

JMS-T100GCV Application Data

食品中残留農薬迅速一斉分析の検討 『選択性』

~ GC 大量注入法と、高分解能 TOFMS を用いて ~

【はじめに】

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 0.01ppm が採用されている。

食品中の残留農薬について精度良く定性 / 定量分析を行うには前処理操作が必須であるが、今回、前処理方法としては、抽出操作に『QuEChERS 法(Qu(迅速)E(簡便)Ch(安価)E(効果的)R(堅牢)S(安全))』を、そして次工程の精製操作に『固相カートリッジ法』を組み合わせた STQ 法(Solid Phase Extraction Technique with QuEChERS method)を用い、実試料としては生姜を用いた。GC/MS としては、スペクトルモードによる高速・高感度・高分解能・高質量精度な測定が可能な日本電子製 GC-TOFMS“JMS-T100GCV”を用い、試料導入には冷媒不要で高速昇温 / 高速冷却が可能な

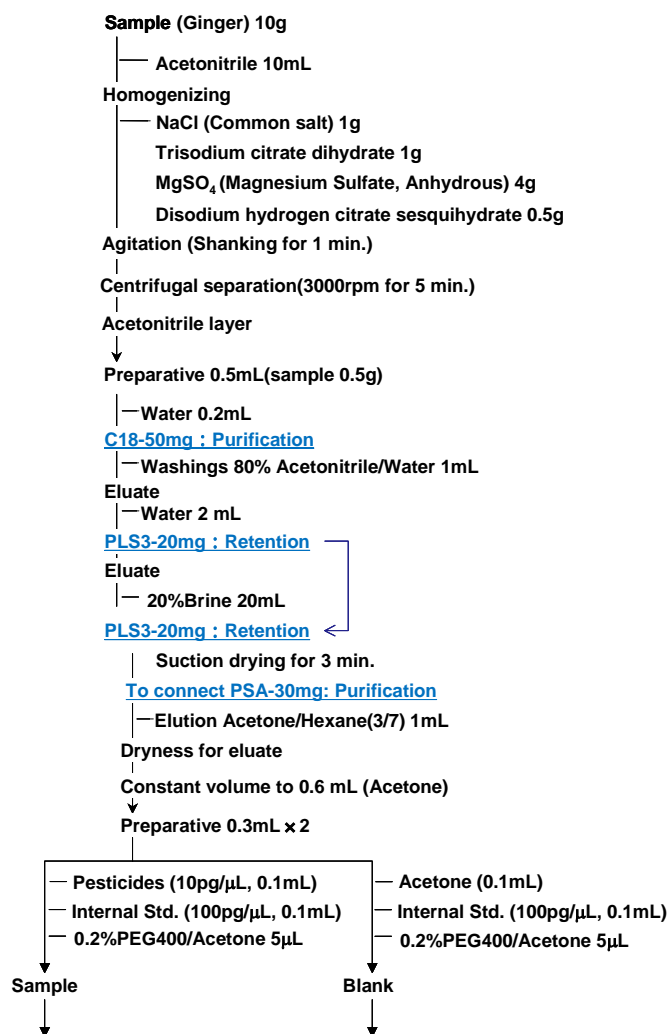
アイスティサイエンス社製 GC 大量注入装置

“LVI-S200”を用いた。
 本 MSTips では、TOFMS の高分解能を活かした選択性向上の一例として、アトラジン及びテトラジホンの解析について紹介する。

【試料及び条件】

Table 1 GC/MS measurement conditions.

Instrument	JMS-T100GCV (JEOL Ltd.) LVI-S200 (AiSTI SCIENECE CO.,Ltd.)
Quantitative software	Escrime (JEOL Ltd.)
Injection mode	Splitless
Injection temp. program	60 (0.5min) 120 /min 240 50 /min 290 (39min)
Injection volume	25µL
Solvlet exhaust time	26sec (Acetone)
Purge	50mL/min, 4min
Gas saver	30mL/min, 6min
Column	BPX5, 30m x 0.25mm, 0.25µm
Oven temp. program	60 (4min) 20 /min 160 5 /min 220 3 /min 235 7 /min 340 (4min)
Carrier gas	He, 1.2mL/min, Constant flow
Ionization mode	EI+, 70eV, 300µA
Ion source temp.	250
Trasfer line temp.	300
m/z range	m/z 50-450
Spectrum recording time	0.4sec



GC/MS (Large volume injection 25µL (Sample12.5 mg))

Fig.1 Pre-cleaning scheme (STQ method).

測定条件を Table1 に、試料前処理方法を Fig.1 に示す。農薬標準試薬は、林純薬工業(株)製の PL2005 を用いた。GC へ注入する段階の実試料抽出溶液中に、農薬成分(305 成分)が 2pg/μL となるよう添加した。これは生姜本来の試料中濃度に換算すると 0.004ppm の濃度であり、一律基準 0.01ppm に比べて、2.5 倍低い濃度である。

【結果及び考察】

アトラジンは m/z 158 を、テトラジホンでは m/z 159 それぞれのフラグメントイオンを用いて解析を行った。解析及び検証は、マスクロマトグラム作成 m/z 幅を変化させて行った。Fig.2、3 の左列は、QMS 同等のマスクロマトグラム(m/z 幅は広く、 $\pm 0.5u$ の幅)を、右列には TOFMS の高分解能を活かした $\pm 0.05u$ 幅のマスクロマトグラムを示している。また両図共に、上段は標準試料 2pg/μL、中段はブランク試料、下段は実試料 2pg/μL のマスクロマトグラムを示しており、Y 軸のスケールは全て同一に設定している。両農薬成分とも、QMS 同等のマスクロマトグラム(図中左列)では、ブランク試料及び実試料において、近傍により高い強度の夾雑ピークが溶出することにより、その妨害によって正確な定量値を算出出来なかった。一方、図中右列の $\pm 0.05u$ 幅のマスクロマトグラムでは、夾雑成分の影響を排除出来ており、ブランク試料中にこれら農薬成分が無いことが明らかとなった。また実試料中 2pg/μL の添加回収試験では、アトラジン回収率 104.5%(2.09 pg/μL)、テトラジホン回収率 92%(1.84 pg/μL)と、良好な回収率が得られた。

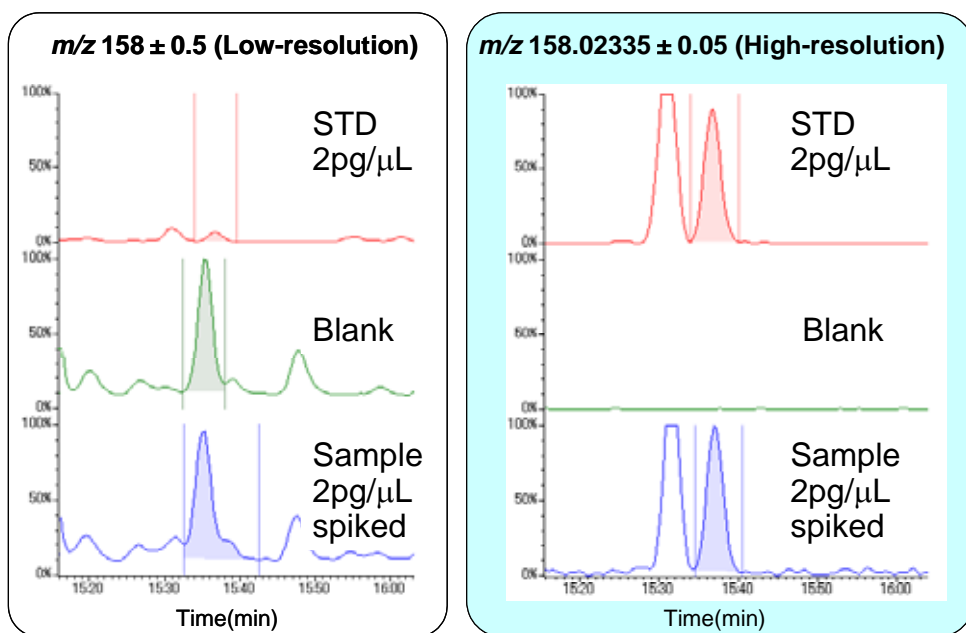


Fig.2 Mass chromatograms of Atrazine, left: m/z 158 \pm 0.5, right: m/z 158.02335 \pm 0.05.

JMS-T100GCV は、夾雑成分の多い実試料においても、高い分解能を活かした m/z 幅の狭いマスクロマトグラムを作成することにより、夾雑成分の影響を排除することが可能であった。これにより、特に夾雑成分の多い食品関連の実試料においても、正確な定量値を容易に得ることが可能であった。

JMS-T100GCV を用いることで、選択性はより向上し、精度の高い定量分析が可能であった。

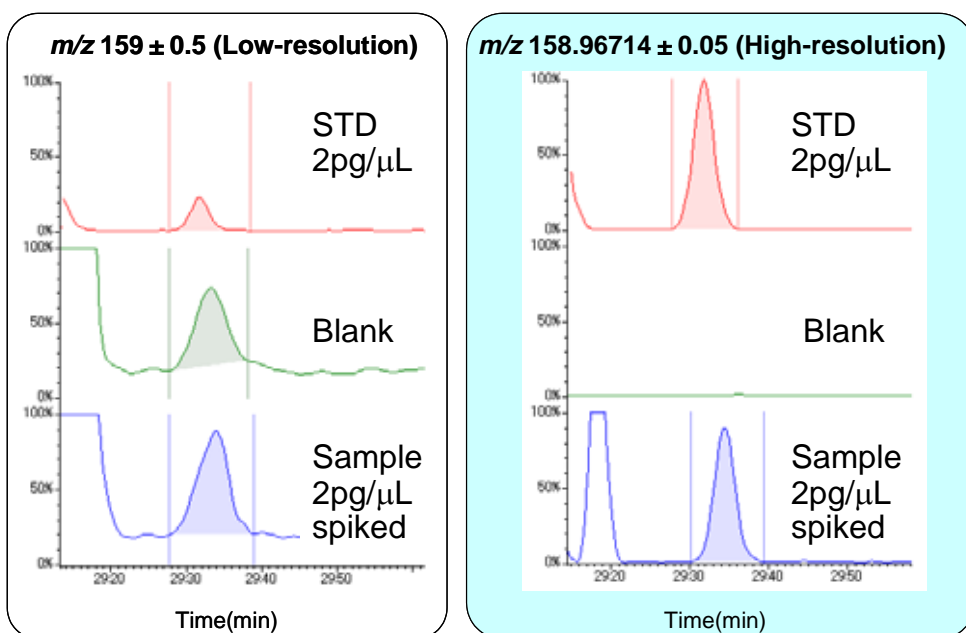


Fig.3 Mass chromatograms of Tetradifon, left: m/z 159 \pm 0.5, right: m/z 158.96714 \pm 0.05.