

800 回にわたる注入で 190 種類の農薬を 高感度検出する優れた耐久性と 革新的な堅牢性



著者

Brooke C. Reaser
Agilent Technologies, Inc.

概要

GC/MS のユーザーにとって、多成分残留農薬の分析は、特に困難であると同時に重要な分析の 1 つです。Agilent 8890 ガスクロマトグラフ (GC) と、アップグレードされた超高感度イオン源 2.0 (HES 2.0) を搭載した Agilent 7010 トリプル四重極質量分析装置 (GC/TQ) の組み合わせにより、複雑なサンプルで多成分残留農薬が測定できる分析精度、堅牢性、再現性が得られます。Agilent QuEChERS 抽出キットを用いて得られたホウレンソウ抽出液に含まれる 190 化合物の農薬の分析を 800 回にわたって連続して測定しました。その連続注入の間、必要だったのは GC 注入口のメンテナンスだけでした。GC/MS は、マルチモード注入口、ミッドカラムバックフラッシュ構成、および HES 2.0 で構成し、堅牢なパフォーマンスを実現しました。分析メソッドや感度、装置性能に劣化が発生しなかったため、ホウレンソウ中の農薬を高いスループットで、正確かつ確実に、高感度で検出できました。

はじめに

多成分残留農薬の分析は、食品安全性にとって、依然として重要な分析課題です。^{1,7} 農作物を増産するために使用された農薬は最終製品にまで残る可能性があり、消費者の安全に懸念をもたらしています。そのため、世界中の複数の政府機関が、製品に許容される農薬の最大残留基準値 (MRL) または許容に関する要件を公表しています。しかし、新しい農薬が導入されるなど、食品製品に使用される農薬の数は増え続けます。その結果、多成分残留農薬の分析がさらに複雑になっていきます。

特に困難なマトリックスに対しては、多成分残留農薬の分析のサンプル前処理法として、QuEChERS (キャッチャーズ: Quick (高速)、Easy (簡単)、Cheap (低価格)、Effective (効果的)、Rugged (高い耐久性)、Safe (安全) の略) が広く受け入れられています。¹ Agilent QuEChERS 抽出キットは、分散および抽出剤、抽出塩、セラミックホモジナイザを使いやすいキットにパッケージ化したものです。このキットは、Association of Official Agricultural Chemists (AOAC)² や欧州規格 (EN)³ のメソッドなど、さまざまなメソッドにあらかじめ対応しています。

食品の QuEChERS 抽出物の分析には、GC または 高速液体クロマトグラフィー (HPLC) を、質量分析計 (MS) またはタンデム質量分析計 (MS/MS) と組み合わせて用います。^{4,5} サンプルのクリーンアップの程度や分析対象の食品によっては、QuEChERS 抽出物が原因で機器が汚染され、データ品質が低下すること

があります。⁶ このような汚染は、感度の低下、リテンションタイムの変動、ピーク形状不良など、さまざまな形で現れます。メソッドの結果の堅牢性と精度を確保するには、GC 注入口のメンテナンス、GC カラムのトリミング、イオン源のクリーニングといった機器の定期メンテナンスが必要です。

バックフラッシュは、複雑なマトリックスの GC/MS/MS 分析を向上させるための重要な手法の 1 つです。⁷ バックフラッシュによってキャピラリカラム内のフローを逆流させることで、不要なマトリックス成分を GC スプリットベントから排出し、検出器に送らないようにします。バックフラッシュはメソッドの堅牢性を向上させるため、質量分析計に必要なメンテナンスを最小限に抑えられます。

アジレントは 7010D トリプル四重極質量分析装置 (TQ) の一部として、新しい HES 2.0 イオン源を導入しました。これは 7010A/B/C GC/TQ 機器へのアップグレードとしても提供されます。HES 2.0 イオン源によりシステムの堅牢性が向上するため、食品マトリックス中の農薬を数百回注入する分析を行っても、必要になるのは GC メンテナンスとイオン源のクリーニングだけです。HES 2.0 は、超微量レベル

の分析において、オリジナルの HES と同様に非常に優れた高感度検出を実現します。

ハウレンソウ抽出液に含まれる多成分残留農薬の分析は、HES 2.0 でアップグレードした 7010B GC/TQ を用いて行いました。マトリックス適合標準を使用し、多成分残留標準 50 ppb でスパイクしたハウレンソウ幼葉抽出液を 400 回余り注入して分析と定量を行い、メソッドと機器の両方の堅牢性を実証しました。マルチモード注入口 (MMI)、および 15 m カラム 2 本の間でのバックフラッシュにより、GC 注入口メンテナンスのダウンタイムを最小限に抑えることができました。感度と定量精度を維持するために、質量分析計をメンテナンスする必要はありませんでした。

実験方法

GC/TQ 分析

分析には、8890 GC と、HES 2.0 でアップグレードした 7010B TQ システムを使用しました。機器とメソッドは、以前のアプリケーションノート⁷ の説明のとおり、図 1 のように構成しました。

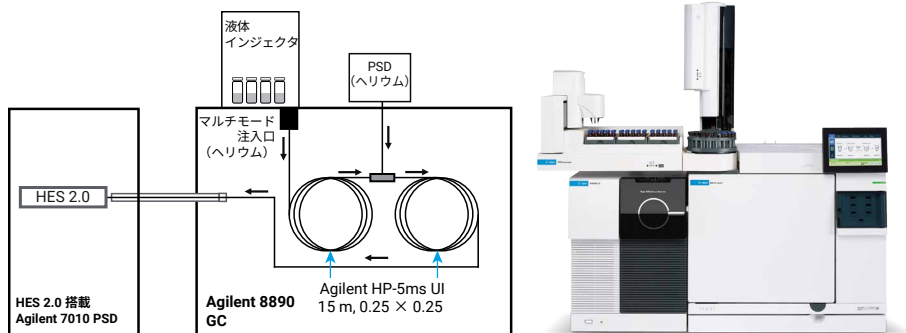


図 1. HES 2.0 でアップグレードされた Agilent 8890/7010B GC/TQ システムとシステム構成

GC には、Agilent 7650A オートサンブラ (ALS) と 50 ポジショントレイを取り付けました。この GC は、温度プログラムスプリットレス注入に MMI を使用します。ミッドカラムバックフラッシュには、同一の 15 m カラム 2 本の間に Agilent パージ付き Ultimate コ

ニオン (PUU) を取り付けて使用しました。8890 GC ニューマティクス切り替えデバイス (PSD) モジュールにより、定期メンテナンスの回数が減少しました。表 1 に、メソッドパラメータを示します。

表 1. Agilent 8890 GC と HES 2.0 イオン源でアップグレードされた Agilent 7010B の農薬分析条件

GC	
機器	高速オープン、オートインジェクタ、トレイ搭載の Agilent 8890
注入口	マルチモード注入口 (MMI)
モード	スプリットレス
スプリットメントへのパージ流量	0.75 分で 15 mL/min
セブタムパージ流量	3 mL/min
セブタムパージ流量モード	切り替え
注入量	1.0 µL
注入の種類	スタンダード
L1 エアークャップ	0.1 µL
ガスセーバ	オフ
注入口温度	60 °C で 0.1 分間、その後 600 °C /min で 280 °C まで
ポストラン注入口温度	310 °C
ポストラントータル流量	25 mL/min
キャリアガス	ヘリウム
注入口ライナ	Agilent ウルトライナート 2 mm ディンプルライナ (部品番号 5190-2297)
オープン	
オープン初期温度	60 °C
初期オープン保持	1 分
昇温速度 1	40 °C /min
最終温度 1	170 °C
最終保持オープン温度 1	0 分
昇温速度 2	10 °C /min
最終温度 2	310 °C
最終保持オープン温度 2	3 分
合計分析時間	20.75 分
ポストラン時間 (バックフラッシュ)	1.5 分
平衡化時間	3 分

カラム 1	
タイプ	Agilent HP-5ms UI (部品番号 19091S-431UI)
長さ	15 m
内径	0.25 mm
膜厚	0.25 µm
コントロールモード	定流量
流量	1.00 mL/min
注入口接続	マルチモード注入口 (MMI)
出口接続	PSD (PUU)
PSD パージフロー	5 mL/min
ポストラン流量 (バックフラッシュ)	-7.873 mL/min
カラム 2	
タイプ	Agilent HP-5ms UI (部品番号 19091S-431UI)
長さ	15 m
内径	0.25 mm
膜厚	0.25 µm
コントロールモード	定流量
流量	1.200 mL/min
注入口接続	PSD (PUU)
出口接続	MSD
ポストラン流量 (バックフラッシュ)	8.202 mL/min
MSD	
モデル	Agilent 7010B
イオン源	Agilent HES 2.0
真空ポンプ	パフォーマンススターボ
チューニングファイル	Atunes.eihs.tune.xml
溶媒ディレイ	3 分
四重極温度 (MS1 および MS2)	150 °C
イオン源温度	280 °C
モード	dMRM またはスキャン
He クエンチガス	4 mL/min
N ₂ コリジョンガス	1.5 mL/min
MRM 条件	
全 MRM トランジション (dMRM モード)	552
最小ドウェルタイム (ms)	2.63
最小サイクル時間 (ms)	82.42
最大同時 MRM トランジション	48
EM 電圧ゲインモード	10

Agilent 農業および環境汚染 (P&EP) データベース (P&EP 4、部品番号 G9250AA) を使用して、ダイナミックマルチプルリアクションモニタリング (dMRM) メソッドを簡単かつ迅速に作成しました。このメソッドにより、合計 552 トランジションの MRM で 190 種類の農薬を分析することができました。図 2 に示すように、同時 MRM は最大 48 トランジションという結果でした。

QuEChERS サンプル前処理

図 3 は、サンプル前処理の手順をまとめたものです。スパイスグラインダーを使用して、冷凍の有機ホウレンソウ幼葉 1 袋をホモジナイズしました。その後、レプリケートを 8 個調製しました。レプリケートそれぞれについて、50 mL の試験管に、ホモジナイズしたホウレンソウ 15 g を計量しました。次に、レプリケートのうち 2 個をサンプルに指定し、残りの 6 個をマトリックス適合標準としてプールしました。内部標準混合物 (部品番号 5190-0502) 15 μ L を 50 ng/ μ L に希釈し、2 個のホウレンソウサンプルに添加しました。8 個のレプリケートすべてに、酢酸 1% 含有アセトニトリル 15 mL を添加し、よく混ぜるまでボルテックスしました。抽出のため、50 mL の試験管それぞれに、QuEChERS キット (部品番号 5982-5755) から塩パッケージと 2 個のホモジナイザを添加しました。これらを 1 分間振とうした後、

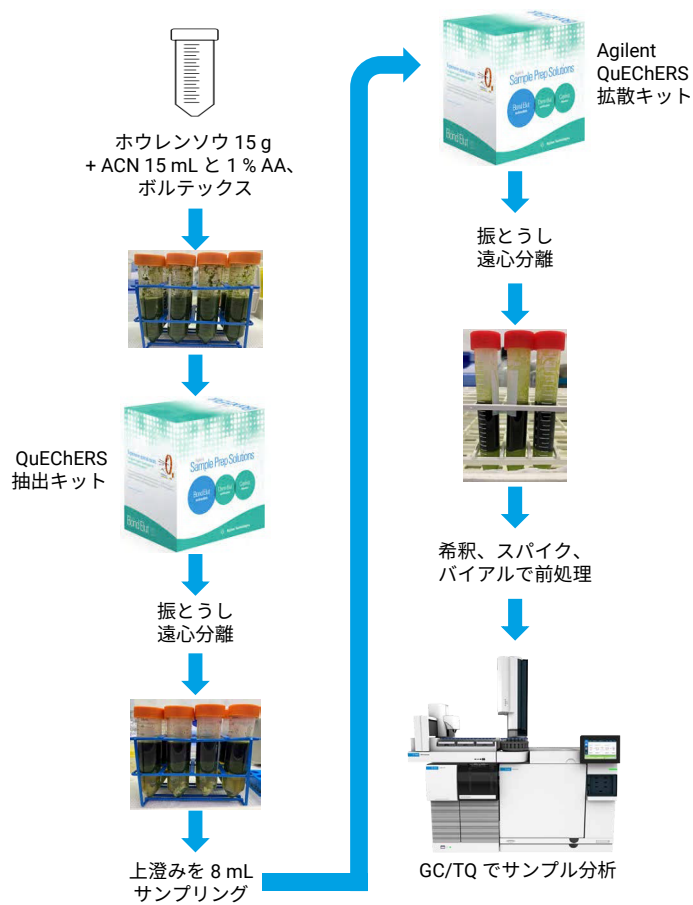


図 3. サンプル前処理のワークフロー

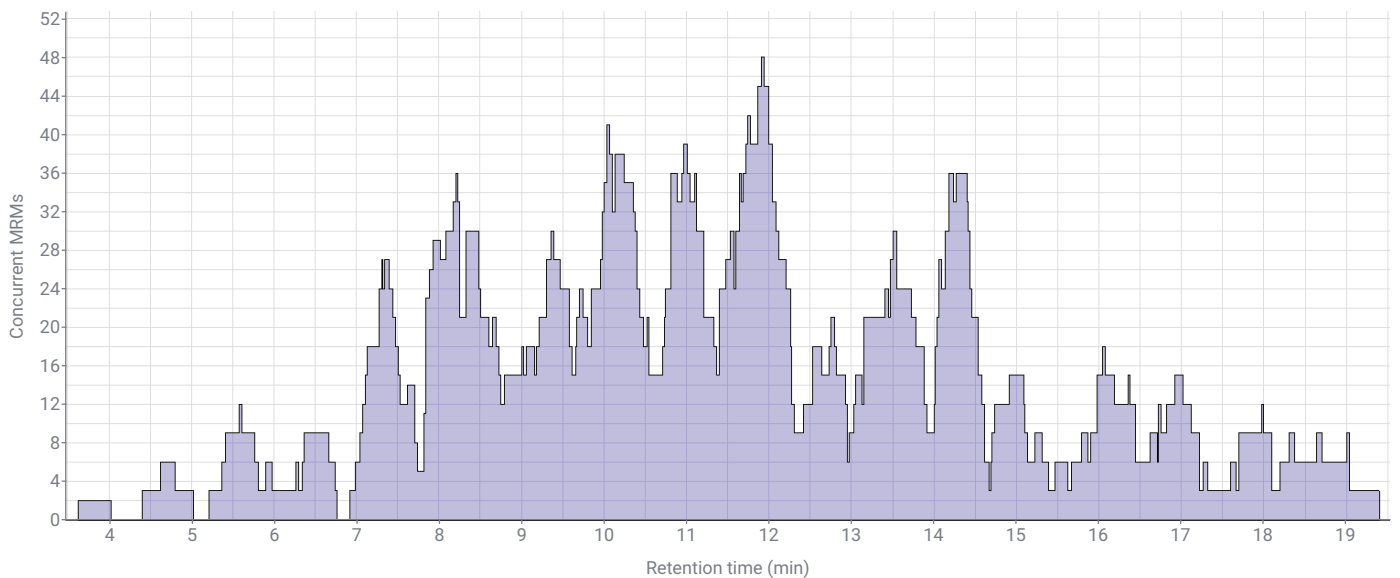


図 2. 同時 MRM とリテンションタイム

4,000 rpm、最大半径 17.4 cm で 5 分間遠心分離しました。QuEChERS キット (部品番号 5982-5058) を用いて分散させるため、サンプルとプールした標準について、塩を入れた試験管に上澄み 8 mL を移しました。これらを 30 秒間振とうした後、前述のとおり 5 分間遠心分離しました。各サンプルの上澄みを取り除き、茶色ガラスバイアルに入れました。プールした標準については、標準溶液の前処理のため、すべてのレプリケートの上澄みを取り除き、大型の茶色の容器で混合しました。

標準溶液の前処理

多成分残留マトリックス適合標準は、FDA 分析標準物質キット (部品番号 PSM-101) で作成しました。PSM-101 農薬混合物の混合物 A、B、C、D、E、L、M、N、O、P を合わせて、190 種類の残留農薬の 10 ppm 標準原液を作成しました。その後、この原液をアセトニトリルで公称濃度 1,000、100、10、1 ppb まで希釈しました。GC バイアルの中で、標準とホウレンソウ抽出液を混ぜ合わせました。内部標準の公称濃度が 50 ppb、総容量 1,500 μ L のマトリックス適合標準の公称濃度が 0.1、0.5、1、5、10、50、100、253.3、500、および 1,000 ppb になるように、パラチオン- d_{10} と α -BHC- d_6 の内部標準混合物とアセトニトリルを混ぜ合わせました。堅牢性試験のため、定量用の 50-ppb マトリックス適合標準のバイアルを追加で作成しました。標準のマトリックス濃度に合わせて、バイアル内でサンプルを 3 倍に希釈しました。この 3 倍という希釈係数は、以前のアプリケーションノート⁷ のとおり、フルスキャンモードでマトリックスだけを分析して決定しました。これは、マトリックスによる機器への過剰な負荷や飽和状態を防ぐためです。GC 分析用バイアル入り標準またはサンプル 100 μ L のために、250 μ L ガラスインサート付きバイアルを使用しました。

シーケンス

1 回のシーケンスでは、サンプル、またはマトリックス適合標準として、ホウレンソウ抽出液を 102 回注入しました。ブランクアセトニトリルを追加注入し、分析対象物のキャリアオーバーやその他のバックグラウンドコンタミネーションがないことを確認して、システムの清浄性を評価しました。ホウレンソウ抽出液に含まれる 50-ppb マトリックス適合標準の代表的な MRM クロマトグラムを図 4A に、拡大部分を図 4B に示します。このシーケンスには以下が含まれます。

- マトリックス適合検量線 (10 pts)
- ホウレンソウのサンプル 2 個
- マトリックス適合検量線 (10 pts)
- マトリックス適合標準 (50 ppb) \times 60 回
- マトリックス適合検量線 (10 pts) \times 2 回、各標準を繰り返し

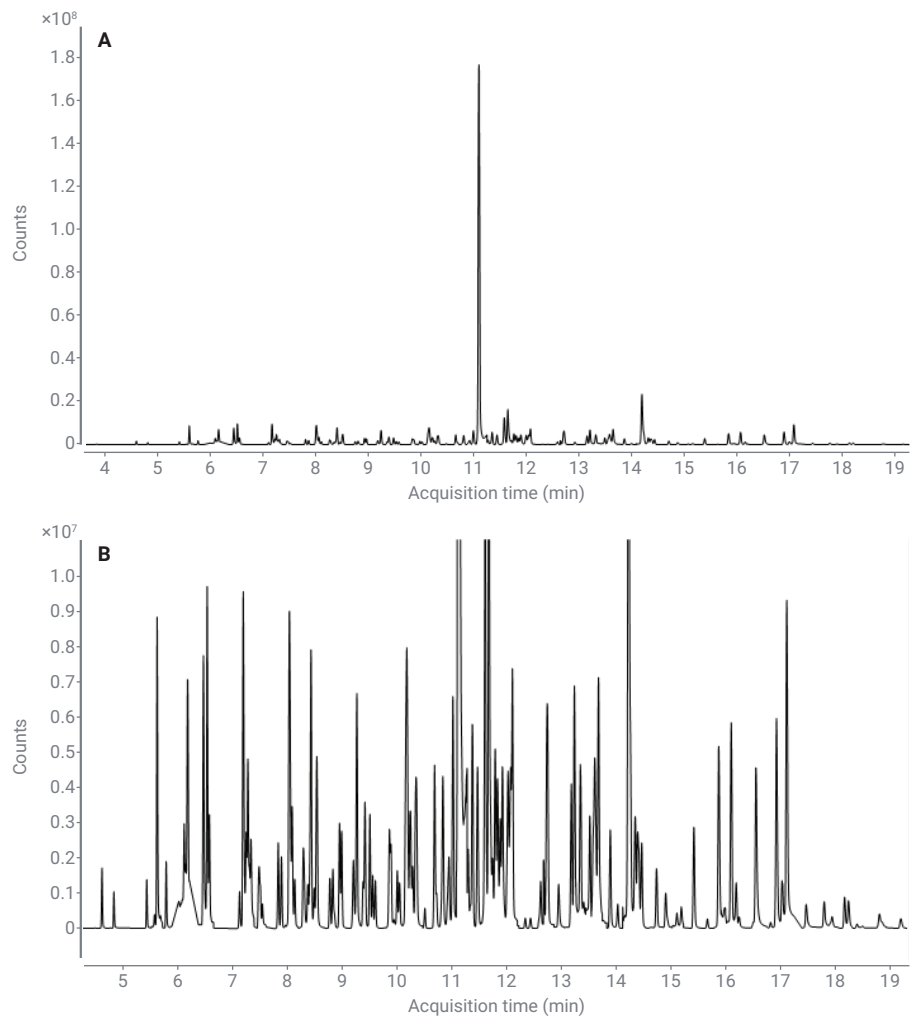


図 4. 代表的なクロマトグラム (A) とクロマトグラムを拡大したもの (B)

50 ppb マトリックス適合標準を 400 回以上注入するため、7 シーケンスで合計 819 回の注入を行いました。そのうち、714 回がホウレンソウマトリックスの注入でした。シーケンスが 1 回終わるたびに、GC 注入口ライナとセプタムを交換しました。また、必要に応じて、5 μ L シリンジも交換しました。さらに、GC バイアルを冷凍庫に保管されていたサンプルと標準で再充填しました。その他の機器メンテナンスは行っていません。

結果と考察

GC/TQ で分析した 190 種類の残留農薬のうち 114 種類を分析に対するレスポンスと結果に基づいて選択し、さらに確認しました。この 114 種類の残留農薬が選択されたのは、これらが 7 回のシーケンス全体で、線形または二次検量線を示したからです。これらの検量線は、手作業による積分など分析者の大がかりな介入を必要とせず、50 ppb 点を含んでいたため、50 ppb マトリックス適合標準をサンプルとして、堅牢性を計算することができました。検量線上で、S/N 比 < 3 である、汚染物質による干渉を受けている、または精度が $\pm 25\%$ 以上 ($\geq \pm 25\%$) である点はすべて除外しました。これらの残留農薬の一覧を、このアプリケーションノートの後半にある表 2 に示します。

残留農薬の多くは、S/N 比 > 10、定量精度 < 25% を維持したまま、0.5 または 0.1 ppb まで正確に定量できました。例えば、図 5A、5B、5C は順に、0.1 ppb ピーク、対応するクオリファイア、DCPA の検量線を示しています。データは、0.1 から 1,000 ppb までの 4 桁のキャリブレーション範囲にわたり、二次検量線で良好に定義されています。DCPA には、さまざまな果物や野菜について、米国 FDA により 50 ppb まで多数の MRL が規定されています。

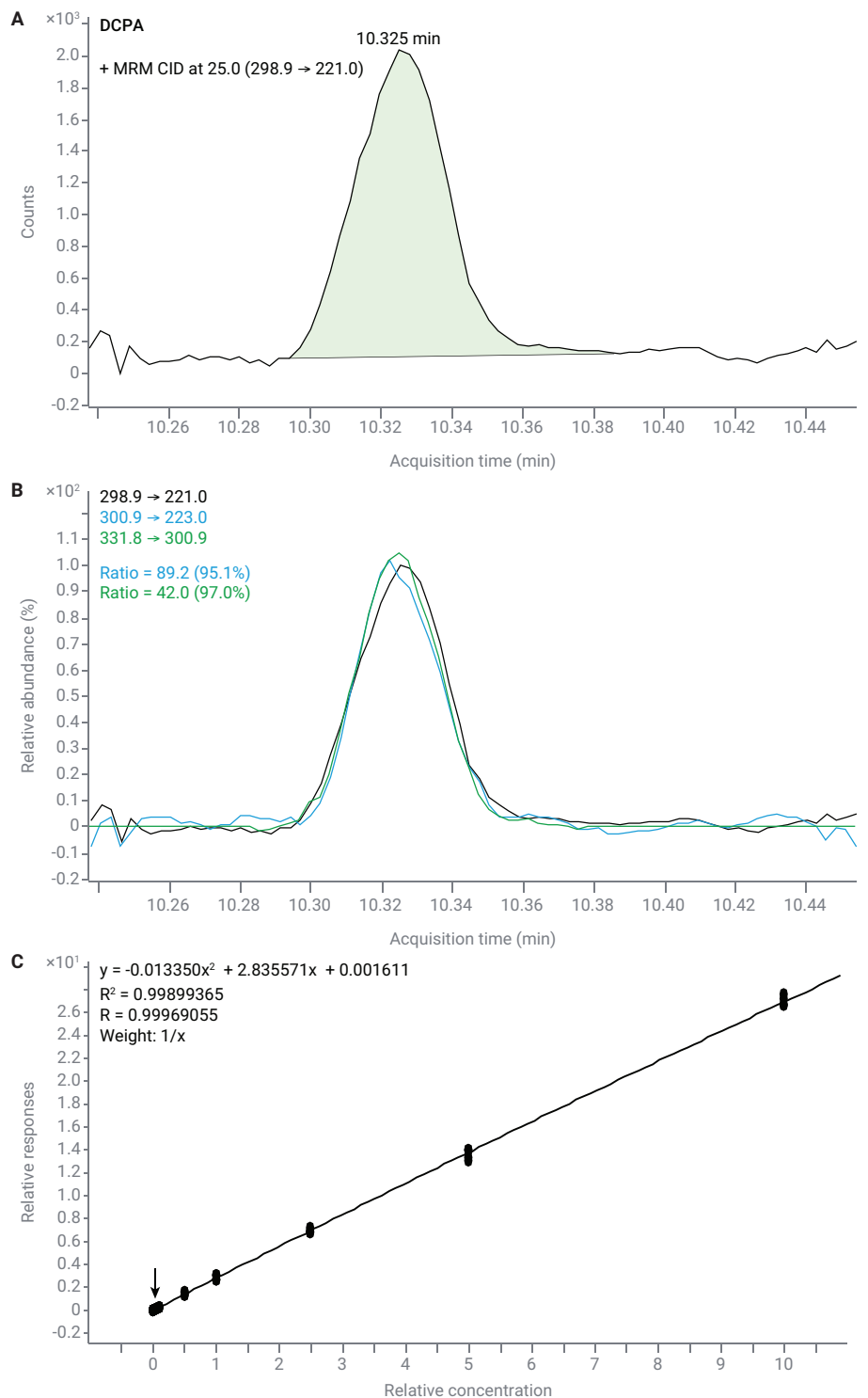


図 5. DCPA の 0.1 ppb ピークを積分したピーク (A) とクオリファイア (B)、および検量線全体 (C)

図 6A はクロルピリホス 0.5 ppb ピーク、6B はクオリファイアで、図 6C は対応する検量線です。この検量線は 3.5 桁の範囲全体で直線的で、クロルピリホスの MRL は食品によって異なり、卵、イチジク、ブドウ、リンゴなどの食品で最も低く、0.01 ppm です。

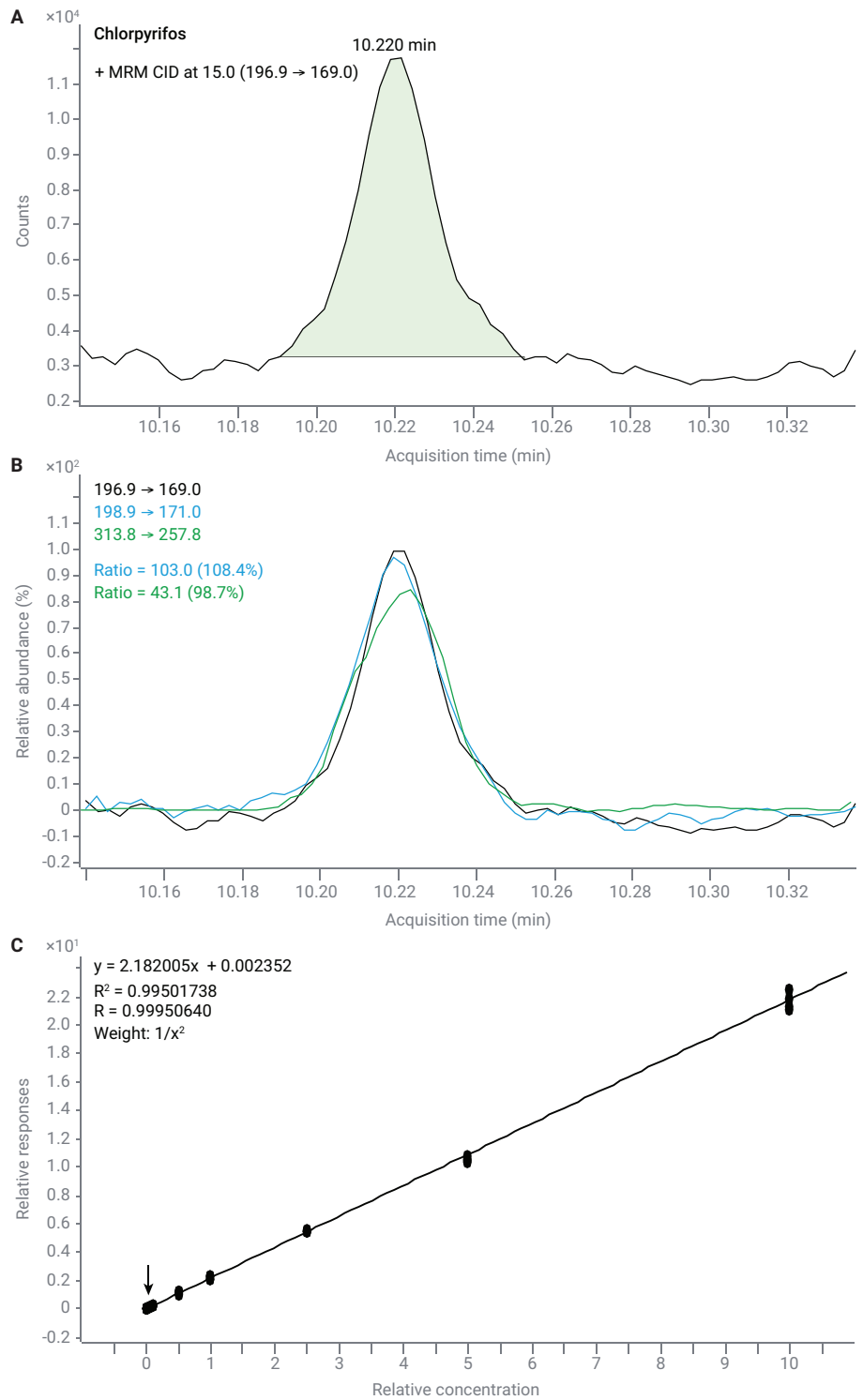


図 6. クロルピリホスの 0.5 ppb ピークを積分したピーク (A) とクオリファイア (B)、および検量線全体 (C)

ホウレンソウの MRL については、図 7、8、9 に例を示します。図 7 はピフェントリンの結果で、3.5 桁まで二次曲線で最低 0.5 ppb、ホウレンソウでの MRL は 0.2 ppm です。図 8 はダイアジノンで、3.5 桁まで二次曲線で最低 0.5 ppb、ホウレンソウでの MRL は 0.7 ppm です。

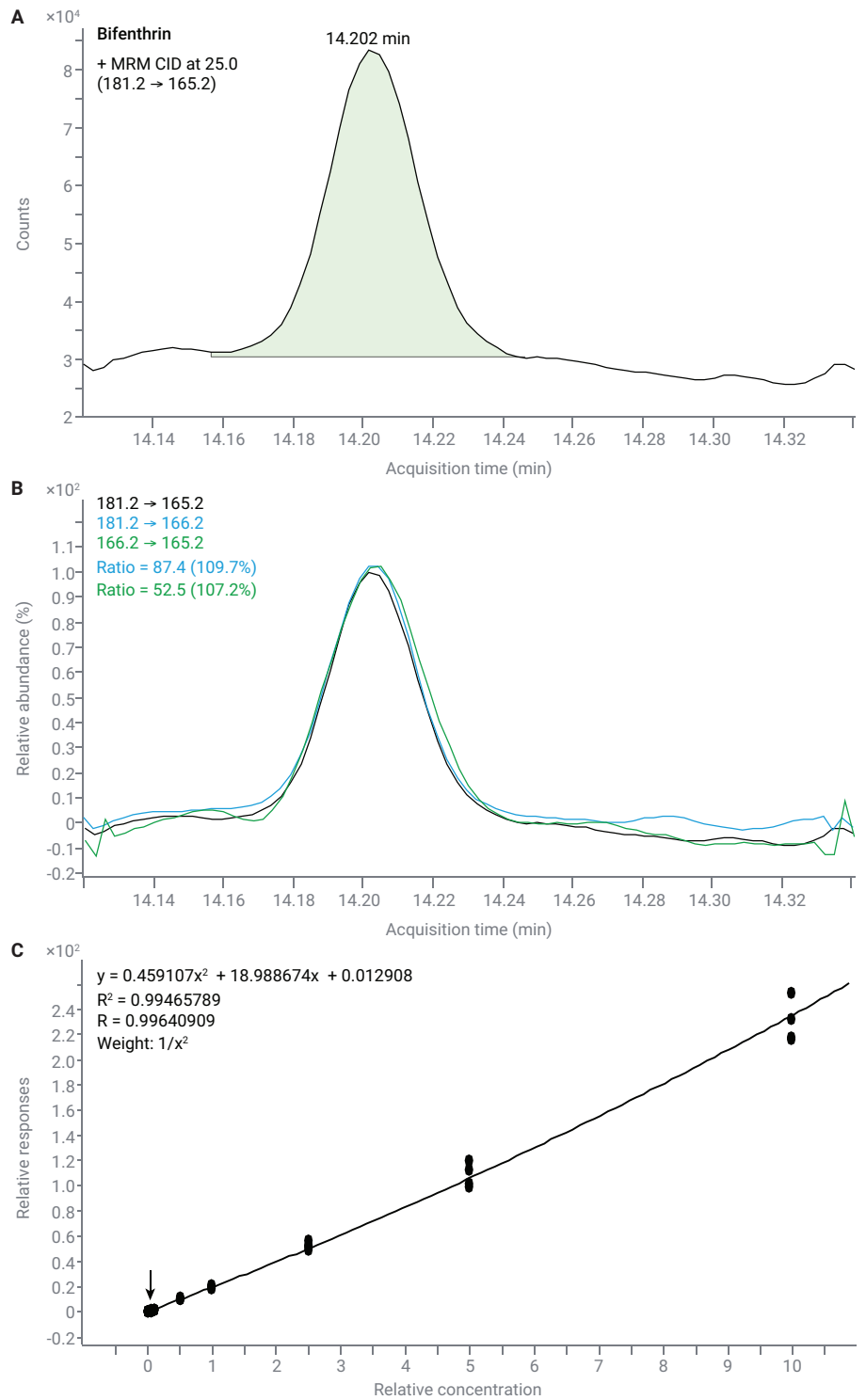


図 7. ピフェントリンの 0.5 ppb ピークを積分したピーク (A) とクオリファイア (B)、および検量線全体 (C)

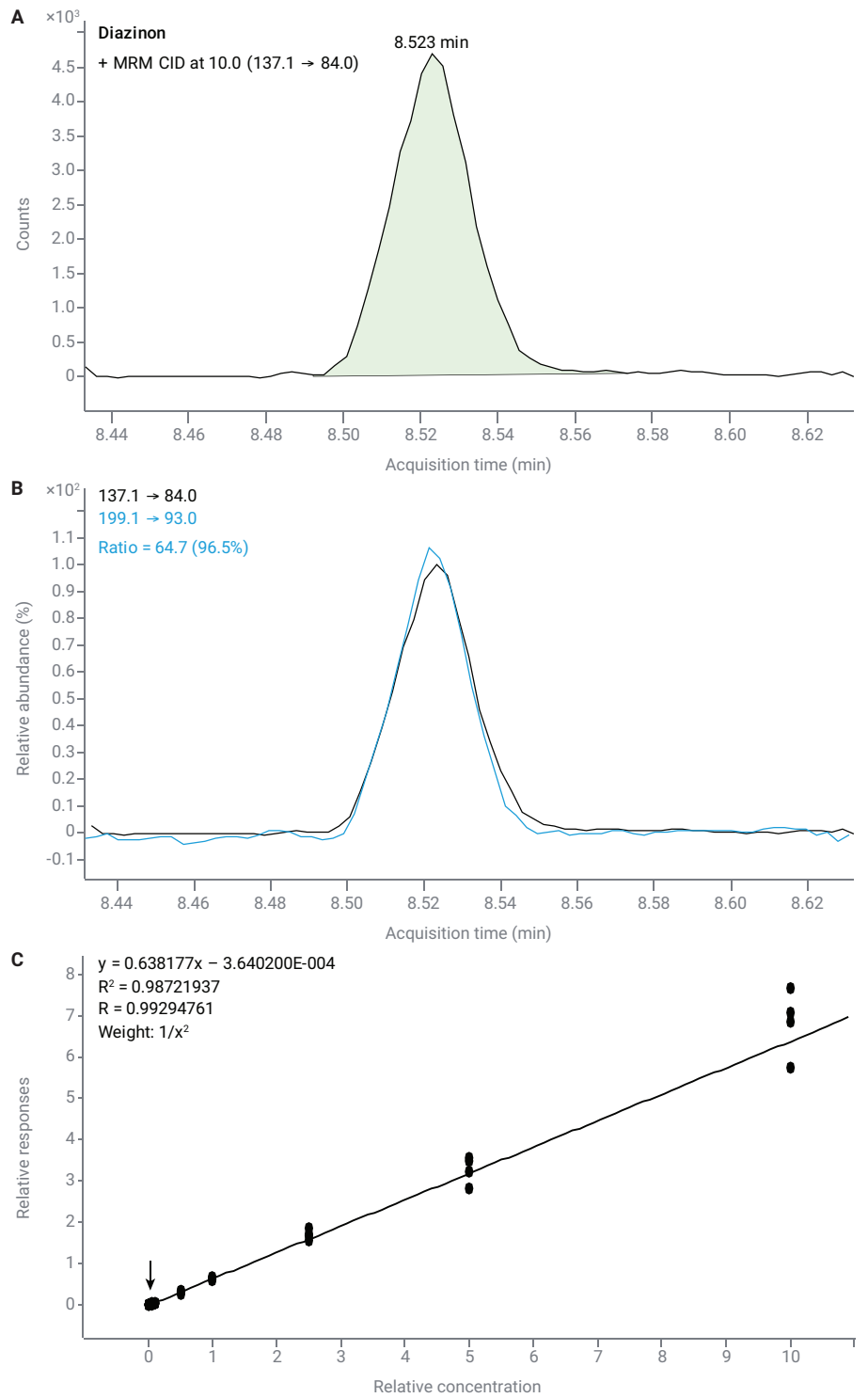


図 8. ダイアジノンの 0.5 ppb ピークを積分したピーク (A) とクオリファイア (B)、および検量線全体 (C)

最後に図 9 はボスカリドで MRL は 1 ppb です。これは 4 桁の最低 0.1 ppb 二次曲線で簡単に定義できます。ホウレンソウのサンプルで、3 種類の残留農薬はすべて、分析メソッドの定量下限 (LOQ)、およびホウレンソウに対して規定されたそれぞれの MRL を下回りました。ホウレンソウのサンプルでは、ボスカリドとピフェントリンのどちらの残留物にもピークが認められず、両方が検出下限 (LOD) を下回りました。しかし、溶媒ブランクには認められませんが、少量のダイアジノンが検出されました。ピーク面積は LOQ をはるかに下回り、S/N 比も 3 に非常に近く、その結果、LOD に近いが、それを下回りました。

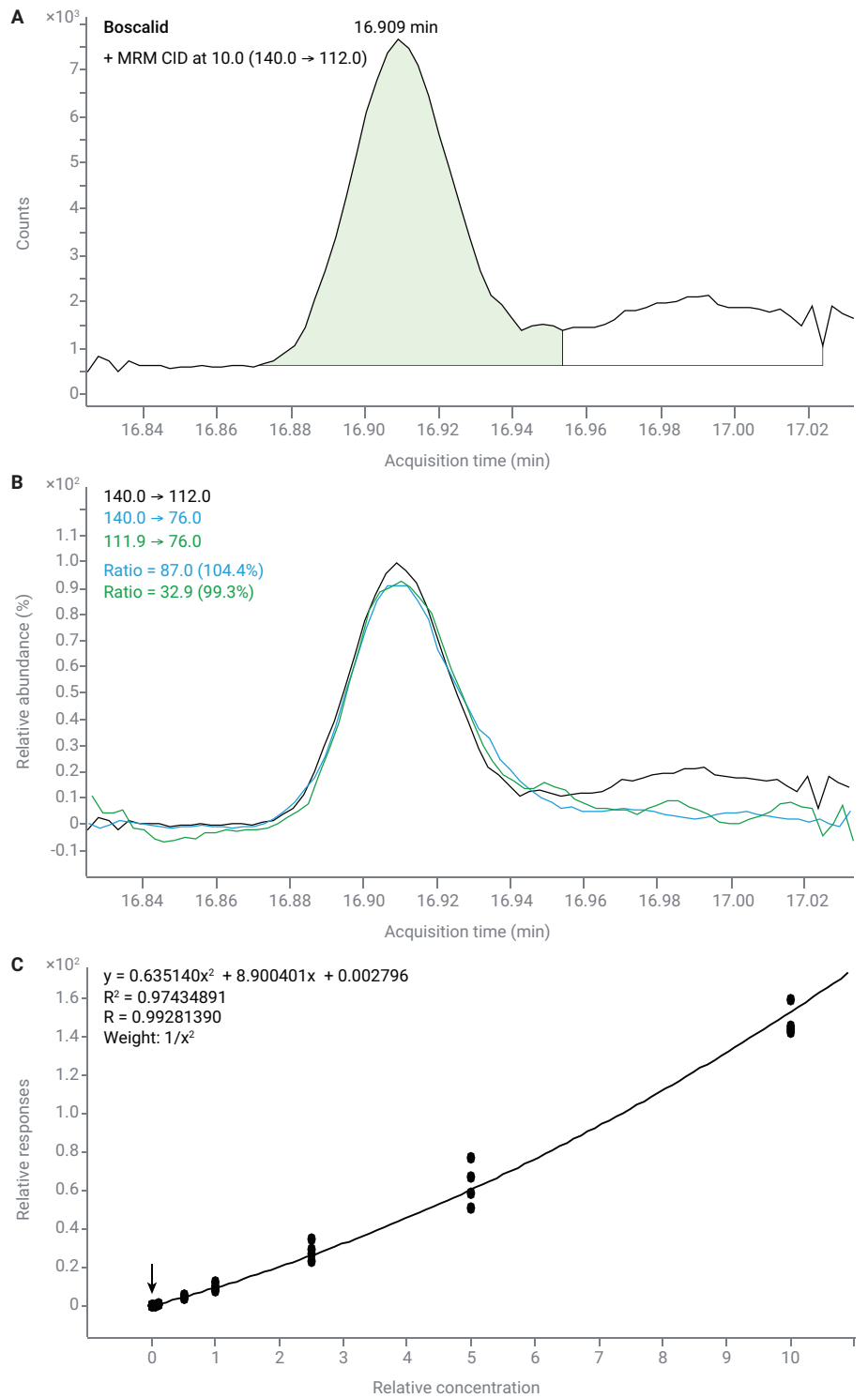


図 9. ボスカリドの 0.1 ppb ピークを積分したピーク (A) とクオリファイア (B)、および検量線全体 (C)

革新的な HES 2.0 イオン源により、合計 800 回を超える注入を伴うシーケンスで、50 ppb のマトリックス適合キャリブレーションスタンダードを 400 回にわたり繰り返し分析した際の、分析対象農薬に対するレスポンスの安定性が強化されました。図 10 は 50 ppb マトリックス適合スタンダードの 400 回の繰り返し分析を示したグラフで、シーケンス 6 回にわたって対応する検量線のサンプルを計算したものです。上の X 軸は、堅牢性を評価するために、50 ppb マトリックス適合スタンダードを注入した回数です。下の X 軸は、ホウレンソウの QuEChERS マトリックスの総注入回数で、ブランク注入は除外されています。濃度（単位は ppb）に対する注入回数のグラフは、分析の堅牢性と精度を示します。結果は、1 点を除くすべてが、GC/TQ データで得られる通常の % 誤差である $\pm 20\%$ 誤差の範囲内で、ほとんどの点が十分、 $\pm 10\%$ 以内に入っていました。114 種類すべての残留農薬を 400 回繰り返し分析した場合の %RSD を表 2 にまとめます。114 種類の残留農薬の 80 % 近くが %RSD < 10 % で、20 % を超えたのは 5 種類だけでした。シーケンス間で必要だったのは注入口のメンテナンスだけで、それ以外の機器メンテナンスは必要なかったことは、分析と機器の堅牢性を明確に示しています。

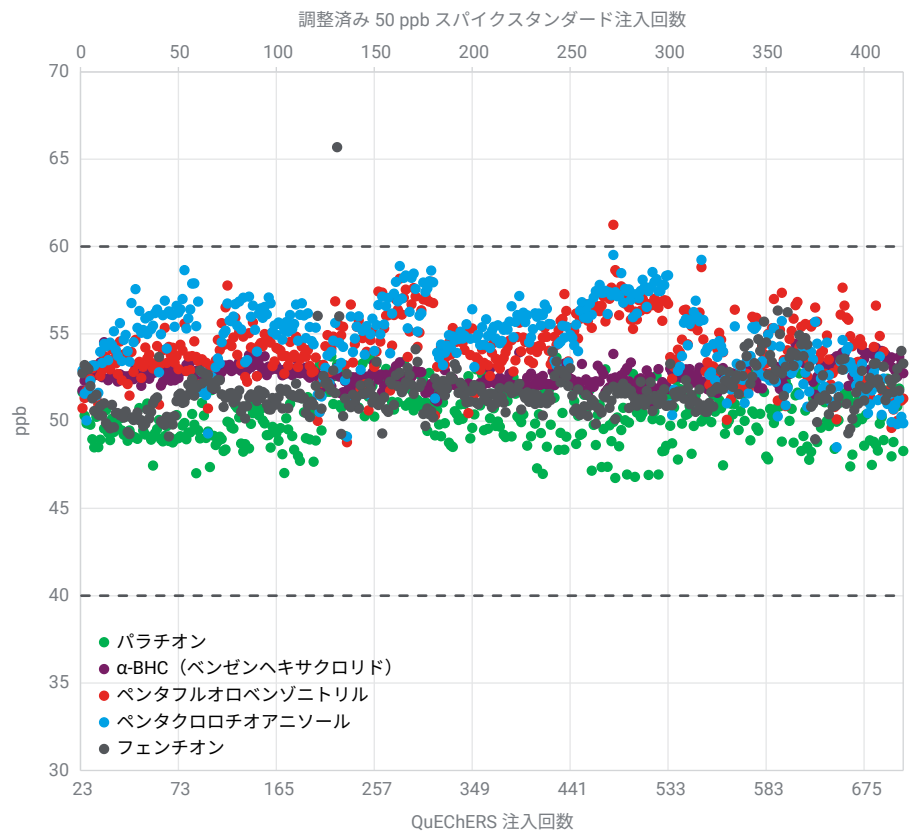


図 10. ホウレンソウの QuEChERS 抽出液の注入 714 回における 50 ppb マトリックス適合スタンダード中の農薬濃度の計算値

表 2. 114 種類の残留農薬のまとめ。キャリブレーション範囲、検量線近似、50 ppb マトリックス適合スタンダードの注入 400 回における %RSD (堅牢性を表す) が含まれます。%RSD > 20 % の結果については赤字で示しています。

名前	リテンションタイム (分)	最小キャリブレーション範囲 (ppb)	最大キャリブレーション範囲 (ppb)	直線近似	検量線重み	%RSD
エチオレート	4.609	0.5	1,000	直線	1/x ²	7.6
ジクロロボス	4.826	0.5	1,000	二次	1/x	10.4
ニコチン	5.424	0.5	1,000	直線	1/x ²	11.9
ピフェニル	5.615	1	1,000	直線	1/x ²	6.2
2-フェニルフェノール	6.457	5	1,000	二次	1/x	7.5
ベンタクロロベンゼン	6.566	0.1	1,000	直線	1/x ²	4.8
テクナゼン	7.118	0.1	1,000	直線	1/x ²	3.9
ジフェニルアミン	7.186	0.1	1,000	二次	1/x ²	6.5
エトプロホス	7.238	5	1,000	二次	1/x	12.3
2,3,5,6-テトラクロロアニリン	7.297	0.5	1,000	直線	1/x ²	4.9
クロルプロファミ	7.325	0.5	1,000	二次	1/x	7.5
トリフルラリン	7.462	1	1,000	二次	1/x ²	6.6
ペンフルラリン	7.496	0.1	1,000	二次	1/x ²	7.2
α-BHC (ベンゼンヘキサクロリド)	7.881	1	1,000	直線	1/x ²	1.0
2,6-ジイソプロピルナフタレン	8.02	5	1,000	二次	1/x	5.5
ヘキサクロロベンゼン	8.024	0.5	1,000	二次	1/x	4.5
エトキシキン	8.034	0.1	1,000	二次	1/x ²	25.3
ジクロラン	8.04	1	250	直線	1/x ²	7.7
シマジン	8.043	5	1,000	直線	1/x ²	7.0
ベンタクロロアニソール	8.073	0.1	1,000	直線	1/x ²	3.3
アトラジン	8.124	1	1,000	直線	1/x ²	5.5
β-BHC	8.278	1	1,000	直線	1/x ²	4.9
テルブチラジン	8.363	1	1,000	直線	1/x ²	14.6
BHC-γ (リンデン、γ HCH)	8.398	1	1,000	直線	1/x ²	4.5
ベンタクロロニトロベンゼン	8.478	0.5	1,000	二次	1/x ²	33.7
ベンタフルオロベンゾニトリル	8.515	0.1	1,000	二次	1/x ²	3.1
ダイアジノン	8.526	0.5	1,000	直線	1/x ²	5.8
ピリメタニル	8.53	0.1	1,000	直線	1/x ²	5.0
δ-BHC	8.763	1	1,000	二次	1/x	11.4
トリアラト	8.817	1	1,000	二次	1/x ²	4.4
イプロベンホス	8.942	0.5	1,000	二次	1/x ²	17.3
ピリミカルブ	8.976	1	1,000	直線	1/x ²	8.9
ベンタクロロアニリン	9.178	0.1	1,000	直線	1/x ²	4.6
プロパニル	9.193	0.5	1,000	二次	1/x ²	11.4
メトリブジン	9.256	0.5	1,000	二次	1/x ²	5.8
ジメタクロール	9.255	0.5	1,000	直線	1/x ²	6.0
ピンクロソリン	9.372	0.1	1,000	直線	1/x ²	9.5
クロルピリホスメチル	9.404	0.1	1,000	二次	1/x ²	8.4
パラチオンメチル	9.403	5	1,000	二次	1/x	9.3
アメトリン	9.495	0.5	1,000	二次	1/x ²	6.5
トルクロホスメチル	9.496	5	1,000	直線	1/x ²	5.8
プロメトリン	9.541	0.1	1,000	二次	1/x ²	6.9
ピリミホスメチル	9.85	0.5	1,000	二次	1/x ²	8.9
フェントロチオン	9.855	0.1	1,000	二次	1/x ²	10.2

名前	リテンションタイム (分)	最小キャリブレーション 範囲 (ppb)	最大キャリブレーション 範囲 (ppb)	直線近似	検量線重み	%RSD
エトフメサート	9.877	0.5	1,000	二次	1/x ²	6.5
マラチオン	9.995	10	1,000	二次	1/x	20.0
ペンタクロロチオアニソール	10.032	0.1	1,000	直線	1/x ²	3.5
メトラクロール	10.166	5	1,000	直線	1/x ²	6.2
フェンチオン	10.187	0.5	1,000	直線	1/x ²	2.4
クロルピリホス	10.224	0.5	1,000	直線	1/x ²	4.5
バラチオン	10.242	1	1,000	直線	1/x ²	2.7
トリアジメホン	10.275	0.5	1,000	二次	1/x	11.6
テトラコナゾール	10.319	0.5	1,000	二次	1/x ²	7.5
DCPA (ダクタール、クロルタールジメチル)	10.328	0.1	1,000	二次	1/x	7.3
イソカルボホス	10.346	0.1	1,000	直線	1/x ²	4.7
ブトラリン	10.496	0.5	1,000	直線	1/x ²	5.7
シプロジニル	10.672	0.5	1,000	直線	1/x ²	7.8
MGK-264	10.709	0.1	1,000	直線	1/x ²	7.3
ベンジメタリン	10.797	0.5	1,000	直線	1/x ²	4.6
ベンコナゾール	10.826	0.5	1,000	二次	1/x ²	9.8
ヘプタクロル-exo-エポキシド	10.904	10	1,000	二次	1/x	14.1
フィプロニル	10.915	0.5	1,000	二次	1/x	10.7
トリアジメノール	11.008	0.5	1,000	二次	1/x ²	7.1
キナルホス	11.01	1	1,000	直線	1/x ²	3.3
クロルデン-trans	11.326	100	1,000	二次	1/x	13.6
DDE-o,p'	11.363	0.1	500	二次	1/x ²	11.8
メバニピリム	11.458	0.5	1,000	直線	1/x ²	7.1
フルトリアホル	11.596	0.5	1,000	二次	1/x	6.6
フルトラニル	11.664	0.5	1,000	二次	1/x ²	4.6
ナプロバミド	11.697	0.5	1,000	直線	1/x ²	8.5
ヘキサコナゾール	11.73	0.5	1,000	直線	1/x ²	8.6
イソプロチオラン	11.776	0.1	1,000	直線	1/x ²	4.8
プロチオホス	11.782	0.5	1,000	直線	1/x ²	5.2
フルジオキソニル	11.819	0.5	1,000	二次	1/x ²	6.9
DEF	11.871	0.5	1,000	直線	1/x ²	7.4
DDE-p,p'	11.91	0.1	500	二次	1/x ²	9.8
オキシフルオルフェン	11.988	0.5	1,000	直線	1/x ²	5.2
マイクロプタニル	12.013	0.5	1,000	二次	1/x ²	8.2
ブプロフェジン	12.066	1	1,000	二次	1/x ²	6.2
ピリメート	12.089	0.5	1,000	直線	1/x ²	6.7
クレソキシムメチル	12.093	0.5	1,000	二次	1/x	5.9
クロルフェナビル	12.326	0.5	1,000	二次	1/x ²	4.8
エンドリン	12.425	5	1,000	二次	1/x	10.3
エチオン	12.718	5	1,000	直線	1/x ²	7.5
ベナラキシル	13.167	0.5	1,000	二次	1/x ²	7.7
トリフロキシストロピン	13.223	0.5	1,000	直線	1/x ²	5.3
キノキシフェン	13.222	0.1	1,000	直線	1/x ²	7.7
硫酸エンドスルファン	13.328	1	1,000	二次	1/x ²	13.2
テブコナゾール	13.565	0.5	1,000	二次	1/x ²	6.6
ヌアリモル	13.595	0.5	1,000	二次	1/x ²	6.4
リン酸トリフェニル	13.659	0.5	1,000	二次	1/x ²	6.1

名前	リテンションタイム (分)	最小キャリブレーション 範囲 (ppb)	最大キャリブレーション 範囲 (ppb)	直線近似	検量線重み	%RSD
ピペロニルプトキンド	13.662	0.5	1,000	二次	1/x ²	5.9
エポキシコナゾール	13.876	0.5	1,000	二次	1/x ²	8.5
スピロメシフェン	14.014	1	1,000	二次	1/x	15.5
テトラメトリンI	14.207	0.5	1,000	二次	1/x	7.4
ピフェントリン	14.179	0.5	1,000	二次	1/x ²	4.4
EPN	14.226	10	1,000	二次	1/x ²	5.8
プロモプロビレート	14.221	0.5	1,000	二次	1/x ²	5.2
エトキサゾール	14.375	0.5	1,000	二次	1/x ²	6.3
テブフェンピラド	14.398	0.5	1,000	二次	1/x ²	6.9
フェンアミドン	14.449	0.5	1,000	二次	1/x ²	7.4
テトラジホン	14.72	5	1,000	二次	1/x ²	9.2
メトラフェノン	15.648	0.5	1,000	二次	1/x ²	6.4
ピテルタノールI	15.857	0.5	1,000	二次	1/x ²	9.7
スピロジクロフェン	15.976	5	1,000	二次	1/x ²	49.3
ピリダベン	16.081	0.5	1,000	二次	1/x ²	5.8
シフルトリンI	16.484	5	1,000	二次	1/x ²	22.2
フェンブコナゾール	16.535	5	1,000	二次	1/x ²	9.5
シベルメトリンI	16.8	5	1,000	二次	1/x	23.8
ボスカリド	16.909	0.1	1,000	二次	1/x ²	8.4
エトフェンブロックス	17.096	0.5	1,000	二次	1/x ²	5.9
ジフェノコナゾールI	18.148	1	1,000	二次	1/x	12.4
アゾキシストロビン	18.787	10	1,000	二次	1/x ²	11.2
ジメトモルフI	19.175	5	1,000	二次	1/x	15.3

結論

Agilent 7010 シリーズトリプル四重極質量分析装置 (GC/TQ) の分析性能が、HES 2.0 電子イオン化 (EI) 源により強化されたことを、多成分残留農薬の分析を通じて実証しました。このシステムは、オリジナルの HES と同等かそれ以上の分析感度、および卓越した精度と堅牢性を示しました。HES 2.0 を搭載した 7010 GC/TQ に、MMI 注入口と 15 m × 15 m ミッドカラムバックフラッシュ構成を備えた Agilent 8890 GC を組み合わせることで、加熱ゾーンを冷却しなくても注入口のメンテナンスが可能になり、機器のダウンタイムを最小限に抑えることができます。分析メソッドへの影響がなく機器性能が低下しないこのアプリケーションは、困難なマトリックスであっても堅牢で信頼できる分析結果をもたらす機器の能力を証明しています。

参考文献

1. Anastassiades, M.; Lehotay, S. J.; Stajnbaher, D.; Schenck, F. J. Fast and Easy Multiresidue Method Employing MeCN Extraction/Partitioning and “Dispersive Solid-Phase Extraction” for the Determination of Pesticide Residues in Produce. *J. AOAC Int.* **2003**, 86, 412–431.
2. Pesticide Residues in Foods by MeCN Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate. *Official Methods of Analysis of AOAC International*; AOAC International: Gaithersburg, MD, **2007**; Method 2007.1.
3. Lehotay, S. J. QuEChERS Sample Preparation Approach for Mass Spectrometric Analysis of Pesticide Residues in Foods. *Methods Mol. Biol.* **2011**, 747, 65–91. doi: 10.1007/978-1-61779-136-9_4. PMID: 21643905.
4. Alder, L.; Greulich, K.; Kempe, G.; Vieth, B. Residue Analysis of 500 High Priority Pesticides: Better by GC-MS or LC-MS/MS? *Mass Spectrom. Rev.* **2006**, 25, 838–865.
5. Chamkasem, N.; Ollis, L. W.; Harmon, T.; Lee, S.; Mercer, G. Analysis of 136 Pesticides in Avocado Using a Modified QuEChERS Method with LC-MS/MS and GC-MS/MS. *J. Agric. Food Chem.* **2013**, 61(10), 2315–2329. DOI: 10.1021/jf304191c
6. Lehotay, S. J.; Han, L.; Sapozhnikova, Y. Automated Mini-Column Solid-Phase Extraction Cleanup for High-Throughput Analysis of Chemical Contaminants in Foods by Low-Pressure Gas Chromatography-Tandem Mass Spectrometry. *Chromatographia* **2016**, 79(17), 1113–1130. DOI: 10.1007/s10337-016-3116-y.
7. Andrianova, A.; Zhao, L. 最大限の性能を引き出すための 5 つの秘策 - GC/MS/MS を用いた食品中残留農薬多成分一斉分析. Agilent Technologies application note, publication number 5994-4965JAJP, **2022**.

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

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。

DE34182072

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2024
Printed in Japan, May 3, 2024
5994-7385JAJP