

# 新型オートサンプラーTriPlusによるDouble Injection 機能を用いた食品中の残留農薬分析

サーモエレクトロン株式会社 C&MS 応用技術部  
編集発行：サーモエレクトロン株式会社 マーケティング部

GCMS06004

## Key Words

- 食品中残留農薬
- ポジティブリスト制
- TriPlus
- Double Injection
- FPD
- GC/MS/MS

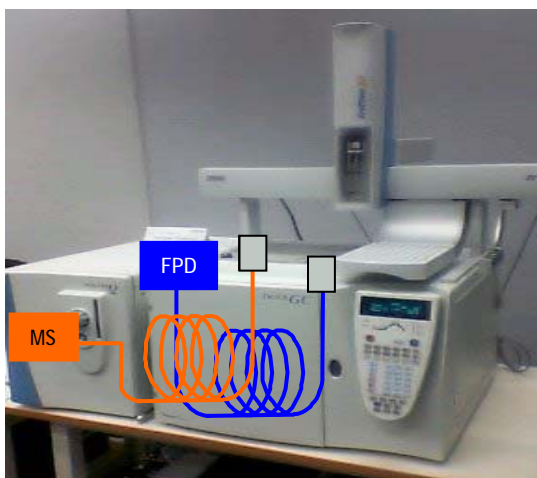
## はじめに

2006年5月に食品衛生法が大幅に改正され、ポジティブリスト制度が導入されます。多成分農薬をできるだけ一斉に分析する必要性とともに、いかに効率のよい分析をするかがキーになってきます。

新型オートサンプラーTriPlusは注入口2つにほぼ同時に注入することができるため、GC/MS以外のデータを同時取得することが可能です。このことにより、GC/MS(/MS)とGC検出器で補完的なデータを取ることや、確認データを同時に取ることが可能です。さらに、データファイルは1つですむため、ファイル管理が非常に楽に行えます。

## TriPlus : Double Injectionシステム概要

TriPlusは通常のS/SL注入法以外にも、大容量注入、内標自動添加、ヘッドスペース分析など、多彩な注入モードが使用できるマルチタイプのオートサンプラーです。その機能の1つにDouble Injectionモードがあります。



Double Injectionモードには下記の2つのモードがあります。  
(1)Confirmation mode : 同じバイアルから2つの注入口へ注入  
(2)DoublePro mode : 各注入口へ、別々のバイアルから注入

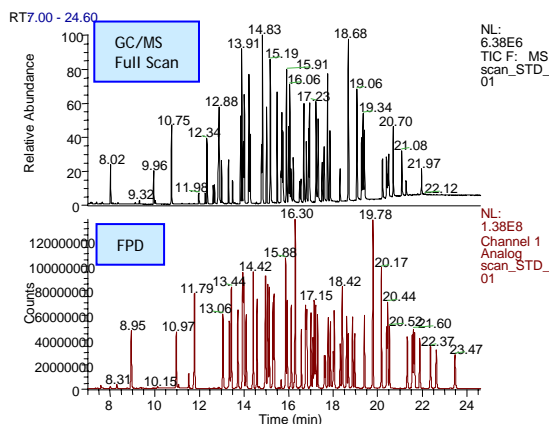


図1: Confirmation modeによる分析例  
1つのデータファイルの中にMSとFPDのデータ

## 分析条件

### 対象化合物：有機リン系農薬

有機リン系用農薬65成分混合溶液[林純薬工業]  
目的によって、他の混合溶液を使用することも可能です。

#### 注入口1(MSと接続)

GC Column : TR-5MS 30m x 0.25mm I.D. df=0.25um  
Injection mode : Splitless with Surge (200kPa, 1min)  
Injection Temp : 240  
Oven Temp : 50 (2.5min) 25 /min 125  
10 /min 280 (10min)  
Flow : constant flow 1.0min/min  
Transferline Temp : 280

MS Ion Source Temp : 220  
Ionization mode : EI (Full Scan or MS/MS)

#### 注入口2(FPDと接続)

GC Column : TR-5MS 30m x 0.25mm I.D. df=0.25um  
Injection mode : PTV Splitless  
Injection Temp : 50 (2min) 14.5 /min 280 (1min)  
Flow : constant flow 1.0min/min  
S/SL注入口2個の場合は、通常のS/SLメソッドになります。

FPD Base Temp : 300  
FPD Temp : 200  
H<sub>2</sub> : 90ml/min  
Air : 115ml/min  
Makeup : None

## サンプル前処理

サンプル：ほうれんそうおよびブロッコリー



サンプル 10g (ほうれんそう・ブロッコリー)

- ↓
- ホモジナイズ抽出  
アセトニトリル 20mL
- ↓
- NaCl 1g, MgSO<sub>4</sub> 4g を加え、すばやく手振り
- ↓
- 遠心分離
- ↓
- Envi-carb/PSA  
アセトニトリル相 8mL負荷  
アセトニトリル/トルエン (3:1) 50mL溶出
- ↓
- 定容  
アセトン/ヘキサン (1:9) 8mL

[参考文献]起橋ら 第83回日本食品衛生学会学術講演会(2005)

## 結果1：ほうれんそう抽出液に農薬0.01ppmを添加したFPD測定結果

ほうれんそう抽出液に0.01ppm添加(サンプル中、検液中とも)してFPDで測定したところ、妨害の影響を受けることなく測定できました。感度的にも十分な結果が得られています。(図2) FPDの場合、結果がチャート紙1枚で検出の有無が分かることから、スクリーニングの時間もきわめて短くすむのが特徴です。

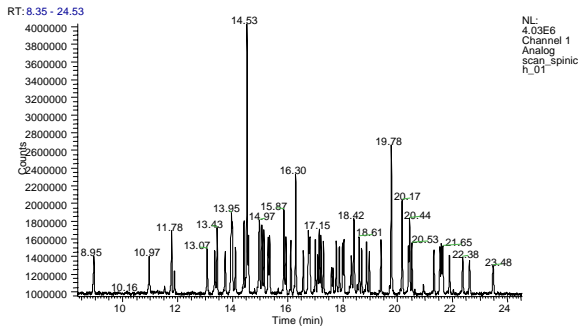


図2：ほうれんそう抽出液に0.01ppm添加したFPD測定結果

## 結果3：Double Injection ほうれんそうにおけるFPDとMS/MSの測定結果

MS/MS測定は、マトリックスによる妨害の影響を除き選択性を高めたすぐれた測定手法ですが、すべての化合物において高感度(0.01ppm目標定量下限値)な測定できるわけではありません。一部ですがFPDの方がより高感度に測定できる化合物も存在します。(図4)

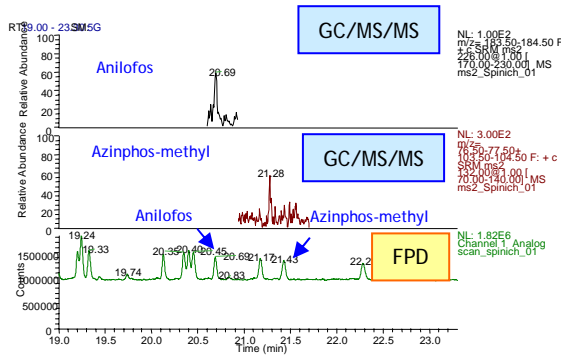


図4：ほうれんそう抽出液におけるFPDとMS/MS測定結果0.01ppm添加

## 結果2：Double Injection ブロccoliにおけるFPDとMS/MSの測定結果

ほうれんそう抽出液の場合にはマトリックスによる妨害成分の影響を受けることなく測定が可能でしたが、ブロッコリーの場合には同じ前処理をしても、大きな妨害成分が現れています。このサンプルの場合には、同時に取ったMS/MSのデータにより0.01ppmの分析が確認できました。(図3)

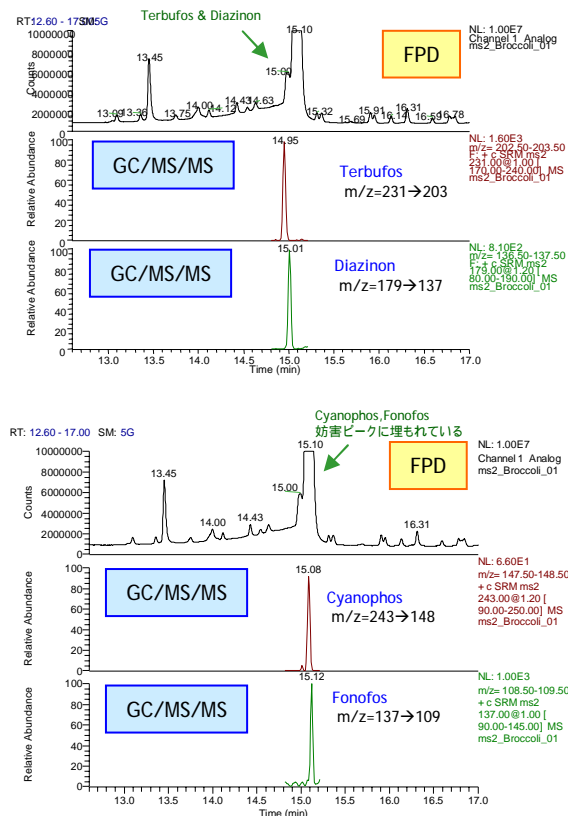


図3：ブロッコリー抽出液におけるFPDとMS/MS測定結果0.01ppm添加

## 結果4：もともとMSよりFPDの方が高感度に測定できる物質

ポジティブリスト制度では、GC/MSによる一斉分析が基本になっていますが、一部GC/MSで測定するよりFPDで測定した方が明らかに高感度・高選択性の化合物があります。デメトン-S-メチル、オメトート、ホスチアゼートの例を下記に示します。(図5)

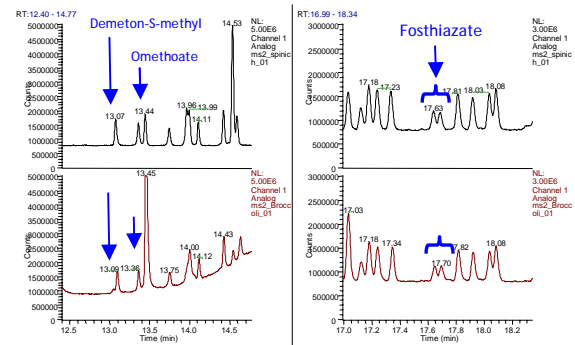


図5：ほうれんそう抽出液(上段)とブロッコリー抽出液(下段)中のホスチアゼート等(FPD測定0.01ppm添加)

## おわりに

ThermoElectron社製の新型オートサンプラーTriPlusを使用することで、1回の分析で2種類の異なるデータを得ることができました。2種類の異なるデータにより、相互に補完的なデータを取ることができ、さらには検出したときの確認も同時に行え、効率よい分析ができることがわかりました。TriPlusによるDouble InjectionはMS/MS以外にもやNCIや四重極SIM+GC検出器の同時測定も可能です。

GCMS06004

サーモエレクトロン株式会社

C & MS 営業本部  
応用技術部

横浜本社  
045-453-9192

大阪支店  
06-6863-1551

E-mail  
info-jp@thermo.com

www.thermoelectron.jp  
(日本)  
www.thermo.com  
(グローバル)

©2005 Thermo Electron Corporation. All trademarks are the property of Thermo Electron Corporation and its subsidiaries.

Specification, terms and pricing are subject to change. Not all products are available in all countries. Please consult your local sales representative for details.

**Thermo**  
ELECTRON CORPORATION