

輸入オレンジ皮表面の防カビ剤分析(2) -MS/MS分析による物質の特定-

脇華菜

ユーザーベネフィット

- ◆ 物質の表面において、標的物質が存在するかどうかを簡便な前処理で測定できます。
- ◆ Q-TOFの高い質量精度とMS/MS分析を組み合わせることにより、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。

アプリケーションニュース01-00411「輸入オレンジ皮表面の防カビ剤分析(1)」では、DPIMS QTとLCMS-9050により、輸入オレンジの皮表面の防カビ剤エニルコナゾールを簡便な操作で検出できました。本稿では同じ前処理・サンプルでMS/MS分析を実施し、MS分析の精密質量に加えてフラグメントイオンの比較による物質の特定を試みた例を紹介します。



図1 DPIMS™ QTとLCMS™-9050

■前処理と測定条件

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(図1)を、DPIMS QTとLCMS-9050(図2)の組み合わせで検出を試みました。

オレンジの皮の前処理は、アプリケーションニュース01-00411「輸入オレンジ皮表面の防カビ剤分析(1)」と同様の手順で行いました。

探針の駆動条件とMS分析・MS/MS分析のメソッドは表1、2のように設定しました。今回はポジティブモードのみで分析を行っていますが、LCMS-9050はポジティブ/ネガティブの高速切り替えが可能であるため、調べたい物質種が複数存在する場合も柔軟に対応できます。

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。

■MS分析

標準品とオレンジの皮表面をMS分析し、クロマトグラムの平均を積算したものが図3です。いずれのサンプルでもエニルコナゾールが検出され、精密質量が理論値([M+H]⁺: m/z 297.0555)から±1 ppm以内でした。加えて、特徴的な同位体分布も認められます。これだけでもエニルコナゾールであると確度の高い情報が得られています。

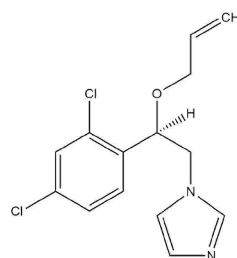


図2 エニルコナゾールの構造式

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 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/z50 - 1000 (MS)
	: m/z50 - 350 (MS/MS)
コリジョンエネルギー (CE)	: 25.0 (MS/MS)
測定時間	: 0.5 min

■ MS/MS分析

今回はMS/MS分析によるフラグメントイオンの比較も行いました。エニルコナゾールの理論値 m/z 297.0555 をプリカーサイオンとし、MS/MS分析した結果が図4 です。標準品からは図4 Aの▼で示したフラグメントイオンパターンが得られました。オレンジの皮表面の抽出物も同様にMS/MS分析を行ったところ、フラグメントイオンパターンは標準品の結果と一致していました(図4 B ▼)。

これらの結果から、オレンジの皮表面から検出される m/z 297.0555 の物質はエニルコナゾールであると同定できました。

■ まとめ

本稿ではDPiMS QTとLCMS-9050 の組み合わせにより、サンプル表面の抽出物から簡便かつ迅速に標的物質の有無の確認と同定が可能であることを示しました。本手法はプレートに挟めるものであれば様々なサンプルに応用可能であり、幅広い分野での活躍が見込まれます。

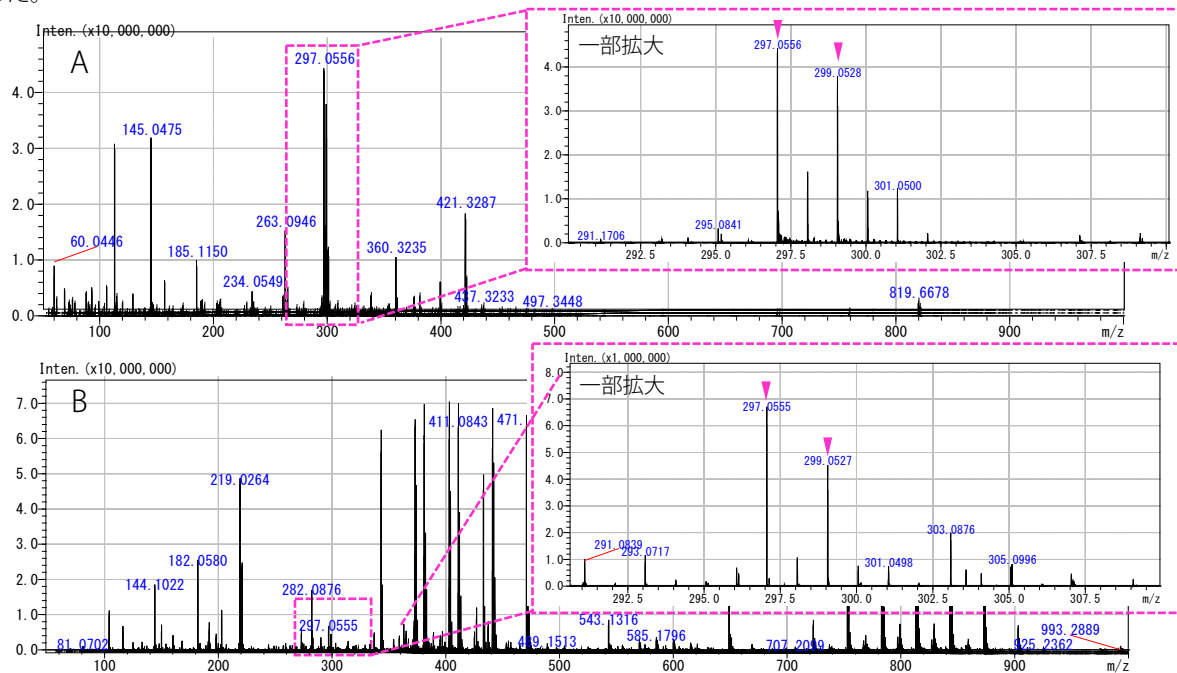


図3 MSスペクトル
A: 標準品0.5 ppmのMSスペクトル、B: オレンジの皮表面の抽出物のMSスペクトル

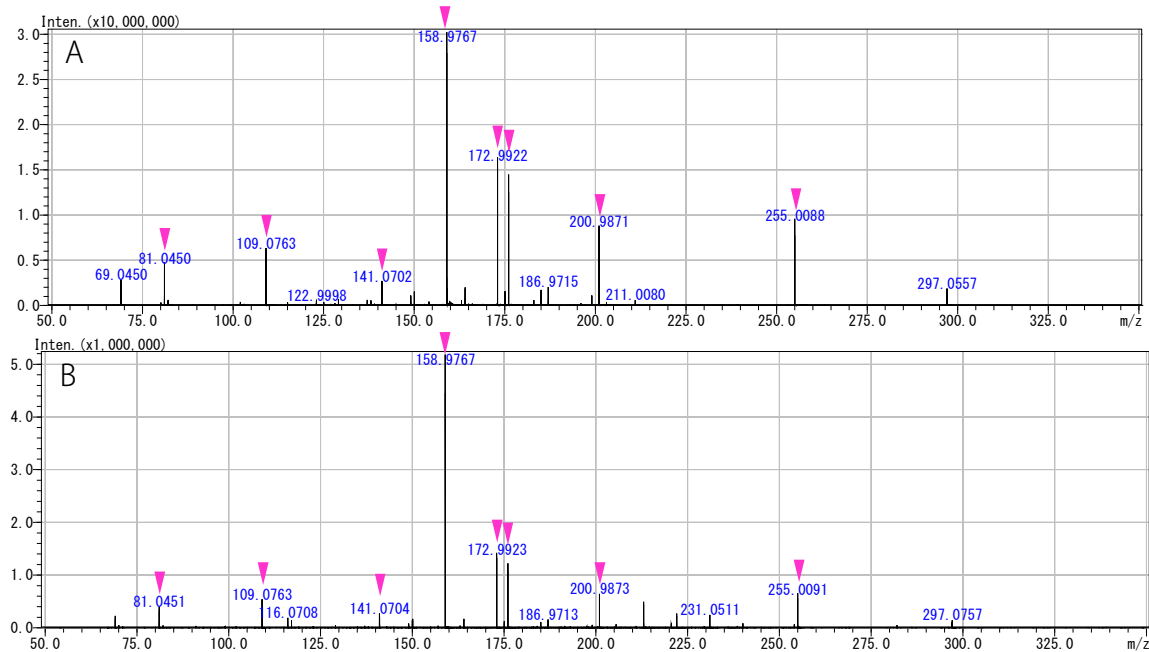


図4 イマザリルの理論値 m/z 297.0555 をプリカーサイオンとした場合のMS/MSスペクトル
A: 標準品0.5 ppmのMS/MSスペクトル、B: オレンジの皮表面の抽出物のMS/MSスペクトル
▼: エニルコナゾール由来のフラグメントイオン

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

01-00412-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>

会員情報サービス Shim-Solutions Club にご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。



＞ DPiMST™ QT

探針エレクトロスプレーイオン化キット



＞ 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

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