

LC/MS/MSを用いた N-メチルカルバメート系農薬の分析

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社 C&MS応用技術部
編集発行：マーケティング部

LCMS07006

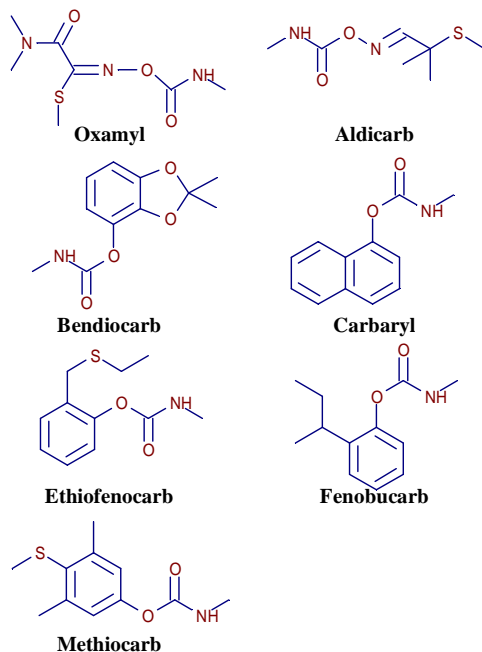
Key Words

- LC/MS/MS
- SRM
- カルバメート系農薬
- ポジティブリスト

はじめに

N-メチルカルバメート系農薬は殺虫剤や除草剤として広く利用されており、食品に残留する農薬等の試験法で個別試験法の項目となっております。現在通知法では、ポストカラム反応蛍光検出器付き高速液体クロマトグラフ及びガスクロマトグラフ質量分析計を用いて分析が行われています。今回、N-メチルカルバメート系農薬7種について、より高感度な分析を目指して、LC/MS/MS分析を行いましたのでご紹介します。

分析対象化合物



分析条件

HPLC : NANOSPACE SI-2 ((株)資生堂)

カラム : Capcell Pak C18 MG 100 x 2.1mm, 5μ
 移動相 A : 0.1% ギ酸水溶液
 移動相 B : アセトニトリル
 グラジエント : 10%B(0min) 10%B(0.5min)
 90%B(0.6min) 98%B(6min) 98%B(in 2min)
 注入量 : 5 μl
 流速 : 200 μl/min
 カラム温度 : 40

MS : TSQ Quantum Discovery MAX

イオン化法 : Positive ESI
 スプレー電圧 : 4500 V
 シースガス : 60
 AUXガス : 30
 キャピラリー温度 : 270
 ソースCID : 7 V
 コリジョンガス、ガス圧 : Ar, 1.0 mTorr

SRM (Selected Reaction Monitoring) 条件

化合物名	プレカーサイオン (m/z)	プロダクトイオン (m/z)	コリジョンエネルギー (eV)
Oxamyl	237.10	72.0	14
Aldicarb	208.13	116.0	10
Bendiocarb	224.11	167.0	10
Carbaryl	202.10	145.0	12
Ethiofenocarb	226.10	107.0	14
Fenobucarb	208.15	95.0	13
Methiocarb	226.10	169.0	10

結果

混合標準試料1.0 ppbのSRMクロマトグラム、検量線および再現性の結果を示しています。

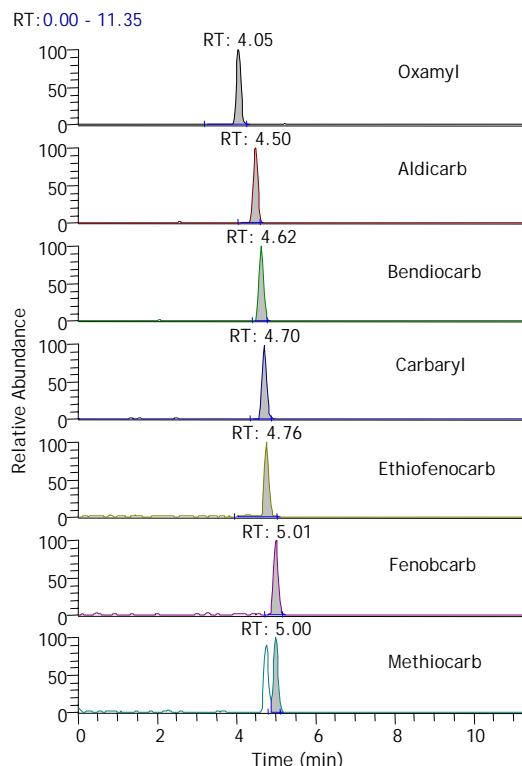


図1: 標準試料1.0 ppbのSRMクロマトグラム

図2には0.1 ppb-100 ppbでの検量線を示しております。また、各グラフ内に r^2 値を示しています。すべての化合物で、 r^2 0.999の良好な直線性が得られています。

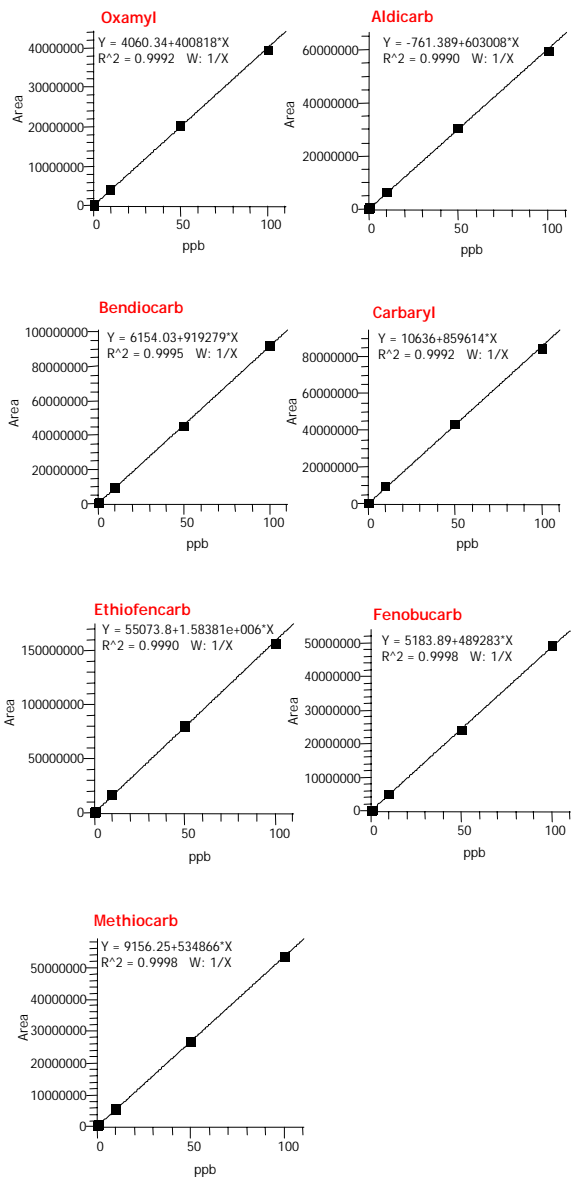


図2：各化合物の検量線

標準試料0.5 ppb の再現性について以下に示しています。すべての化合物で良好な結果が得られています。

Component Name	RT	Area	Calculated Amount	%RSD
Oxamyl	4.05	210562	0.515	4.9%
	4.05	231235	0.567	
	4.05	212539	0.520	
	4.05	226350	0.555	
	4.07	233875	0.573	
Aldicarb	4.47	284301	0.473	3.8%
	4.47	298507	0.496	
	4.47	305389	0.508	
	4.48	295639	0.492	
	4.47	315239	0.524	
Bendiocarb	4.62	442479	0.475	2.2%
	4.62	466527	0.501	
	4.62	446308	0.479	
	4.62	445263	0.478	
	4.62	449367	0.482	
Carbaryl	4.70	483102	0.550	4.8%
	4.70	430137	0.488	
	4.70	446237	0.507	
	4.71	474652	0.540	
	4.70	465416	0.529	
Ethiofencarb	4.76	838022	0.494	2.9%
	4.74	864937	0.511	
	4.76	887371	0.526	
	4.74	827816	0.488	
	4.74	848207	0.501	
Fenobucarb	4.99	237453	0.475	1.6%
	4.99	240321	0.481	
	4.99	241889	0.484	
	4.99	247138	0.495	
	4.99	244964	0.490	
Methiocarb	4.97	259039	0.467	5.3%
	5.00	286084	0.518	
	5.00	275661	0.498	
	5.00	287441	0.520	
	5.00	259036	0.467	

表1：標準試料0.5 ppbの再現性

おわりに

Thermo Fisher Scientific社製 TSQ Quantum Discovery MAX を用いることで、N-メチルカルバメート系農薬を感度・精度とも良好に分析が可能でした。

LCMS07006

サーモフィッシャー
サイエンティフィック株式会社

C & MS営業本部

横浜本社
045-453-9197

大阪支店
06-6863-1551

E-mail
info-jp@thermo.com

www.thermoelectron.jp

(日本)

www.thermofisher.com
(グローバル)

©2006 Thermo Fisher Scientific Inc. All trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific Inc. 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
SCIENTIFIC