

～Application Note for DART～

DART による農薬の分析

～食品中残留農薬簡易スクリーニングの検討～

通常、食品中の農薬成分など夾雑成分の多いサンプル中の微量物質を GC-MS, LC-MS で測定する場合、カラムやイオン源の汚染を防ぐため、煩雑な前処理を行う必要がある。DART は大気圧下、非接触で試料のイオン化を行うことができ、様々な形態の試料を前処理なしで迅速に測定することができるため、簡易スクリーニングに有効と考えられる。今回は、ほうれん草の抽出液に農薬を添加し、DART での検出を試みた。

【サンプル及び測定条件】

サンプル

- ① ほうれん草をすりつぶし、1g を 10mL のメタノールで抽出
- ② 抽出液に 0.1ppm の濃度になるように 13 種農薬混合標準液(和光純薬)を添加
- ③ 試料溶液をガラス棒につけ、直接イオン源にかざして測定

	Compound	Formula	M
1	Simazine	C ₇ H ₁₂ ClN ₅	201.0781
2	Diazinon	C ₁₂ H ₂₁ N ₂ O ₃ PS	304.1011
3	Thiobencarb	C ₁₂ H ₁₆ ClNOS	257.0641
4	Fenobucarb	C ₁₂ H ₁₇ NO ₂	207.1259
5	Isoxathion	C ₁₃ H ₁₆ NO ₄ PS	313.0538
6	Dichlorvos	C ₄ H ₇ Cl ₂ O ₄ P	219.9459
7	Propyzamide	C ₁₂ H ₁₁ NOCl ₂	255.0218
8	Fenitrothion	C ₉ H ₁₂ NO ₅ PS	277.0174
9	Iprobenfos	C ₁₃ H ₂₁ O ₃ PS	288.0949
10	Isoprothiolane	C ₁₂ H ₁₈ O ₄ S ₂	290.0647
11	EPN	C ₁₄ H ₁₄ NO ₄ PS	323.0381
12	Chlornitrofen	C ₁₂ H ₆ Cl ₃ NO ₃	316.9413
13	Chlorothalonil	C ₈ Cl ₄ N ₂	263.8816

測定条件

使用装置	JMS-T100TD
イオン化法	DART(+),(-)
測定範囲	m/z 10～400
オリフィス 1 電圧	30 V
イオンガイド電圧	500 V

【結果】

Fig.1 は、ほうれん草抽出液の DART マススペクトルである。DART(+),(-)の測定で、13 成分すべての検出が可能であった。測定は、抽出液をガラス棒につけてかざすのみであるため、数分でデータを取得することができた。観測された m/z 値は、各成分に由来するイオン種の元素組成の理論値と 1mmu 以下の精度で検出可能であった。Table1 にマススペクトル上での各イオンの強度、S/N などの結果をまとめた。今回の実験では、抽出液に 0.1ppm の濃度で標準品を添加したが、ほうれん草中の農薬を抽出したと仮定すると、ほうれん草中の濃度は 1ppm となる。この濃度でのスペクトル上での S/N はおよそ 50～1000 であった。S/N 30 を検出限界とすると、各成分の検出下限は、ほうれん草中の濃度でおよそ 20ppb～500ppb レベルとなり、ppm レベルで混入している成分の簡易スクリーニ

ングには十分活用できると考えられる。

このように、非常に簡易な前処理のみで迅速な分析が可能な DART イオン化法は、食品等の簡易スクリーニング分析に有効であることが示唆された。

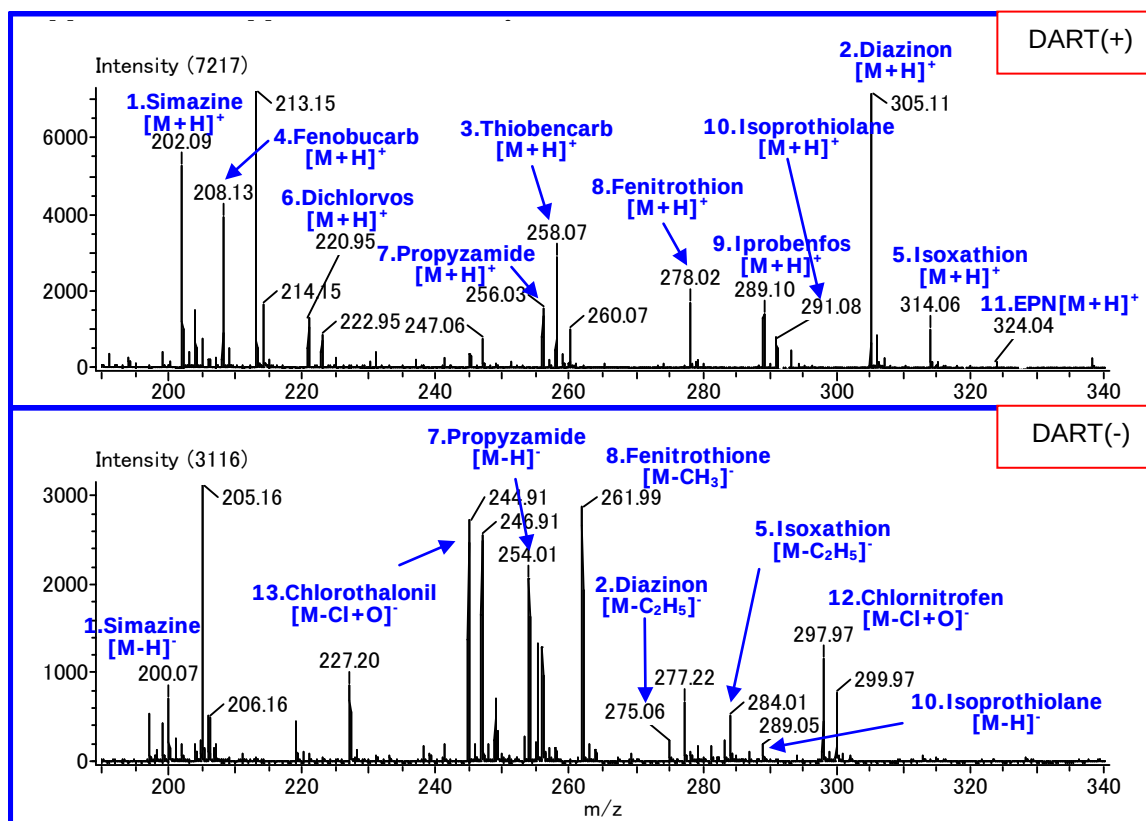


Fig.1 DART Mass Spectra of Spinach extract(DART(+):upper, DART(-):bottom).

Table1 Result of DART(+),(-) analysis.

	Compound	Formula(M)	M	m/z Error(mmu)		Intensity		S/N		Detection limit (ppb) (S/N 30, Concentration in Spinach)
				DART(+)	DART(-)	DART(+)	DART(-)	DART(+)	DART(-)	
1	Simazine	C ₇ H ₁₂ ClN ₅	201.0781	0.05	0.20	5284	719	797	170	38
2	Diazinon	C ₁₂ H ₂₁ N ₂ O ₃ PS	304.1011	0.03	0.82	7187	240	1174	60	26
3	Thiobencarb	C ₁₂ H ₁₆ ClNOS	257.0641	0.94		2896	N.D.	264	—	113
4	Fenobucarb	C ₁₂ H ₁₇ NO ₂	207.1259	0.35		3941	N.D.	617	—	49
5	Isoxathion	C ₁₃ H ₁₆ NO ₄ PS	313.0538	0.71	0.06	971	518	148	77	203
6	Dichlorvos	C ₄ H ₇ Cl ₂ O ₄ P	219.9459	0.37		1316	N.D.	382	—	79
7	Propyzamide	C ₁₂ H ₁₁ NOCl ₂	255.0218	0.29	0.44	1519	2063	177	358	84
8	Fenitrothion	C ₉ H ₁₂ NO ₅ PS	277.0174	0.50	0.50	1698	2871	253	617	49
9	Iprobenfos	C ₁₃ H ₂₁ O ₃ PS	288.0949	0.77		1388	N.D.	214	—	140
10	Isoprothiolane	C ₁₂ H ₁₈ O ₄ S ₂	290.0647	0.33	0.48	800	193	59	54	508
11	EPN	C ₁₄ H ₁₄ NO ₄ PS	323.0381	0.64		130	N.D.	137	—	219
12	Chlornitrofen	C ₁₂ H ₆ Cl ₃ NO ₃	316.9413		0.71	N.D.	1154	—	320	94
13	Chlorothalonil	C ₈ Cl ₄ N ₂	263.8816		0.48	N.D.	2733	—	847	35