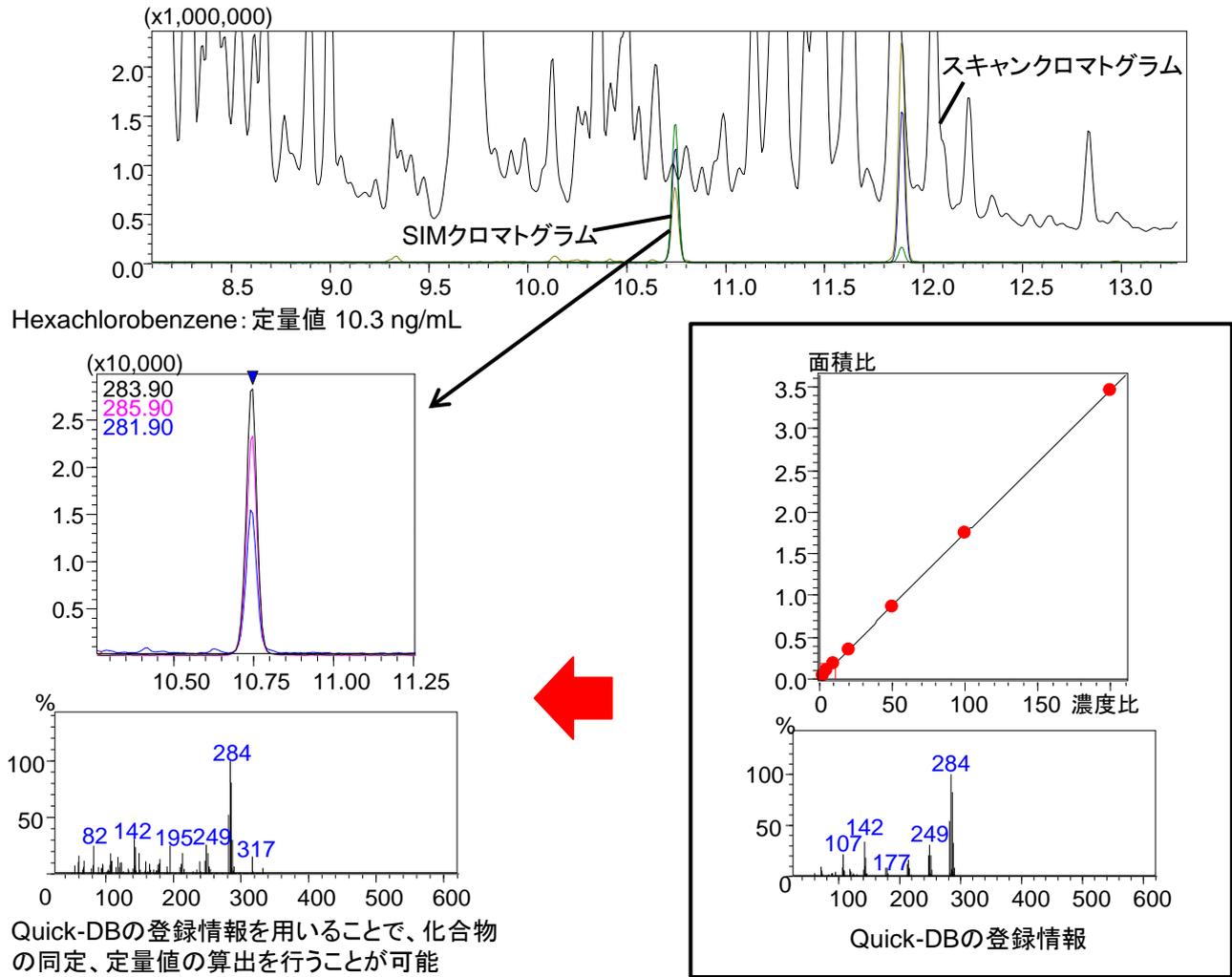


Fig. 1 Quick-DBを使用したHexachlorobenzeneの分析結果

Quick-DBは農薬サロゲートを内部標準物質とし、各農薬に適したサロゲートを選定することによって精度の良い定量分析が可能です。例としてFthalide、p,p'-DDE、Pyrimethanilの定量結果をFig. 2に示します。何れの成分も高い定量精度を示しました。

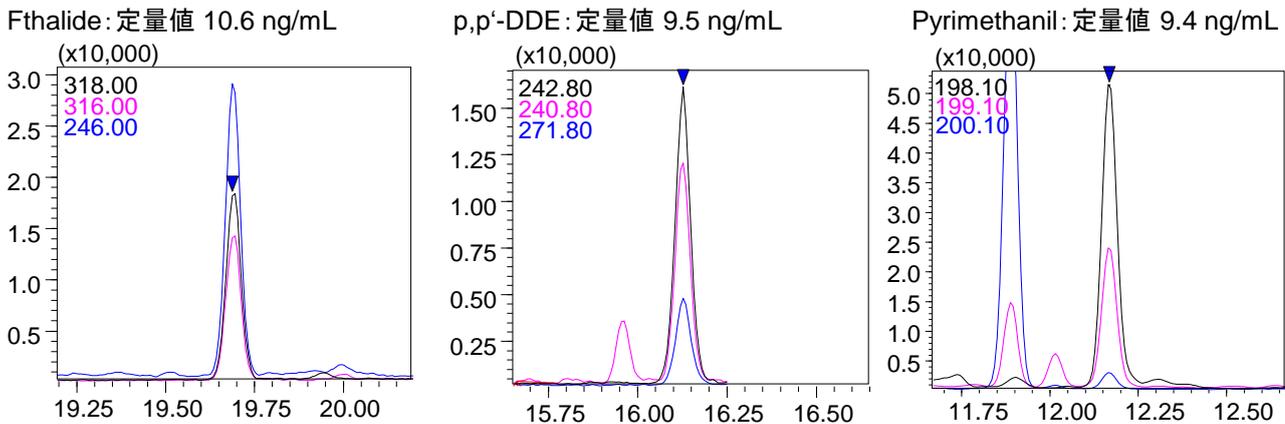


Fig. 2 Quick-DBを使用した定量結果(左からFthalide、p,p'-DDE、Pyrimethanil)

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。