

## JMS-T100GCV Application Data

食品中残留農薬分析における  
GC-HRTOFMS の安定性について

## 【はじめに】

農薬添加したトマト抽出液を連続 100 回測定したところ、農薬成分のマスキロマトグラムピーク面積値・形状、定量イオンの分解能・質量精度に関して安定した結果が得られたので報告する。

## 【試料及び条件】

測定条件を Table1 に示す。試料調整は、トマトを『GC/MS による農薬等の一斉試験法(農産物)』に基づいて行った。また農薬成分は、トマト本来の試料中濃度に換算すると 0.05ppm となるよう添加した。

## 【結果及び考察】

今回は農薬 11 成分 ( $\alpha$ -BHC,  $\beta$ -BHC,  $\gamma$ -BHC,  $\delta$ -BHC, Acephate, Captan, Chlorfenapyr, Chlorpyrifos, Dieldrin, Difenoconazole-1,2, Dimethipin) に関して検証を行った。この中で Difenoconazole-1,2 は 2 つの異性体クロマトグラムピーク面積合算値をもって検証を実施した。また内部標準物質として Fenthion を用い、相対検量線法にて検証を実施した。

連続 100 回測定における再現性結果について Table2 に示す。マスキロマトグラムは Table2 記載の定量イオンの精密質量 ( $m/z$ ) を中心に  $\pm 0.025$  Da のウィンドウ幅で作成した。結果としては Acephate のみマスキロマトグラムピーク面積値 C.V. が 10 % を超えたものの、その他の農薬では C.V. 10 % 以下の良好な再現性をもって測定することが出来た。Fig.1 に示すように、トマト抽出液中においても、夾雑成分による妨害は受けておらず、全ての農薬で良好なクロマトグラムピークが得られた。

次にクロマトグラムピーク形状と、定量イオンの分解能・質量精度を比較検討した。クロマトグラムピークにおいては(注入 No.1, 25, 50, 75, 100), Fig.1 に示すように保持時間のズレ、ピーク波形の変化などは見られなかった。質量スペクトルにおいては(注入 No.1, 30, 50, 80, 100), Table2 に記載した定量イオンの分解能の再現性は C.V. 3.6 % 以下(プロファイルデータで確認)、理論値と実測値の質量誤差 2 mDa 以下(誤差絶対値の平均: 0.93 mDa)と、いずれも良好な結果が得られた。

今回の結果から、JMS-T100GCV は食品中残留農薬分析において、良好な再現性をもって連続測定が可能であることが確認出来た。

Table 1 GC-HRTOFMS measurement conditions.

Instrument	JMS-T100GCV (JEOL Ltd.)
Quantitative software	Escrime (JEOL Ltd.)
Injection mode	Pulsed Splitless (150 kPa)
Injection temp.	250°C
Oven temp. program	60°C(1min) $\rightarrow$ 30°C/min $\rightarrow$ 125°C $\rightarrow$ 7°C/min $\rightarrow$ 300°C(5.83min)
Injection volume	2 $\mu$ L
Column	ZB-5ms, 30m $\times$ 0.25mm, 0.25 $\mu$ m
Carrier gas	He, 1.0mL/min, Constant flow
Ionization mode	EI+, 70V, 300 $\mu$ A
Ion source temp.	250°C
◎ $\eta$ range	◎ $\eta$ 35-550
Spectrum recording time	0.3sec

Table 2 Reproducibility results.

No.	Pesticide	Retention time (min)	Quantitative ion ( <i>m/z</i> )	Mass chromatogram peak area C.V.(%)
1	$\alpha$ -BHC	10.71	182.93491	1.4
2	$\beta$ -BHC	11.43	182.93491	3.0
3	$\gamma$ -BHC	11.62	182.93491	2.3
4	$\delta$ -BHC	12.44	182.93491	1.6
5	Acephate	7.08	136.01635	10.4
6	Captan	15.88	78.94092	8.8
7	Chlorfenapyr	17.71	59.04969	5.4
8	Chlorpyrifos	14.55	196.9202	1.7
9	Dieldrin	17.28	79.05478	1.5
10	Difenoconazole-1,2	26.19	323.02417	5.6
11	Dimethipin	11.46	118.00885	2.5
I.S.	Fenthion	14.67	278.02002	6.8

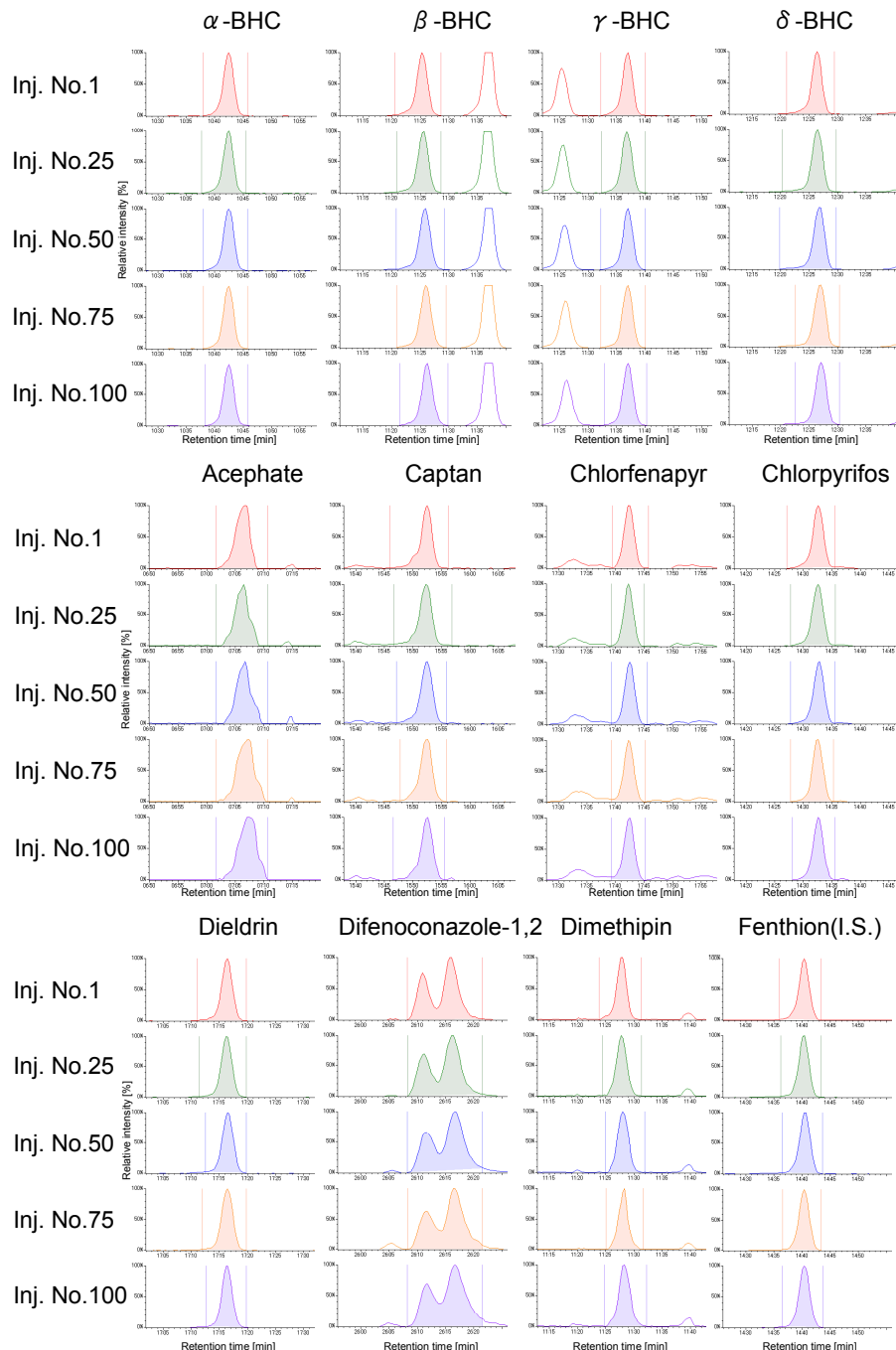


Fig.1 Mass chromatograms of pesticides (0.05ppm).