

## ハイスルーブットGC-MS/MS (JMS-TQ4000GC/日本電子) を使用した食品中残留農薬スクリーニング分析 (FastGC測定実験)



ST-L400

For STQ Method

### 前処理フロー

粉砕

試料 採取 (凍結粉砕) ※タルト5g、ほうれん草10g

- 水 7mL(膨潤 15分間) ※タルトのみ
- アセトニトリル 10mL

ホモジナイズ(13,000rpm 1分間)

- 塩化ナトリウム 1g
- クエン酸3Na2水和物 1g
- クエン酸水素2Na1.5水和物 0.5g

攪拌 (10秒程度)

- 無水硫酸マグネシウム 4g

攪拌 (手で振とう 1分間)

遠心分離 (3,500rpm 5分間)

アセトニトリル層 (抽出液)

- 試料瓶に分取 2mL...①
- (自動前処理装置にセット)

### 自動前処理装置 ST-L400

- 負荷 [通液] 抽出液① 0.5mL

Smart-SPE C18-50mg : 精製

- 通液 アセトニトリル-水 (9/1)

流出液

- 添加 10%食塩水 約12mL

Smart-SPE C18-50mg : 保持

- 洗浄 水 2mL

乾燥 (窒素ガス 2分間)

Smart-SPE 連結PSA-30mg : 精製

- 溶出 アセトン-ヘキサン (15/85) 1mL

溶出液

定容 (1mL) ;アセトン-ヘキサン (15/85) で調整

GC-MS/MS (LVI-S200大量注入20μL)

### 実験方法

- STQ-GC-B法により得られたサンプルブランク液 (測定液) に混合標準液を1-100ppbとなるように添加。また、疑似マトリックスとしてPEG300 (ポリエチレングリコール) をマルチレイヤーで共注入。

- 混合標準液: 富士フイルム和光純薬 (PL1,2,3,4,5,6,9,10,11,12,13)

- 測定条件:

【GC条件】

注入口: GC大量注入口LVI-S200 (アイステイサイエンス)

インサート: スパイラルインサート (アイステイサイエンス)

注入口モード: Solvent Vent

注入量: 20μL

注入口温度: 100°C (0.1min) - 260°C (120°C/min, 3min)  
- 280°C (20°C/min, 9min)

GCオープン: 50°C(3min)-50°C/min-120°C(0min)  
-30°C/min-300°C(4.6min) (全15分)

カラム: DB-5ms(Agilent), 20m x 0.18mm, 0.18μm

カラム制御モード: Constant Flow

カラム流量: 0.7mL/min

【MS条件】

トリプルQMS: JMS-TQ4000GC (日本電子)

イオン源: EI, 70eV (50μA), 280°C

GCインターフェース温度: 300°C

SRMモード: 高速モード



JMS-TQ4000GC (日本電子)



大量注入口装置(LVI-S200)及び胃袋型インサート (アイステイサイエンス)

### 前処理ポイント

1段目のC18で無・低極性夾雑物を除去し目的成分をスルーさせます。2段目のC18では目的成分を保持させ、高極性夾雑物を除去します。2段目のC18から目的成分を溶出する際に下にPSAを連結することで高級脂肪酸やイオン性夾雑物などを除去します。

### 結果と考察

1. FastGC条件を用いることで農薬292成分の測定時間を15分にまで短縮することができた。
2. 農薬292成分の1ppb添加で、ほうれん草、フルーツタルトいずれも96%の成分がCVが30%以下、約90%でCVが20%以下であった。
3. 農薬292成分の97.6%でほうれん草、フルーツタルトいずれも1ppb以下の装置検出限界を有していた。
4. 1ppbから100ppbの検量線は農薬292成分の86%で決定係数が0.995以上であった。
5. これら再現性、装置検出限界、検量線の結果からJMS-TQ4000GC にFastGC条件とGC大量注入口 (LVIシリーズ、アイステイサイエンス社) を適用することで1ppbレベルまでの定量分析ができ、ハイスルーブットな農薬のスクリーニングだけでなく精密定量も可能であることが示された。

### Sample



### Information

参考文献

2019JASIS  
新技術説明会発表資料

「15分! ハイスルーブット  
GC-MS/MSを使用した食  
品中残留農薬スクリーニング  
分析例の紹介」

日本電子株式会社  
MS事業ユニット  
江 潤卿

### Key Words

残留農薬分析  
FastGC  
STQ法  
自動前処理装置  
固相抽出

AiSTI SCIENCE

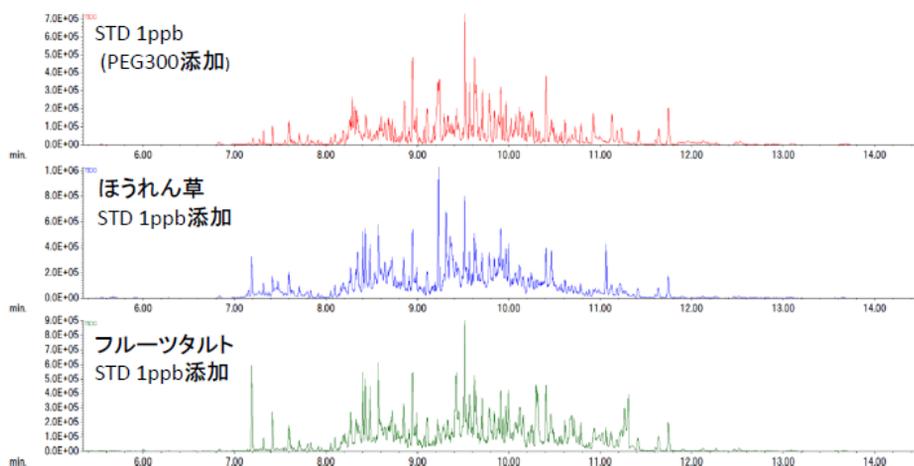
### Product

LVI-S250  
ST-L400  
Smart-SPE C18-50  
Smart-SPE PSA-30

株式会社アイステイサイエンス  
www.aisti.co.jp

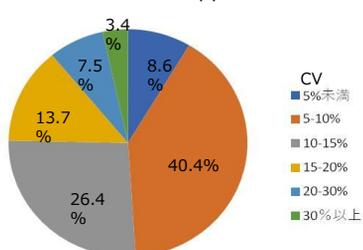
お問い合わせ先  
TEL. 073-475-0033  
E-Mail: as@aisti.co.jp

【農薬 (292成分,1ppb) のTICC】

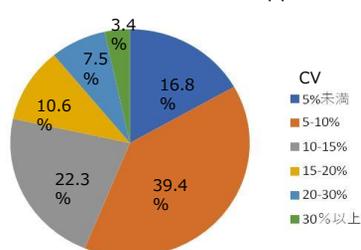


【292成分 1ppb添加の再現性分布】 ※CV(%), n=8、サンプルブランク液 (測定液) に標準液を添加

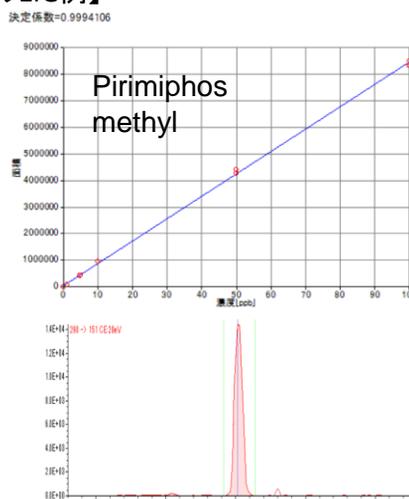
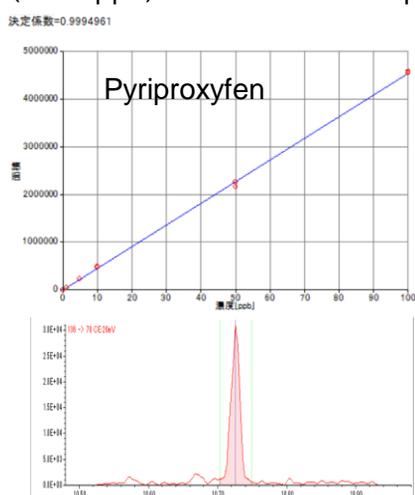
ほうれん草 STD 1ppb添加



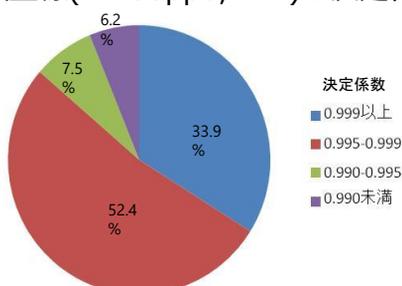
フルーツタルト STD 1ppb添加



【検量線例(1-100ppb)とフルーツタルト1ppb添加試料のEIC例】



【農薬292成分の検量線(1-100ppb,n=2)の決定係数の分布】



【GC-MS/MS : JMS-TQ4000GC】  
に関するお問い合わせ先

日本電子株式会社 (JEOL)

<https://www.jeol.co.jp/>  
TEL : 0120-134-788