

GC-MS/MSによる食品中残留農薬の定量分析における安定性 -ほうれん草抽出液中農薬の安定性検証-

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、ほうれん草抽出液に添加した農薬8成分の安定性について検証したので報告する。

【測定条件】

測定試料はほうれん草15gをAOAC法で処理して得た抽出液と農薬標準溶液100ppbを9:1で混合したものをを用いた。今回使用した測定条件をTable1に示す。



GC-MS/MS, JMS-TQ4000GC

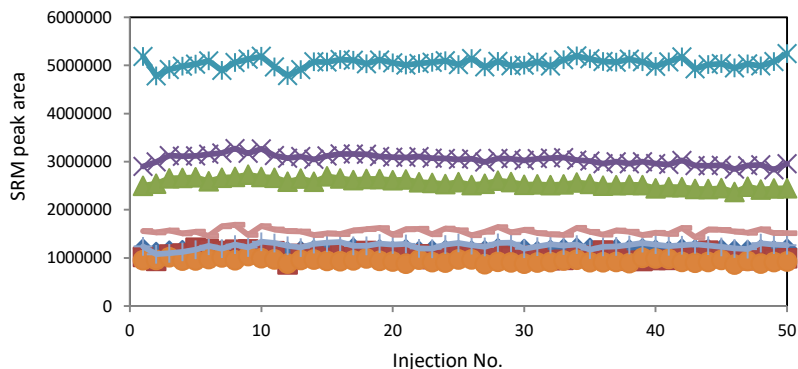
Table 1 Measurement condition

【GC-TQMS condition】

System	JMS-TQ4000GC (JEOL)
Ionization mode	EI+: 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

【結果】

ほうれん草抽出液に添加した農薬8成分(10ppb)のSRMクロマトグラムピーク面積の再現性(n=50)をFig.1に、また50データのSRMクロマトグラムを重ね書きしたものをFig.2に示す。実試料50回連続測定においても各農薬の面積値の再現性はCV10%以下であり、安定して測定結果が得られることが確認できた。MS/MS法においても安定した測定結果が得られており、JMS-TQ4000GCが農薬の定量分析に有効であることを確認した。



Compound	SRM peak area ave.	CV (%)
Fenarimol	1168018	1.7
Oxadiazon	1047475	7.1
Difenoconazole 1	2558083	3.4
Difenoconazole 2	3047319	3.2
Etofenprox	5045185	1.9
Fenothiocarb	938218	4.3
Dicofol	1247254	4.6
Picolinafen	1547959	3.8

Fig.1 SRM chromatogram peak area Reproducibility for the 8 pesticides in spinach extract solution

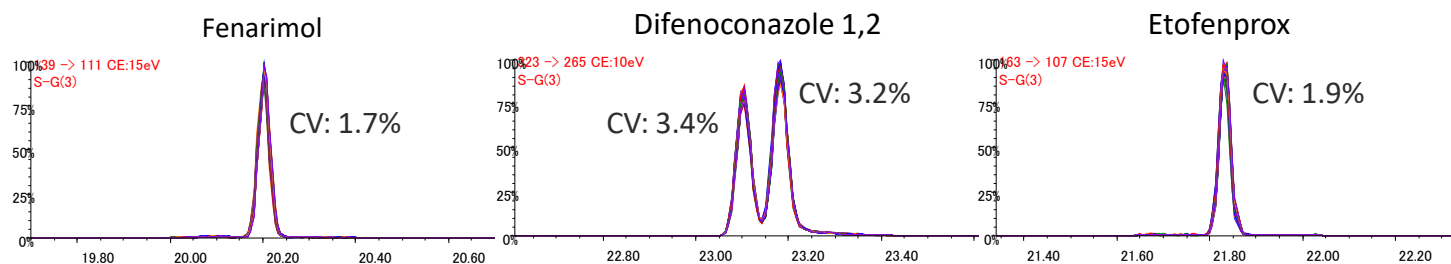


Fig.2 Overwriting for the 50 SRM chromatograms in spinach extract solution

Copyright © 2018 JEOL Ltd.
このカタログに掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせ下さい。