

GC-MS/MSによる食品中残留農薬の定量分析

-人参抽出液中農薬の定量分析-

関連製品: 質量分析計(MS)

今日『食の安全』は世界的な規模で取り組むべき重要な課題であり、各国においては食品中残留農薬の基準値を設定し、独自の残留農薬規制を策定している。日本では平成18年5月末日にポジティブリスト制が施行されたが、人の健康を損なう恐れのない量、いわゆる一律基準としては10ppbが採用されている。ポジティブリスト制により測定対象農薬数は増え、食品中の残留農薬を精度良く、且つ一斉に分析可能な手法が求められている。質量分析計(MS)は検出感度が高い特長を有しているが、その中でも特に感度と選択性に優れたMS/MS法が農薬分析の主流となりつつある。

JMS-TQ4000GCはMS/MSのコリジョンセルに独自のイオン蓄積/排出機構を備え、また新規開発したファームウェアにより最大36,000トランジションによるMS/MS測定が可能な最新のGC-MS/MSである。今回、JMS-TQ4000GCを用いて、人参抽出液に添加した農薬成分の定量分析を実施したので報告する。

[測定条件]

標準溶液の調整には富士フイルム和光純薬株式会社製の農薬混合標準液PLシリーズを用いた。PL1、2、3、4、5、6、11、12を等量混合したものを準備し、それを段階的に希釈して1、5、10、50、100ppbの標準溶液を作製した。また、Analyte Protectants にはPEG300を用いた。

測定試料は人参15gをAOAC法で処理して得た抽出液と標準溶液100ppbを9:1で混合したものをを用いた。今回は150成分の農薬について定量分析を実施した。今回使用した測定条件をTable1に示す。

Table 1 Measurement condition

[GC-TQMS condition]

System	JMS-TQ4000GC (JEOL)
Ionization mode	El+: 70eV, 50μA
GC column	VF-5ms, 30m x 0.25mm, 0.25μm
Oven temp.	50°C (1min)→25°C/min→125°C →10°C/min→300°C
Inlet temp.	250°C
Inlet mode	Splitless, 2μL
He flow	1.0mL/min (Constant Flow)
MS/MS mode	Peak Dependent SRM



GC-MS/MS, JMS-TQ4000GC

[結果]

得られた測定結果の中から、4成分の農薬のSRMクロマトグラムをFig.1に示す。上段が人参抽出液のみのデータで、下段が農薬を添加した人参抽出液のデータである。MS/MS法の高選択性により、人参抽出液中の夾雑成分の影響を受けることなく農薬成分を検出できることを確認した。次頁のTable2には、農薬150成分の定量値(n=5)とその再現性(CV)を示す。ほとんどすべての農薬成分において定量値7~12ppb(回収率70~120%)、CV10%以下を達成しており、JMS-TQ4000GCが農薬分析に有効であることを確認した。

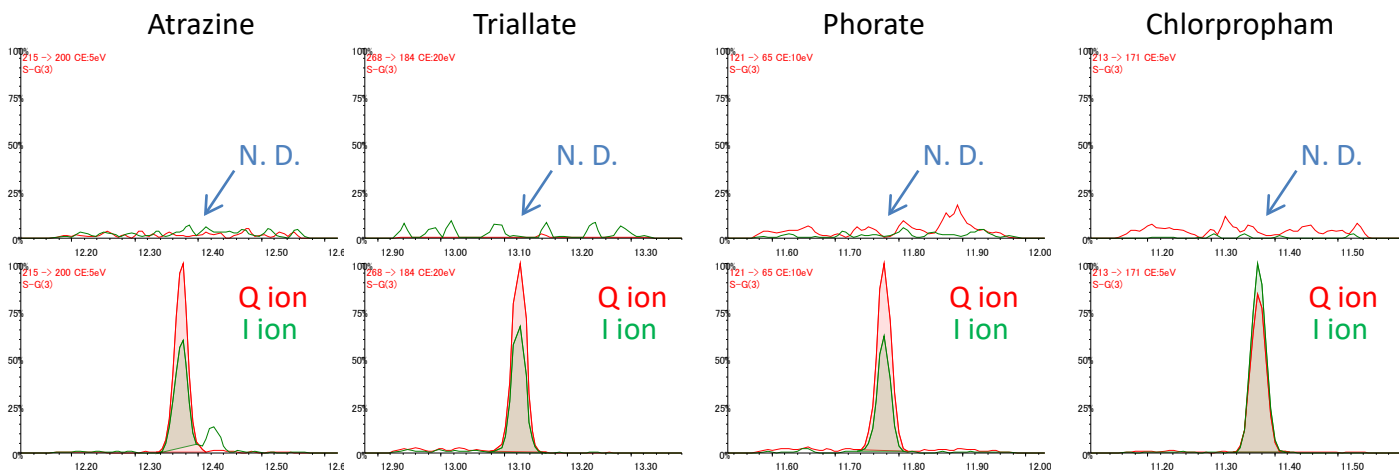


Fig.1 SRM chromatograms,
upper: Carrot extract solution only, lower: 10ppb pesticides in the carrot extract solution

