

輸入オレンジ皮表面の防カビ剤分析 (1) -簡便な前処理と精密質量による物質の特定-

脇華菜

ユーザーベネフィット

- ◆ 対象の表面において、標的物質の有無を簡便に判別できます。
- ◆ Q-TOFの高い質量精度により、簡単な前処理でも物質の特定が可能です。

■はじめに

海外から日本へ輸入される農産物は、輸送期間が長期にわたるため、収穫後の輸送過程でのカビや腐敗を防止する目的でポストハーベスト農薬が散布されます。日本では指定されていないポストハーベスト農薬を使用した食品について、輸入や使用、販売等が禁止されています。そのため、簡便な前処理と操作でどのようなポストハーベスト農薬が使われているか検査できる技術は、検査時間を短縮でき、その結果として輸送期間の短縮にもつながることが期待されます。

ここでは、探針エレクトロスプレーイオン化質量分析計 DPIMS QTと四重極飛行時間型 (Q-TOF) 質量分析計 LCMS-9050 の組み合わせにより、輸入オレンジの皮表面に残留したポストハーベスト農薬である防カビ剤を、簡便な前処理で検出した例をご紹介します。



図1 DPIMS™ QTとLCMS™-9050

■輸入オレンジ皮の前処理

日本に輸入される柑橘類には、ポストハーベスト農薬の一種である防カビ剤エニルコナゾールが使用されている場合があります。ポストハーベスト農薬は日本では食品添加物として扱われており、残留濃度が規制されています。そのため、簡便な検査でポストハーベスト農薬が使われているかどうかを知ることは、検査時間の短縮につながります。

今回の実験では、輸入オレンジに散布されたエニルコナゾールを DPIMS QTと LCMS-9050 (図1) で検出を試みました。DPIMS QTで用いられている探針エレクトロスプレーイオン化法 (PESI) は、サンプルプレートに添加した試料から探針を用いて微量な液体を取り出してイオン化させる技術であり、生成されたイオンはMS部へ導入されて質量分析されます (図2)。このPESI法とLCMS-9050との組み合わせにより、煩雑な前処理なしで精密質量分析が可能となります。

今回分析に使用した輸入オレンジの皮の前処理の一連の流れは図3の通りです。

DPIMS QTによる分析では、探針の動作条件と質量分析計の条件を設定します。今回は表1と表2に示した条件で分析しました。

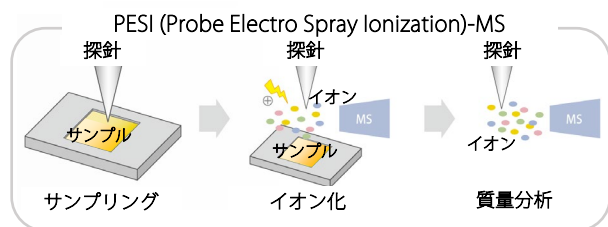
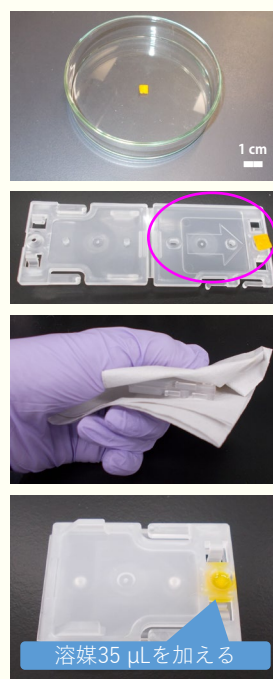


図2 探針エレクトロスプレーイオン化法 (PESI) の原理



1. 分析対象を5 mm四方、厚み1~2 mmになるようにカットします。
2. 生体用プレートの矢印がある側の円形のへこみに、分析したい面が上になるように分析対象を載せます。
3. プレートを2つに折り閉じます。
4. プレートにある穴に溶媒を35 µL加え、分析します。



前処理の様子は
動画でもご覧いただけます。

図3 生体用プレートを使用した、輸入オレンジの皮の前処理方法
プレートに挟めるものであれば、同様の方法で分析が可能。

■精密質量測定による物質の特定

標準品を分析し、クロマトグラムの平均を積算したものが図4です。エニルコナゾールの精密質量である m/z 297.0555のピークが検出されています。また、Clを含む化合物であるため、特徴的な同位体分布が認められました(図4 ▼)。

次に、図3に示した方法で前処理を行い、オレンジの皮表面を分析しました。図5のマススペクトルを見ると、皮表面の抽出物から多くの物質が検出されていることが示されています。その一部を拡大すると、エニルコナゾール標準品と質量だけでなく、特徴的な同位体分布も一致するピークが認められました。このことから、オレンジの皮表面にエニルコナゾールが存在していることがわかります。

表1 探針駆動条件

イオン化位置	: -37 mm
イオン化停止位置	: 160 msec
サンプル採取位置	: -46.0 mm
サンプル採取停止時間	: 30 msec
探針速度	: 300 mm/s
探針加速度	: 0.86 G

表2 MS分析条件

DL温度	: 250 °C
ヒートブロック温度	: 50 °C
インターフェイス電圧	: +2.50 kV(ESI - Positive mode)
スキャンレンジ	: m/z 50 - 1000
測定時間	: 0.5 min

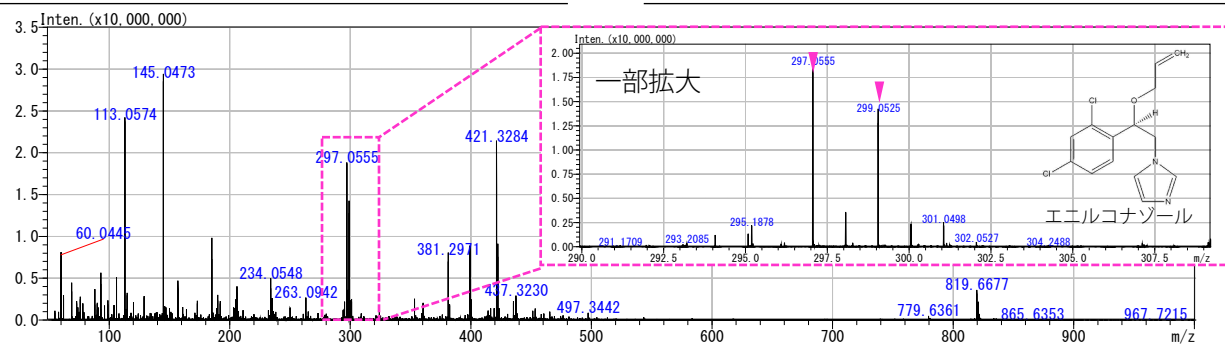


図4 エニルコナゾール標準品 0.1 ppmのマススペクトル
▼ : エニルコナゾール由来のピーク

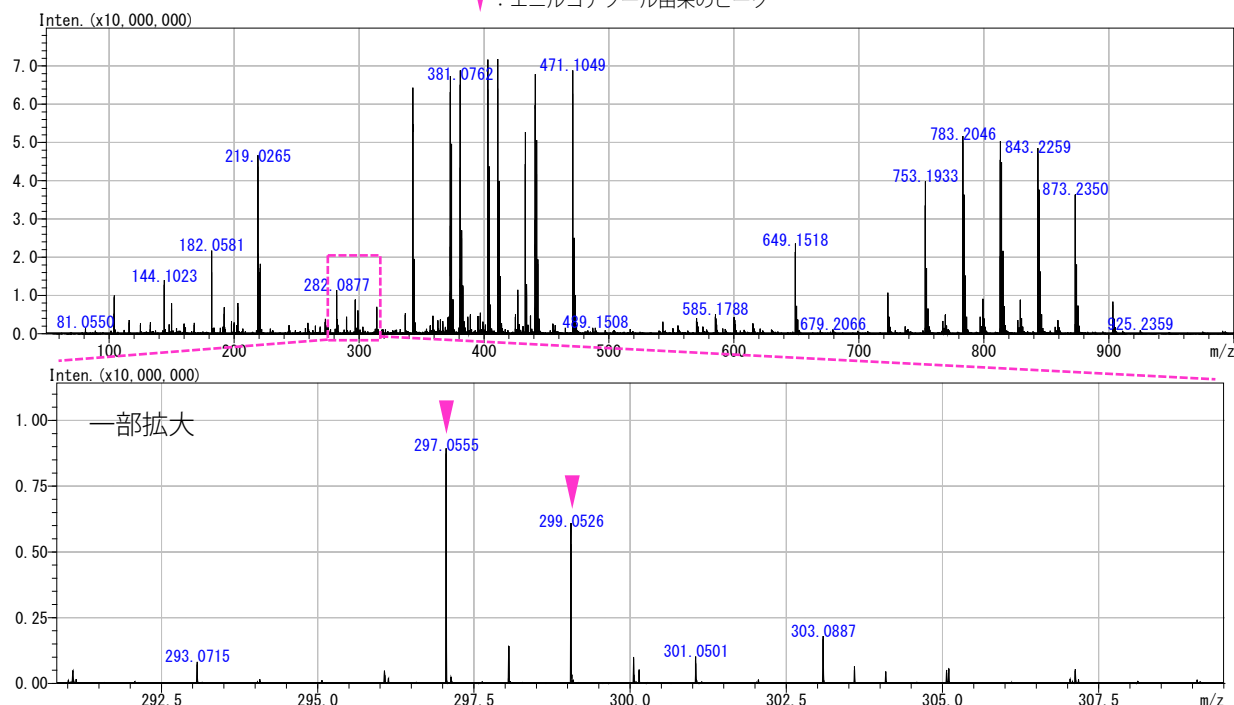


図5 オレンジの皮表面抽出物のマススペクトル
▼ : エニルコナゾール由来のピーク

DPiMSおよびLCMSは、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所

01-00411-JP 初版発行：2022年 12月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。本文中では「TM」、「®」を明記していません。

最新版は、島津製作所>分析計測機器の以下のサイトより閲覧できます。
<https://www.an.shimadzu.co.jp/apl/index.htm>

会員制情報サービス Shim-Solutions Club に登録いただきますと、毎月の最新情報をメールでご案内します。新規登録は、<https://solutions.shimadzu.co.jp/> よりお願いします。

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。

© Shimadzu Corporation, 2022

＞ アンケート

関連製品 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。



＞ LCMS-9050

四重極飛行時間型質量分析計



＞ LCMS-9030

四重極飛行時間型質量分析計



＞ DPiMST™ QT

探針エレクトロスプレーイオン化キット

関連分野

＞ 価格お問い合わせ

＞ 製品お問い合わせ

＞ 技術お問い合わせ

＞ その他お問い合わせ