

水素キャリアガスを用いたトリプル四重極 GC/MS による食品中残留農薬分析 (総評)



Author

杉立久仁代

アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

トリプル四重極 GC/MS を用いた残留農薬分析において、水素をキャリアガスとしてメソッド開発を行いました。アプリケーションノート GC-MS-202003SG-002~005 にそれらの結果を示します。水素をキャリアガスとして使用する場合には、ヘリウムキャリアガスと同一の分析条件を用いると、注入口圧力が大幅に低下するため、目的に応じて分析条件を工夫する必要があります。この総評では、各メソッドの特長を示しました。

Key word：食品中残留農薬分析、水素キャリアガス、トリプル四重極 GC/MS、7000D

1. メソッド開発のポイント

注入口圧力を高くする

水素はヘリウムより粘性が低いいため、ヘリウムと同等の1ml/分程度のカラム流量に設定すると、注入口圧力が極端に下がり、空気を巻き込んだり、制御が困難になるリスクがあります。従って、通常ヘッド圧を約5psi以上に設定する必要があります。そのため水素キャリアガスを使うには、以下の条件を考慮するとよいでしょう。

- ① GCの初期温度を高くする
- ② カラム流量を増やす
- ③ カラムの内径を細くする

加えて、期待する感度が得られるか、多成分一斉分析が可能か、カラムへの負荷量が落ちないか、などもメソッド開発時に考慮すべきポイントです。

2. 各メソッドの特長

長さ30m×内径0.25mm, 膜厚0.25μmカラムの使用

アプリケーションノートGC-MS-202003SG-002および003では残留農薬分析で一般的に使用される長さ30m、内径0.25mmのカラムを用いた手法を開発しました。GCの初期温度を70°C、キャリアガス流量を1.5mL/min以上に設定することで注入口圧力を安定して制御できます。

ヘリウムキャリアガスと切り替えて測定する場合に特に有効です。リテンションタイムはヘリウムキャリアガスの時と比べて2~3分程度早くなります。

長さ20m×内径0.18mm, 膜厚0.36μmカラムの使用

アプリケーションノートGC-MS-202003SG-004では内径の細かいカラムを使用した高速分析メソッドを開発しました。内径を細くすることで、安定して注入口圧力を制御できます。また、カラムへの負荷量が極端に落ちないように膜厚を0.36μmとしました。反面、膜厚が厚いことで、カラム中で分解しやすい農薬(ピラゾキシフェンなど)の測定は困難になります。測定対象農薬数がそれほど多くない場合に適したアプリケーションです。但し、*Intelligent MRM*データベースには登録のない条件となりますので、事前にリテンションタイムの確認が必要になります。

※本アプリケーションノートとは別に、ある程度の一斉分析が可能なメソッドも開発しており、それを用いればデータベースの使用が可能となります。

長さ40m×内径0.25mm, 膜厚0.25μmカラムの使用

アプリケーションノートGC-MS-202003SG-005ではカラムの長さを長くすることで抵抗を持たせ、注入口の圧力を制御しています。長さ40mのカラムを用いることで、*Intelligent MRM*データベースの条件(キャリアガス流量やリテンションタイム情報)を使用することが可能となります。

但し、40mカラムは特注品のため、納期・価格でデメリットが生じます。

補足

アプリケーションノートでは代表的なメソッドを示しましたが、目的に合わせて条件を変更することも可能です。その場合は、1.のメソッド開発のポイントが参考になります。

3. アプリケーションノート

GC-MS-202003SG-002

水素キャリアガスを用いたトリプル四重極GC/MSによる食品中残留農薬分析 (1)
30 mx0.25 mmカラムを用いた分析例(APs*添加なし)

GC-MS-202003SG-003

水素キャリアガスを用いたトリプル四重極GC/MSによる食品中残留農薬分析 (2)
30 mx0.25 mmカラムを用いた分析例(APs*添加)

GC-MS-202003SG-004

水素キャリアガスを用いたトリプル四重極GC/MSによる食品中残留農薬分析 (3)
20 mx0.18 mmカラムを用いた分析例(APs*添加なし)

GC-MS-202003SG-005

水素キャリアガスを用いたトリプル四重極GC/MSによる食品中残留農薬分析 (4)
40 mx0.25 mmカラムを用いた分析例(APs*添加なし)

*APs:Analyte Protectantsの略

水素の取り扱いについて

水素ガスは酸素との混合により引火爆発を起こしやすいガスです。水素ガスは水素ガス供給源、ガスを導入する分析機器および途中配管を含めた使用環境、機器操作等に、使用者の責任において最新の注意の上で取り扱う必要があります。詳細な情報は、以下リンクからご覧いただけます。

<http://www.chem-agilent.com/contents.php?id=1002538>

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2020

Printed in Japan, March 19, 2020

GC-MS-202003SG-001

DE44306.9725810185

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

