

水素キャリアガスを用いた Intuvo 9000 GC-7000D トリプル四重極 GC/MS による食品中の残留農薬分析

著者

杉立 久仁代¹、寺田 貴代²、
篠原 菜穂子²、田中 希義²、
大塚 剛史¹、中村 貞夫¹

¹アジレント・テクノロジー
株式会社

²カゴメ株式会社

要旨

近年のヘリウム供給不足やサステナブルなラボへの意識の高まりから、代替キャリアガスによる分析の需要が高まっています。中でも、感度や分離の面から水素キャリアガスは GC/MS 分析における代替キャリアガスとして最も有望なガスとなります。

本アプリケーションノートでは、水素キャリアガスを用い、Intuvo 9000 GC と 7000D トリプル四重極 GC/MS を用いた残留農薬分析を検討しましたので、報告します。なお、検量線には標準添加法を用い、良好な直線性と再現性が得られました。

はじめに

近年の度重なるヘリウム危機により、ヘリウムの入手困難や高騰が続いており、GC/MS のキャリアガスの節約や変更が行われています。代替キャリアガスの中でも水素キャリアガスは従来よりカラムの性能評価などに使われており、とりわけ GC/MS においては分離および感度の面から代替キャリアガスの最も有力な候補となります。また、グリーン水素の利用により、生成から使用においてすべての工程で二酸化炭素を排出しない水素は、環境への負荷が少なく、持続可能なエネルギーとして注目されています。

さらには消費電力の低い装置の利用など、環境への負荷の少ない取り組みは、サステナブルなラボを運用する意味でも重要です。

今回は、消費電力の低い Intuvo 9000 GC と水素キャリアガスを用い、標準添加法による残留農薬分析の検討を行いましたので報告します。

分析条件

Intuvo 9000 GC について

Intuvo 9000 GC はカラムをダイレクトに加熱することができ、消費電力を従来の 1/2 に抑えることができる GC です。また、カラムのトリミングが不要となっており、ガードチップ（不活性化処理済み）がガードカラムの役割をします。

図 1 に Intuvo 9000 GC-7000D トリプル四重極 GC/MS の写真とカラムおよびガードチップの写真を示します。

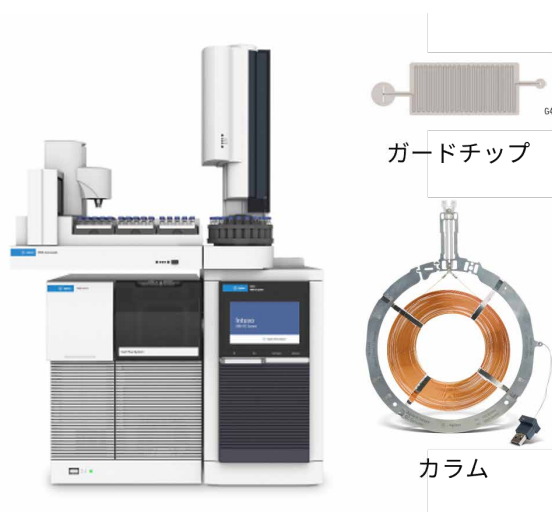


図 1. Intuvo 9000 GC-7000D トリプル四重極 GC/MS

装置	Intuvo 9000 GC-7000D トリプル四重極 GC/MS
カラム	DB-5msUI (p/n 122-5532UI-INT) 長さ 30 m, 内径 0.25 mm, 膜厚 0.25 μ m
注入モード	パルスドスプリットレス (20 psi, 1 min)
注入口温度	250 $^{\circ}$ C
ガードチップ温度	オーブントラック

バス温度	: 280 $^{\circ}$ C
注入口ライナ	: ウルトライナートスプリットレスライナ (p/n 5190-2293)
注入量	: 2 μ L
カラム流量	: 1.3 mL/min
オープン温度	: 70 $^{\circ}$ C (2 min) - 25 $^{\circ}$ C/min - 150 $^{\circ}$ C - 3 $^{\circ}$ C/min - 200 $^{\circ}$ C (0 min) - 8 $^{\circ}$ C/min - 310 $^{\circ}$ C (5 min)
トランスファーライン温度	: 290 $^{\circ}$ C
イオン源温度	: 300 $^{\circ}$ C
測定モード	: MRM
ゲイン係数	: 10

サンプル

QuEChERS 法で前処理を行ったトマトと、通知法で前処理を行ったハウレンソウを用いました。サンプル溶液の最終溶媒はどちらもアセトン/ヘキサン (1:1, V/V) です。

検量線

単品で 400 ~ 2000 ppm の標準原液 (204 化合物) を調製したものを混合し、10 ppm 混合溶液を作成しました。10 ppm 混合溶液をサンプル抽出液で段階的に希釈し、5, 10, 20, 50, 100, 200 ppb (6 点) を調製しました。

今回測定した農薬は図 4 の MRM クロマトグラムを参照ください。

結果

検量線

検量線の決定係数 (R^2) の分布を図 2 に示します。トマトでは 95 % 以上の農薬で、ハウレンソウでは 92 % 以上の農薬で決定係数 (R^2) が 0.998 以上と非常に良好な結果が得られました。決定係数 (R^2) が 0.995 未満だった農薬は、アレスリン I II、イソピラザム II、ジャスモリン II など、感度が低い農薬でした。

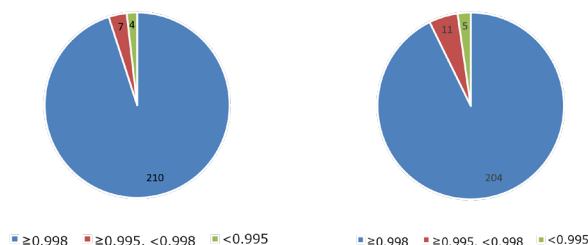


図 2. 検量線の決定係数 (R^2) の分布 左: トマト 右: ハウレンソウ

再現性

トマトおよびホウレンソウ抽出液に農薬が 5 ppb, 10 ppb になるように添加し、5 回連続測定での再現性を検討しました。再現性 (%RSD) の分布を図 3 に示します。5 ppb 添加の場合は 80 % 以上の農薬で、10 ppb 添加の場合は 90 % 以上の農薬で RSD が 10 % 未満と良好な結果が得られました。

ただし、アレスリン I II、イソピラザム II、ジャスモリン II、シネリン I、ピレトリン II、トリフルミゾール、プロヒドロジャスモン II などは感度が厳しく、5 ppb では再現性が 20 % を超えていました。

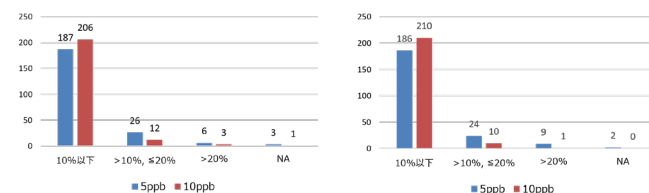


図 3. 再現性 (%RSD) の分布 左：トマト 右：ホウレンソウ

MRM クロマトグラム

Intuvo 9000 GC-7000D トリプル四重極 GC/MS を水素キャリアガスで測定したときのトマト 10 ppb 添加を例として図 4 に MRM クロマトグラムを示します。

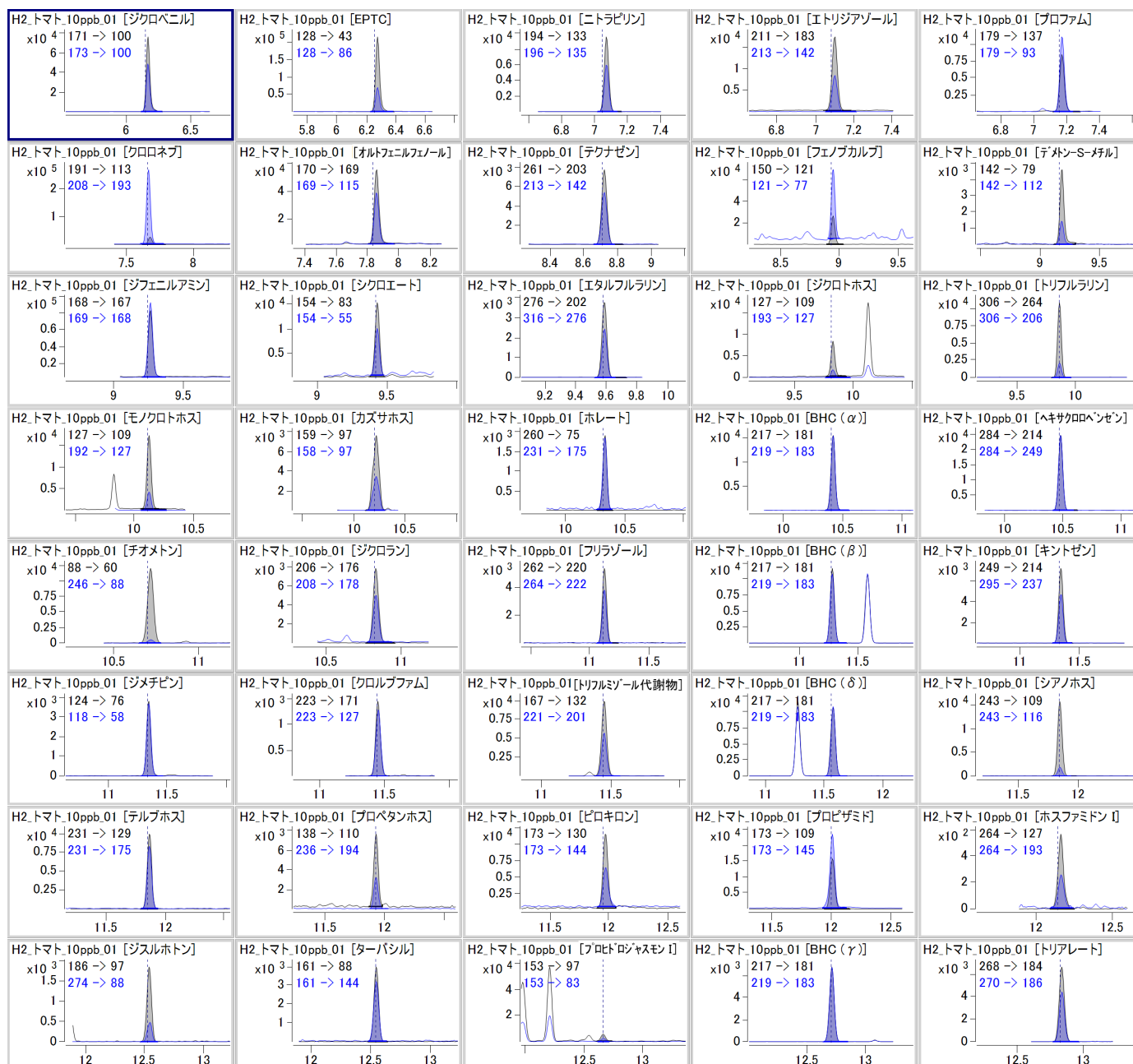


図 4. トマト抽出液に農薬を 10 ppb 添加したときの MRM クロマトグラム

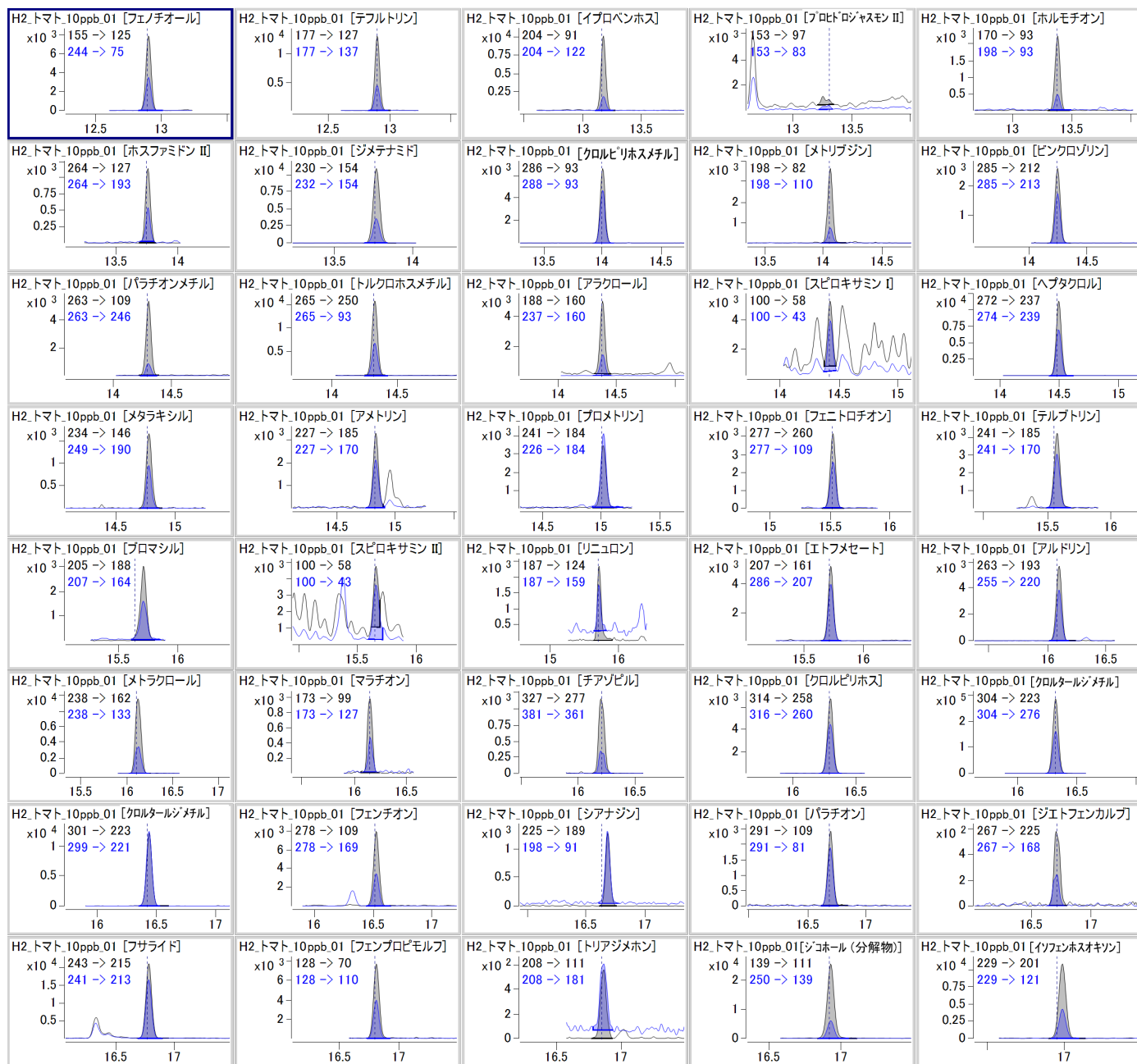


図 4. 続き

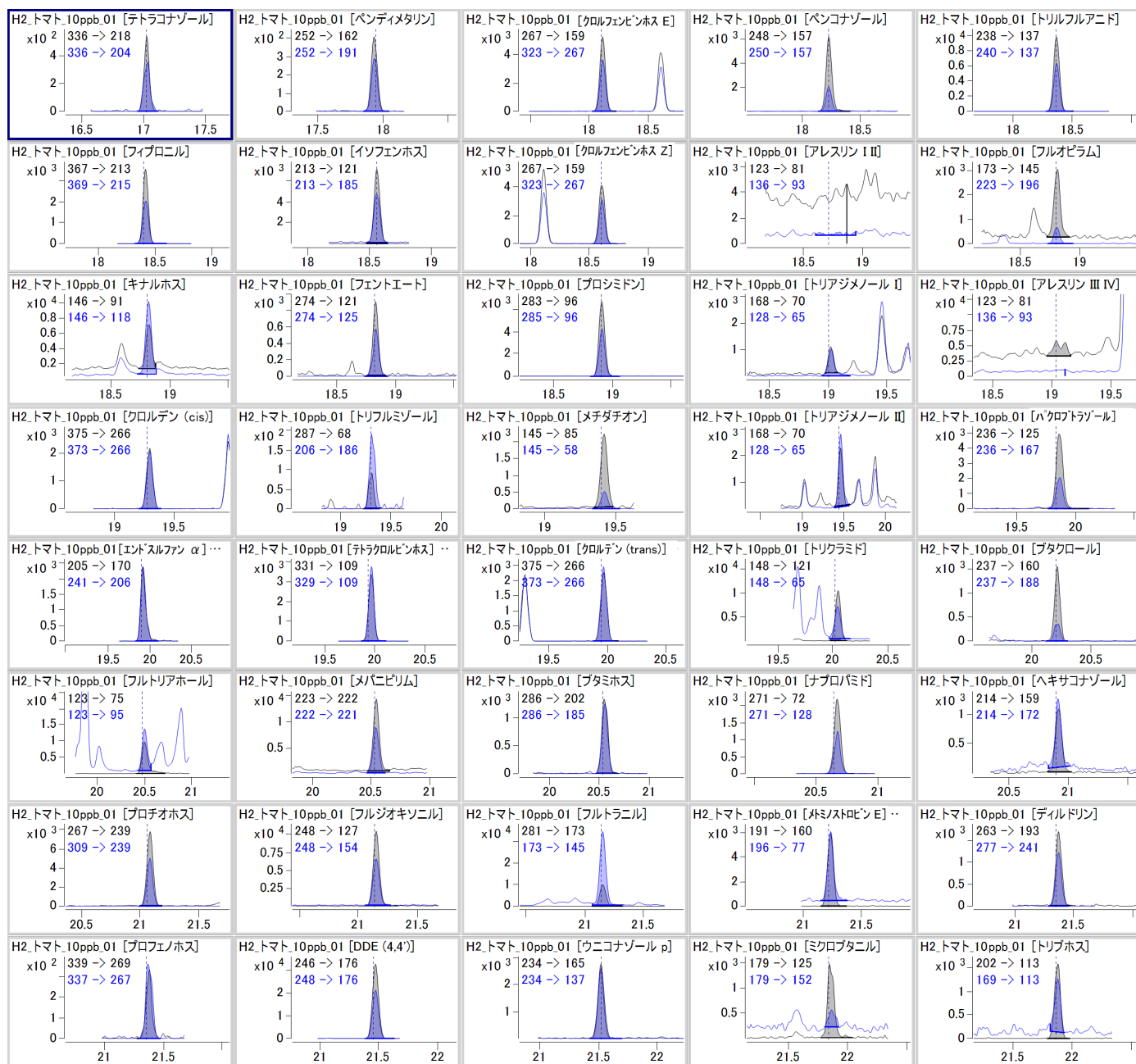


図 4. 続き

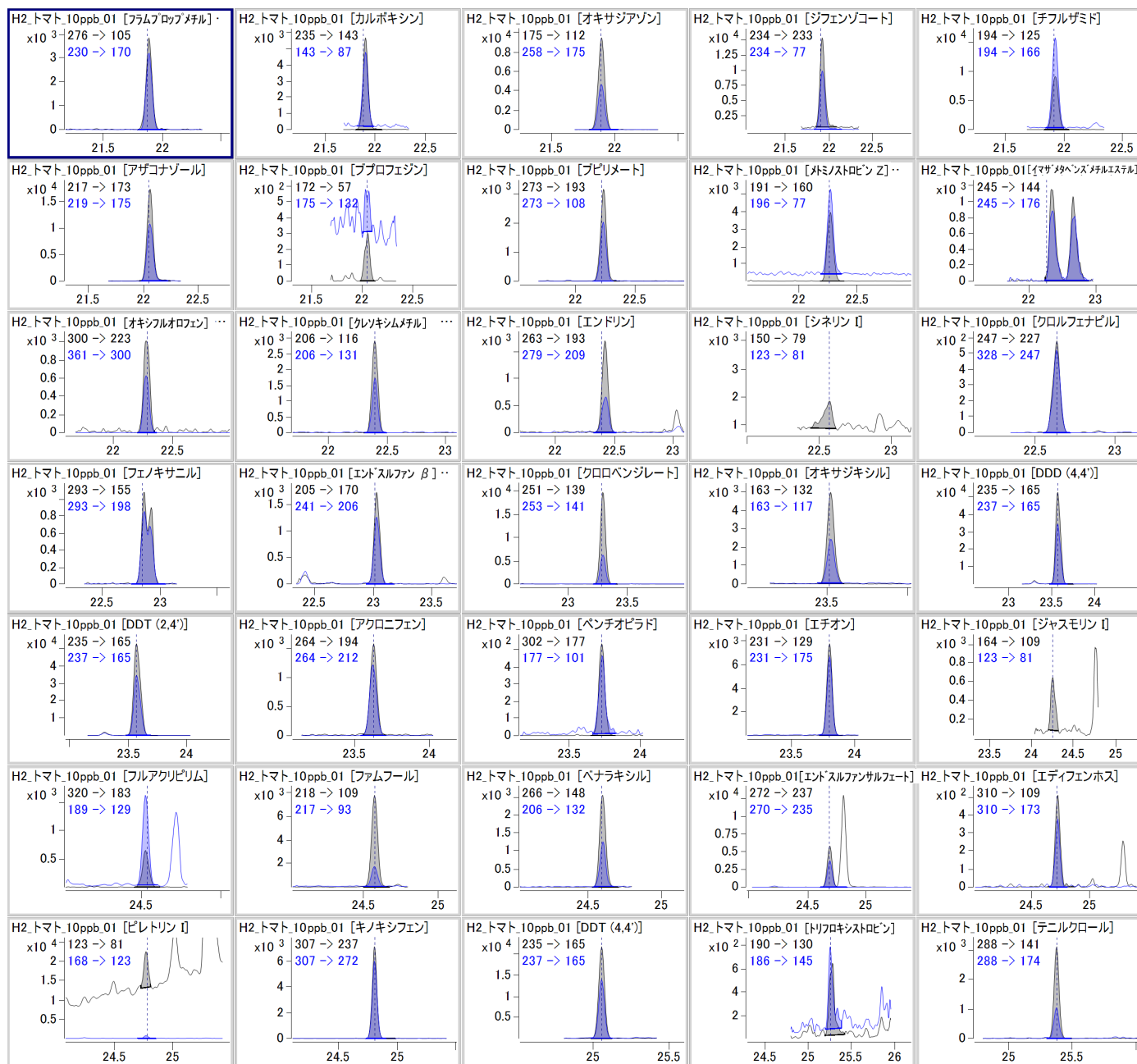


図 4. 続き

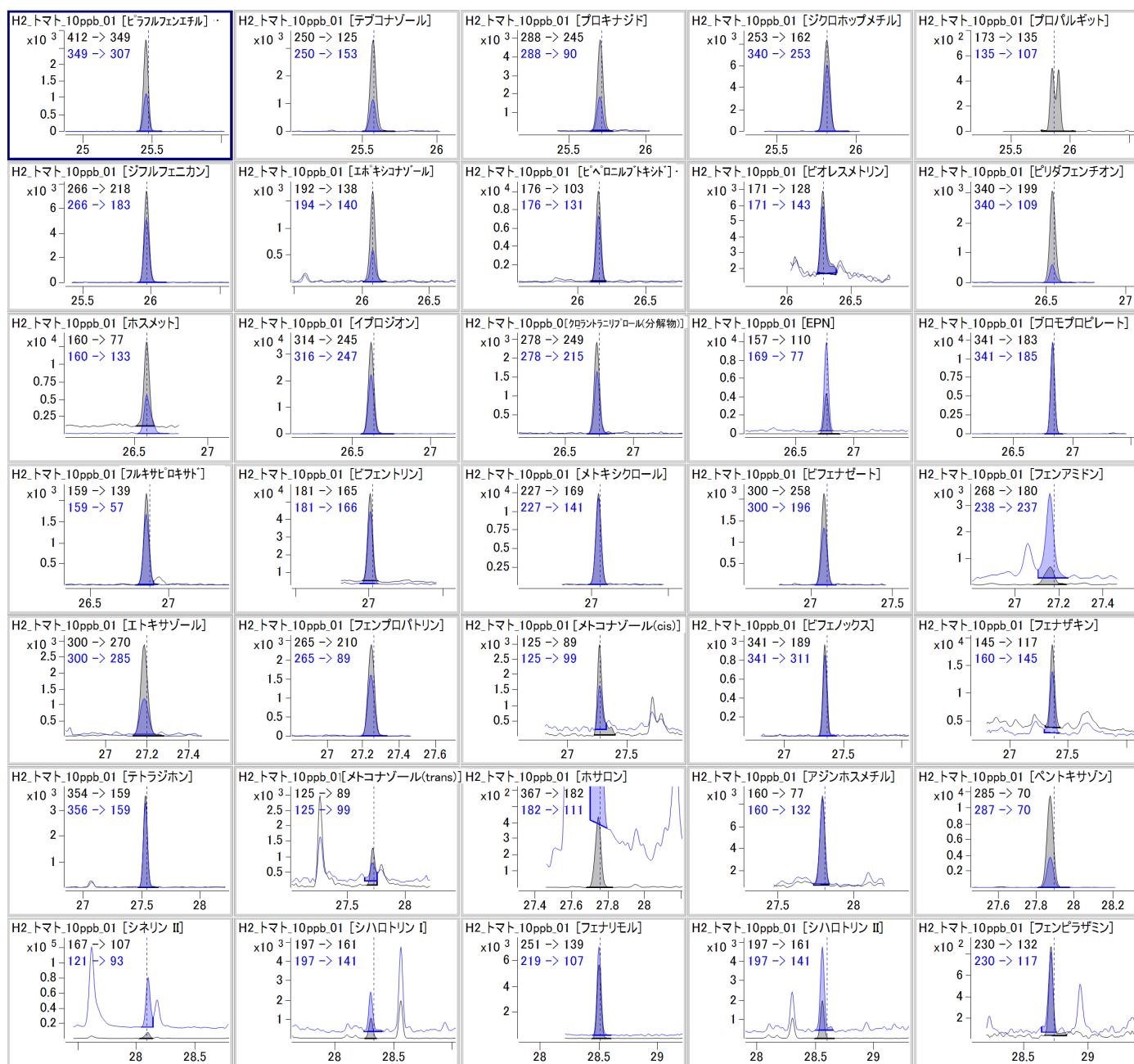


図 4. 続き

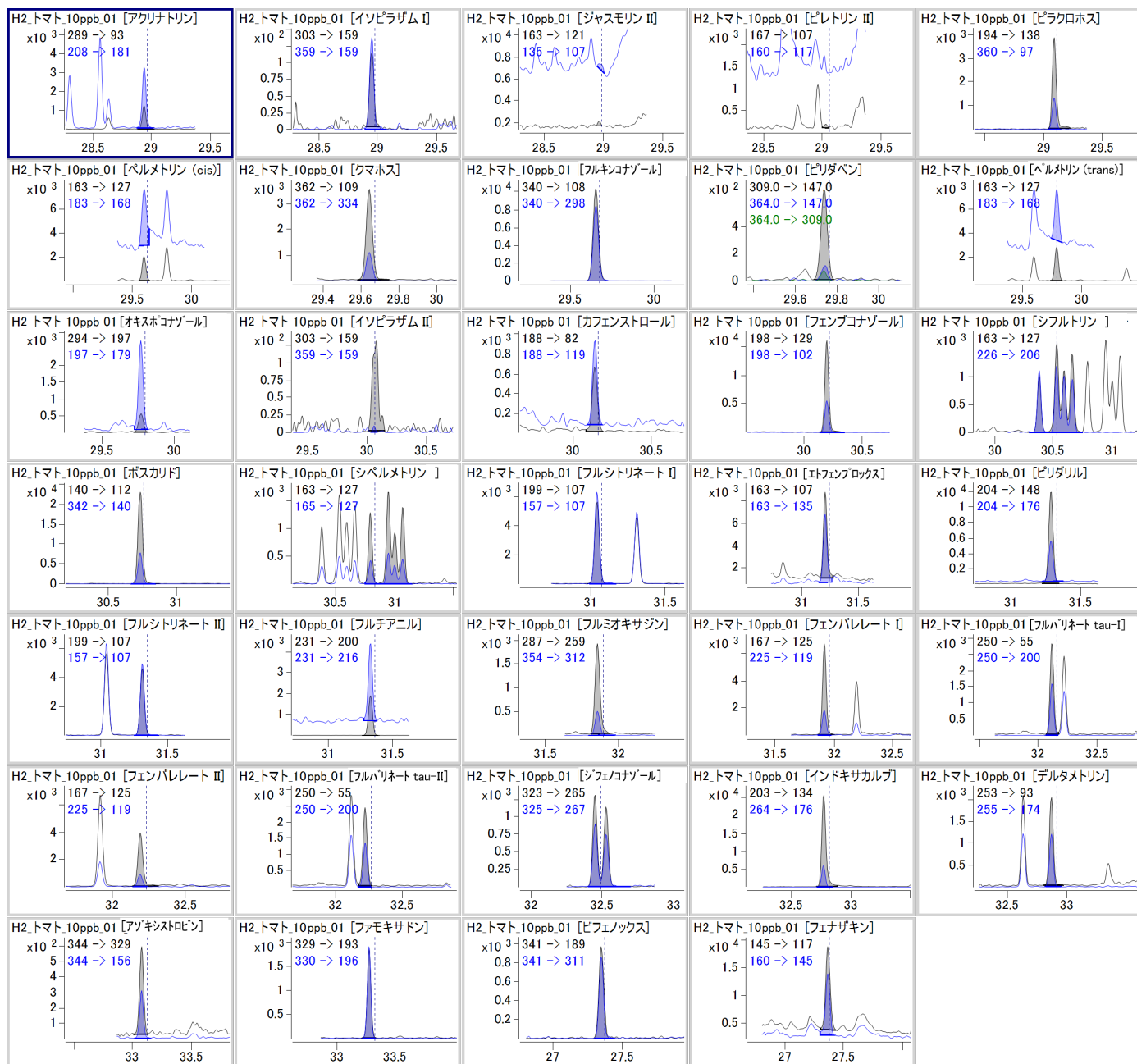


図 4. 続き

まとめ

Intuvo 9000 GC-7000D トリプル四重極 GC/MS を用いて、水素キャリアガスによる残留農薬分析の検討を行いました。ヘリウムキャリアガスを使用した場合でも感度を得るのが難しかった一部の農薬は水素キャリアガスでも同様に感度が厳しかったものの、90 % 以上の農薬で 5 ppb まで検出が可能でした。また標準添加法による検量線の直線性や再現性も良好な結果が得られました。

※水素ガス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細心の注意の上で取り扱う必要があります。

Intuvo 9000 GC に関するより詳細な情報は、下記の技術概要をご確認ください。

技術概要：Agilent Intuvo 9000 GC システムにおける水素の安全性
(資料番号5994-5412JAJP)

[Agilent Intuvo 9000GC システムにおける水素の安全性](#)

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタマコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

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。

DE00464148

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2022

Printed in Japan, December 2, 2022

5994-5586JAJP