

Agilent J&W DB-35ms ウルトライナートを用いた GC/FPD によるオリーブ油中 有機リン系残留農薬の分析

アプリケーションノート

環境、食品安全性

著者

Doris Smith、Ken Lynam
Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19809-1610
USA

概要

このアプリケーションノートでは、オリーブ油抽出液中の低 ppm および微量レベルの有機リン (OP) 系残留農薬を効果的に測定する高速メソッドを紹介します。Agilent J&W DB-35ms ウルトライナート (UI) 30 m x 0.25 mm、0.25 μ m カラムにより、分析対象農薬を 16 分未満で分離し、分析困難な OP 農薬でも良好なピーク形状が得られました。リンモードの蛍光光度検出器 (FPD) を用いてガスクロマトグラフィー分析をおこない、GC/MS で定量結果を確認しました。ほとんどの農薬で、検出下限は 10~15 ng/mL でした。3 つの添加濃度 (20、100、500 ng/mL) における農薬の回収率は、63~110 % の範囲内で、RSD は 9 % 未満でした。

QuEChERS (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) メソッドにより、低濃度の農薬の検出を維持しながら、サンプルマトリックスを十分に精製することができました。

キャピラリー・フロー・テクノロジー (CFT) デバイスをポストカラムのために設置し、MSD と FPD の間のフローを分割しました。また、自動バックフラッシュを導入し、残留サンプルのキャリーオーバーを低減し、機器のサイクル時間を短縮しました。



Agilent Technologies

はじめに

地中海料理は昔から、循環器系疾患や高血圧の減少からある種のがんの予防まで、多くの健康上の利点があるとされています [1,2]。オリーブ油は、地中海料理の主要な脂質源です。オリーブ油 1 kg を生産するためには、平均 4 kg のオリーブが必要です。そのため、オリーブ油中には、濃縮された濃度の農薬が残留することになります [3]。オリーブ油は消費率が高いことから、毒性のある残留農薬の存在は、健康上の大きな懸念事項となっています。

オリーブ果樹園産業で用いられる一般的な殺虫剤の多くは、有機リン系 (OP) 農薬に属しています。なかでも、16 種類の OP 農薬については、オリーブ果樹の害虫予防のために広く使われていることから、監視の対象になっています。有機リン系農薬の人体に対する毒性は、農薬中毒による急性の影響に加えて、慢性の影響もあることが知られています。OP 農薬は、神経インパルスの調節で重要な役割を果たす酵素のアセチルコリンエステラーゼを阻害し、昆虫や哺乳類の神経系に影響を与えます [4]。

通常、果実や野菜に含まれる複数の残留農薬の測定では、植物マトリックスからの農薬の有機抽出に続き、共抽出物や他の干渉を除去するための精製手順がおこなわれます。高脂質のオリーブ油マトリックスに含まれる残留農薬の分析では、QuEChERS アプローチにもとづくサンプル前処理抽出手順が用いられています [5]。このアプローチにより、残留農薬分析において、サンプルマトリックス精製効率を維持しながら、手間のかかる従来の抽出および精製手順を単純化することができます。

有機リン系農薬などの、クロマトグラフィーにおいて活性の高い化合物は、特に微量レベルの場合、サンプルフローパスの活性部位に吸着し、分析対象化合物のレスポンスを低下させることがあります。こうした農薬は、クロマトグラフィーシステムの活性部位との相互作用により、ピークテーリングが生じやすい傾向にあります。そのため、特に分析困難なサンプルマトリックスでは正確な分析が難しくなります。正確な定量を確保するためには、GC カラムの活性を最小限に抑えることが不可欠です。Agilent J&W DB-35ms ウルトライナート (UI) カラムでは、活性が最小限に抑えられているので、分析困難な活性の高い化合物でも、微量レベルで確実に分析することができます。中程度の極性の DB-35ms UI 相を使えば、無極性相とは異なる選択性が得られるので、共溶出する可能性のあるピークを分離したり、分析対象化合物をマトリックス干渉から離れたリテンションタイムへ移したりすることが可能です。

サンプルパスの活性を生む可能性のあるもう 1 つの要素が、GC 注入口です。残留農薬分析では、マトリックスサンプルを繰り返し注入すると、不揮発性のマトリックス成分が注入口ライナヤカラムヘッ

ドに徐々に蓄積した結果、活性部位が生じ、メンテナンスが必要となることがあります [6]。このマトリックス起因の問題は、ピーク形状やピーク強度、リテンションタイムに影響を与えます。アジレントのウール入りウルトライナートライナを使えば、ライナの活性を最小限に抑えられるほか、不活性ウールで不揮発性化合物を捕捉することで、注入口の底部やカラムヘッドでのマトリックス成分の蓄積を防止することができます。

また別のマトリックスの影響として認識されているのが、マトリックス効果です [6]。この効果は、マトリックス中で注入した場合に、マトリックスなしで注入した場合に比べて、影響を受ける化合物のピーク形状とピーク強度が大きくなるというものです。マトリックス効果は、サンプルマトリックス成分が注入口やカラムで保護剤として機能することで、熱分解が抑えられ、注入口内の活性部位が被覆されるために生じます。メタミドホスやアセフェート、オメトエートなどの P = 0 結合を含む有機リン系農薬は、このマトリックス効果の影響を受けやすく、マトリックス内の分析対象化合物のレスポンスが、マトリックスのない標準よりも高くなります。これにより、添加サンプルの回収率が不正確なものになることがあります [6,7]。

Anastassiades ら [8] は、分析対象化合物の保護剤を用いて、マトリックス効果により生じる誤差を最小限に抑えることを提案しています [7]。この分析対象化合物保護剤 (AP) は、マトリックス抽出液に添加することで、影響を受けるおそれのある分析対象化合物を分解から守ることのできる化合物です。Anastassiades ら [8] は、幅広い化合物について、AP として有効であると評価しています。その研究結果をもとに、このアプリケーションでは、AP として L-グルコン酸 g-ラクトン (グロノラクトン) を選択しました。

複数シグナル検出機能のあるガスクロマトグラフィーシステムを使えば、1 回の注入で、ターゲット化合物の同定や確認、定量を補完するデータが得られます。このメソッドにより、GC/MS-SIM とリンモードの FPD を用いた有機リン系農薬の同時検出が可能になります。このメソッドでは、MSD と FPD の間で、カラム流を 1:1 で分割します。ここで選択したアプローチでは、GC/MSD/FPD システムを用いて、分析対象ピークの溶出順序を同定および確認しています。

使用した GC/MS システムは、バックフラッシュ機能も備えています。この機能により、注入口パージバルブをとおして溶出の遅いマトリックス成分を逆流させることで、分析時間を短縮することができます。このテクニックを使えば、注入と注入の間の長いベイクアウト時間が不要になります。バックフラッシュには、揮発性の低い成分をイオン源から遠ざけることで、イオン源メンテナンスの頻度を少なくするという利点もあります [9]。

実験手法

一連の実験には、蛍光光度検出器と 7683B オートサンブラを備えた Agilent 7890 GC/5975C MSD を使用しました。パージド 2 ウェイキャピラリー・フロー・テクノロジー (CFT) 装置を用いて、MSD:FPD へのカラム流を 1:1 で分割しました。CFT 装置は、ポストカラムのバックフラッシュ機能も備えています。表 1 に、分析に用いたクロマトグラフィ条件をまとめています。表 2 に、実験で使用したフローパスの消耗品を記載しています。

表 1. 分析条件

GC/MSD :	Agilent 7890/5975C
サンブラ :	Agilent 7683B、5.0 µL シリンジ (部品番号 5181-1273)
CFT 装置 :	パージド 2 ウェイスプリッタ (部品番号 G3180B) スプリット比 1:1 MSD:FPD
MSD リストリクタ :	1.43 m x 0.18 mm id 不活性フューズドシリカ チューブ (部品番号 160-2615-10)
FPD リストリクタ :	0.53 m x 0.18 mm id 不活性フューズドシリカ チューブ (部品番号 160-2615-10)
Aux EPC :	3.8 psi コンスタント圧力
注入口 :	2 µL スプリットレス、250 °C、 パージフロー 0.25 分で 60 mL/min、 ガスセーバーオン、2 分で 20 mL/min
カラム :	DB-35ms UI 30 m x 0.25 mm x 0.25 µm (部品番号 122-3832UI)
キャリア :	ヘリウム、定圧 28.85 psi、95 °C
オープン :	95 °C (0.5 分)~25 °C/min~150 °C~10 °C/min~ 250 °C (0.5 分)~20 °C/min~290 °C (4.5 分)
分析後バックフラッシュ :	7.5 分、290 °C、バックフラッシュ間の Aux EPC 圧力 54 psi、バックフラッシュ間の注入口圧力 2 psi
MSD :	トランスファーライン 300 °C、イオン源 300 °C、 四重極 150 °C
FPD :	230 °C、水素 75 mL/min、空気 100 mL/min、 キャリア + メイクアップ (N ₂) 60 mL/min

表 2. フローパス消耗品

バイアル :	茶色クリンブトップガラスバイアル (部品番号 5183-4496)
バイアルキャップ :	クリンブキャップ (部品番号 5181-1210)
バイアルインサート :	250 µL 不活性化ガラスインサート (部品番号 5181-8872)
シリンジ :	5 µL (部品番号 5181-1273)
セブタム :	アドバンストグリーン (部品番号 5183-4759)
注入口ライナ :	ウルトライナートシングルテーパー スプリットレスライナ、ウール入り (部品番号 5190-2293)
フェラル :	0.4 mm id ショート、85/15 ベスベル/グラファイト (部品番号 5181-3323)
PCT フィッティング :	インターナルナット (部品番号 G2855-20530)
PCT フェラル :	SilTite フェラル、0.25 mm id (部品番号 5188-5361)
20 倍拡大鏡 :	20 倍 Magnifier ループ (部品番号 430-1020)

試薬と化学物質

すべての試薬と溶媒は、HPLC または Ultra Resi グレードのものを使用しました。Honeywell (マスキーゴン、ミシガン州、米国) のアセトニトリル、Burdick & Jackson のトルエン、JT Baker のアセトンを VWR International (ウェストチェスター、ペンシルベニア州、米国) を通じて購入しました。純農業標準を Chem Service, Inc. (ウェストチェスター、ペンシルベニア州、米国) から、グルノラクトンを Aldrich (セントルイス、ミズーリ州) から、リン酸トリフェニルを Alfa Aesar (ワードヒル、マサチューセッツ州) から購入しました。

溶液と標準

各 OP 農業標準をアセトンに溶解し濃度 1~2 mg/mL の溶液を作成しました。この溶液を用いて、アセトン中で 50 µg/mL 原液を作成しました。原液から、1 µg/mL および 5 µg/mL の添加溶液を作成しました。サロゲート標準のリン酸トリフェニル (TPP) をトルエン中で濃度 1、15、100 µg/mL に調製しました。最小限の量の水と適量の ACN に純グルノラクトンを溶解し、濃度 50 mg/mL の分析対象化合物保護剤溶液を作成しました。農業およびサロゲート標準の添加溶液を用いて、適切な希釈により、マトリックスブランク抽出液の検量線を作成しました。適量のグルノラクトン溶液をキャリブレーション標準に添加し、各標準の濃度を 0.5 mg/mL としました。

サンプル前処理

エクストラバージンオリーブ油のサンプルを地元の食料品店で購入しました。サンプル抽出メソッドとしては、修正した QuEChERS アプローチを使用しました。図 1 に、サンプル前処理手順のチャートを示しています。

オリーブ油 3.00 g (± 0.05 g) を含むサンプルを計量し、遠心分離管に入れました。サンプル抽出を促進するために、2 つのセラミックホモジナイザー (部品番号 5982-9313) を各サンプルに加ええました。品質管理サンプルに適量の添加溶液を加え、定量濃度 20、100、500 ng/mL の QC サンプルを作成しました。各サンプルに試薬グレードの冷水 7 mL を加え、1 分間ボルテックスしました。ACN10 mL を遠心分離管に添加しました。その後、サンプルを 1 分間ボルテックスしました。MgSO₄ 4 g と塩化ナトリウム 1 g を含む Agilent オリジナル QuEChERS 抽出塩パッケージ (部品番号 5982-5550) を各遠心分離管に添加しました。分離管に蓋をして、1500 rpm で 1 分間攪拌しました。サンプルを 4000 rpm で 5 分間遠心分離しました。

上澄み 8 mL を、脂肪の多いサンプル用の Agilent QuEChERS AOAC 分散 SPE 15 mL チューブ (部品番号 5982-5158) に移しました。分散 SPE チューブを 1 分間ボルテックスしたのち、4000 rpm で 5 分間遠心分離しました。抽出液およそ 5.5 mL を 2 本目の脂肪の多いサンプル用分散 SPE 15 mL チューブに移し、ボルテックスと遠心分離の手順を繰り返し、サンプル抽出を完了しました。2 本目の分散 SPE チューブの抽出液をバイアルに移し、グルノラクトンの濃度が 0.5 mg/mL になるように、適量のグルノラクトン溶液を加えました。その後、表 1 に記載のクロマトグラフィー条件を用いて、抽出液を GC/MS/FPD で分析しました。

水とアセトニトリルの抽出液をサンプルと同じ方法で調製し、試薬ブランクとして使用しました。

QuEChERS サンプル前処理ワークフロー

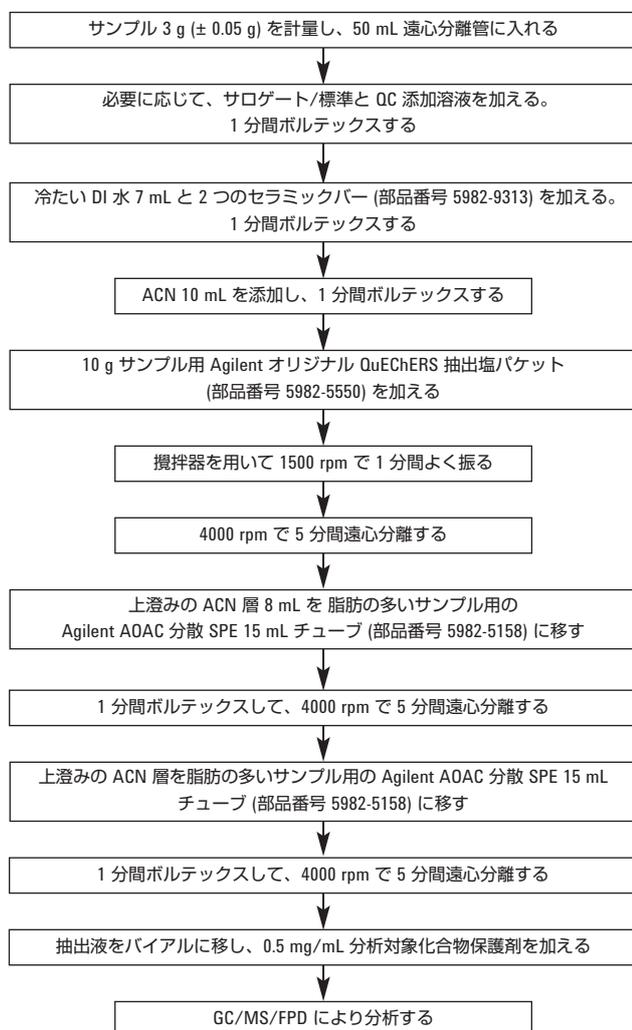


図 1. オリーブ油中農薬の QuEChERS サンプル前処理手順のフローチャート

結果と考察

Agilent J&W DB-35ms UI 30 m x 0.25 mm, 0.25 μm 分析カラムを用いて、16 種類のターゲット有機リン系農薬を 16 分未満で分離できました。図 2 の農薬マトリックスマッチ標準のクロマトグラムは、すべての農薬について、良好な分離能とピーク形状が得られることを示しています。有機リン系農薬、特に極性の高い農薬は、分析が困難です。ピーク形状の拡散や過度のテーリングがしばしば見られるため、信頼性の高い微量レベルの定量が難しくなることがあります。不活性の高い DB-35ms UI では、より良好なピーク形状が得られ、カラム内の活性部位へのサンプル吸着が抑えられるため、より優れた検出下限が得られます。図 3 は、DB-35ms UI カラムを用いた 15 ppb レベルの 4 種類の極性 OP 農薬の分析において、良好なピーク形状が得られることを示しています。

メタミドホス、アセフェート、オメトエート、ジメトエートは、ガスクロマトグラフィーでの分析が特に難しい農薬として知られています。これらの農薬は、いずれも水素結合を形成する可能性のある P = O 結合を含むため、マトリックス起因の影響を受けやすくなっています。この分析で用いた分析対象化合物保護剤のグルノラクトンにより、マトリックスに関連する影響が効果的に低減され、分析対象化合物のレスポンスが向上しています。この効果は、図 4 で見てとることができます。図 4 では、グルノラクトンを使用した場合と使用しなかった場合の 500 ng/mL 標準の分析結果を比較しています。

リンモードの蛍光光度検出は、リンを含む化合物のみを検出するため、オリーブ油などの複雑なマトリックスに含まれる微量の OP 農薬を、マトリックス干渉を最小限に抑えながら検出することができます。微量レベルでも優れたシグナル/ノイズ比が得られていることは、感度の高さを示しています。図 5 では、10 ng/mL におけるクロルピリホスのシグナル/ノイズ比を示しています。FPD では、10 ng/mL までの OP 農薬を検出できました。ただし、オメトエート、ダイアジノン、アジンホスメチル、アジンホスエチルは除きます。これらの化合物の検出下限は、15 ng/mL とやや高めになりました。ターゲット OP 農薬の検出下限は、米国、EU、国際食品規格の定める 0.01~2 mg/kg というオリーブ中残留農薬の最大許容残留量 (MRL) の範囲内に収まっています [10,11,12]。これまでに、オリーブ油については MRL がほとんど報告されていないため、オリーブの MRL をガイドラインとして使用しました。オリーブの残留農薬は、オリーブ油中で濃縮されると予想されるため、オリーブ油の MRL はオリーブよりも高くなる可能性があります。

QuEChERS アプローチを用いたサンプル前処理により、添加油サンプル中の OP 農薬を効果的に保持し、GC 分析に十分に対応できるレベルにまでサンプルマトリックスを精製することができました。図 6 は、有機リン系農薬混合物を添加し、QuEChERS を用いて前処理したオリーブ油サンプルの分析結果を示しています。

Agilent J&W DB-35ms UI カラムを用いた 16 種類の有機リン系農薬の分離

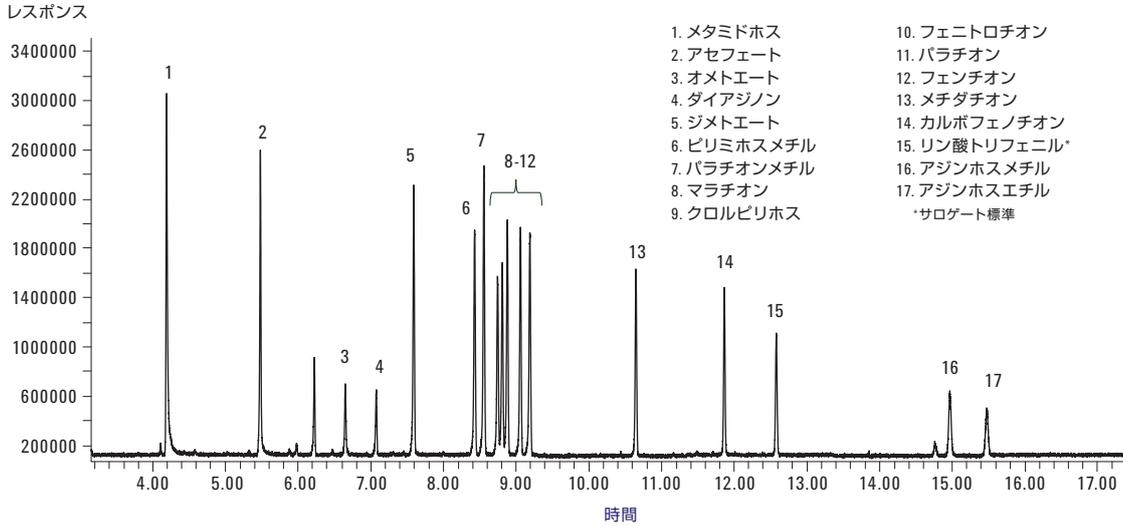


図 2. 分析対象化合物保護剤を加えた 100 ng/mL マトリックスマッチ有機リン系農薬標準の GC/FPD クロマトグラム。
Agilent J&W DB-35ms UI 30 m x 0.25 mm, 0.25 μm キャピラリ GC カラム (部品番号 122-3832UI) で分析。
クロマトグラム条件は表 1 に記載。

Agilent J&W DB-35ms UI カラムにおける 極性 OP 農薬の優れたピーク形状

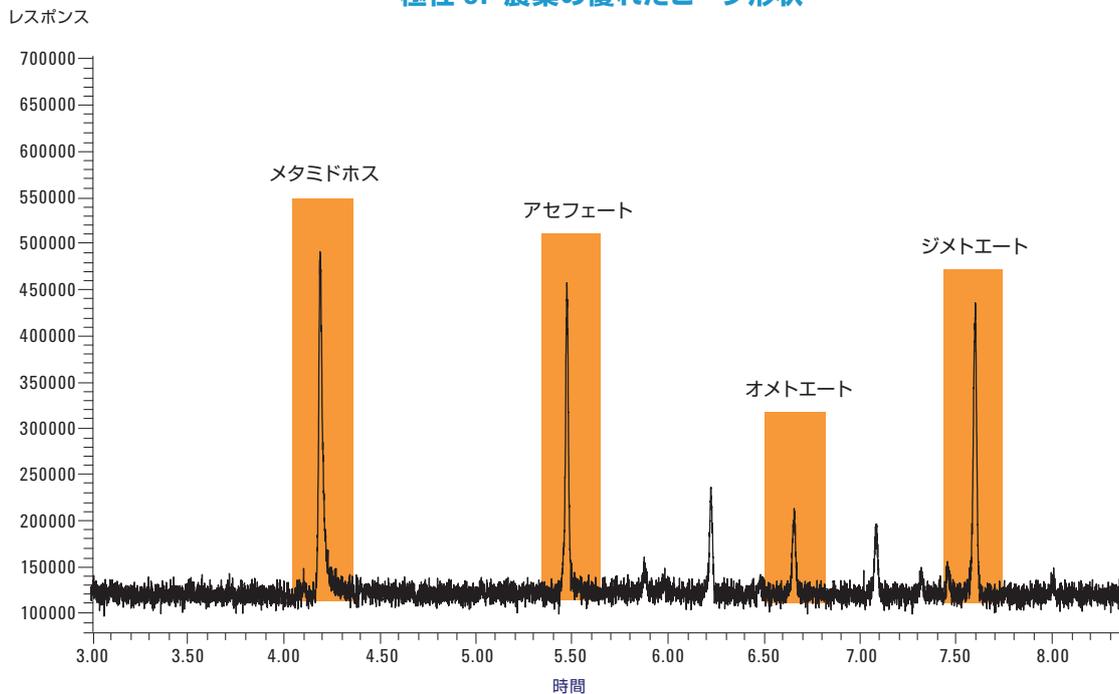


図 3. 分析対象化合物保護剤を加えた 15 ng/mL マトリックスマッチ農薬標準の GC/FPD クロマトグラムの部分拡大図。
Agilent J&W DB-35ms UI キャピラリカラム (部品番号 122-3832UI) で分析。クロマトグラフィー条件は表 1 に記載。

極性 OP 農薬における分析対象化合物保護剤の効果

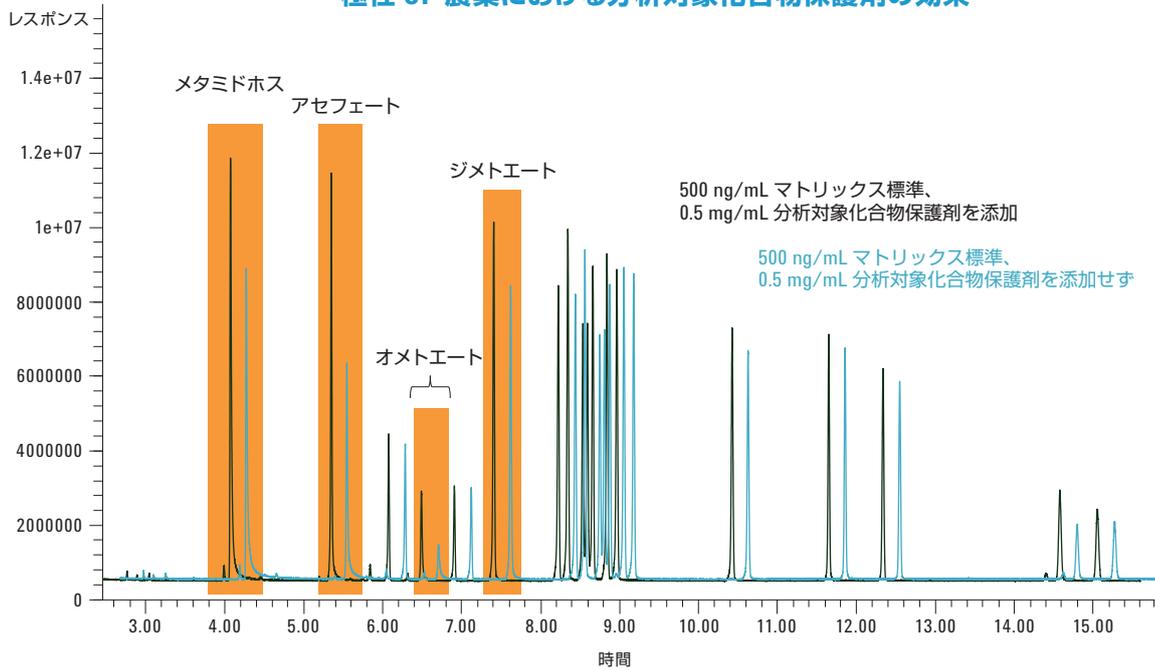


図 4. 分析対象化合物保護剤を添加した場合と添加しなかった場合の 500 ng/mL マトリックスマッチ有機リン系農薬標準の GC/FPD クロマトグラム。Agilent J&W DB-35ms UI 30 m x 0.25 mm、0.25 m キャピラリ GC カラム (部品番号 122-3832UI) で分析。保護剤なしの標準は、わかりやすくするためにタイムオフセットしています。クロマトグラフィー条件は表 1 に記載。

Agilent J&W DB-35ms UI カラムにおける 微量有機リン系農薬の優れた選択性

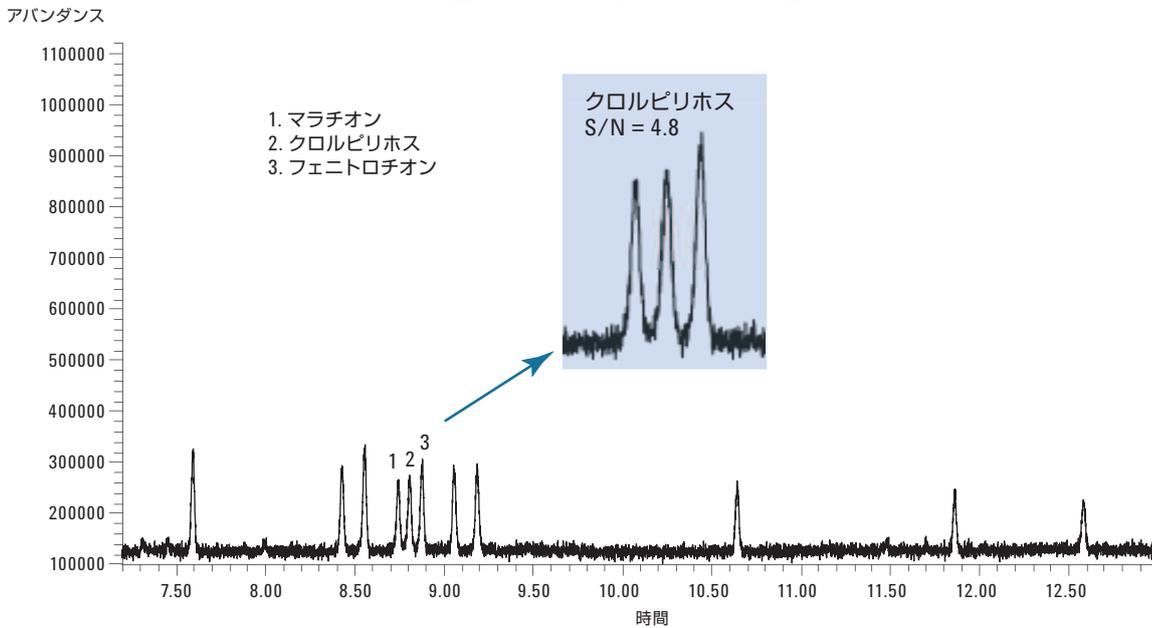


図 5. 分析対象化合物保護剤を加えた 10 ng/mL マトリックスマッチ農薬標準の GC/FPD クロマトグラムの部分拡大図。Agilent J&W DB-35ms UI キャピラリカラム (部品番号 122-3832UI) で分析。クロマトグラフィー条件は表 1 に記載。

アジレントの QuEChERS 抽出および分散 SPE で処理したあとの添加サンプルと オリーブ油抽出ブランクの GC/FPD クロマトグラム

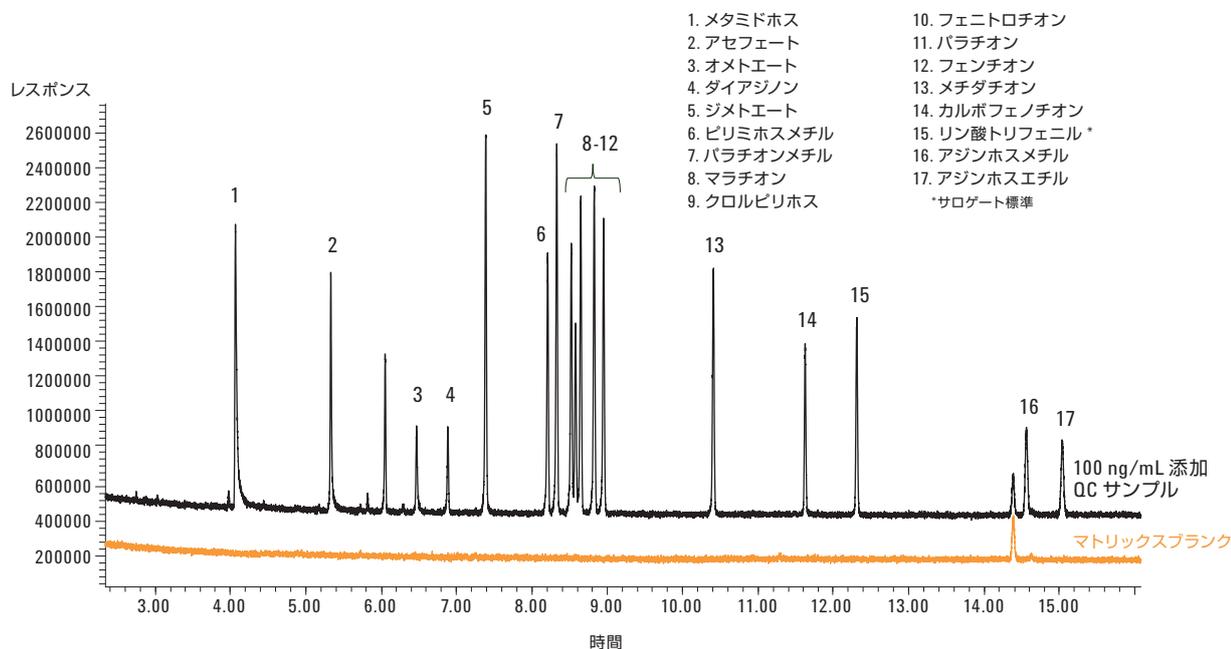


図 6. 分析対象化合物保護剤を加えた 100 ng/mL 添加オリーブ油抽出液とオリーブ油抽出ブランクの GC/FPD クロマトグラム。
Agilent J&W DB-35ms UI キャピラリカラム (部品番号 122-3832UI) で分析。クロマトグラフィー条件は表 1 に記載。

分析対象化合物のトレースの下に示したブランクマトリックスのトレースは、分析対象化合物に影響する可能性のあるマトリックス干渉のレベルを示しています。有機リン系農薬のピーク形状はきわめてシャープで、良好に分離されています。このことは、オリーブ油マトリックス分析における DB-35ms UI カラムの優れた性能を示しています。

化合物レスポンスの直線性が低い場合、カラムで化合物が分解または吸着されたことが考えられます。DB-35 ms UI カラムでは、この研究のキャリブレーション範囲全体にわたって優れた直線性が得られています。検量線の R^2 として定義されるこのカラムの直線性は、分析対象のすべての農薬で 0.999 以上でした。各 OP 農薬の値を表 3 に示しています。

GC/FPD により、濃度 20、100、500 ng/mL における回収率を測定しました。農薬の回収率は 70 % 以上で、RSD は 10 % を下回りました。ただし、アセフェートについては、平均回収率が 66 % とわずかに低くなりました。各 OP 農薬の回収率を表 4 に示しています。

表 3. 分析対象化合物保護剤を添加し、GC/FPD で分析した OP 農薬マトリックスマッチキャリブレーション標準の相関係数

Agilent J&W DB-35ms UI カラムにおける OP 農薬の優れた直線性

	R^2
メタミドホス	0.9997
アセフェート	0.9997
オメトエート*	0.9996
ダイアジノン*	0.9992
ジメトエート	0.9995
ピリミホスメチル	0.9996
パラチオンメチル	0.9995
マラチオン	0.9995
クロルピリホス	0.9996
フェントロチオン	0.9995
パラチオン	0.9995
フェンチオン	0.9994
メチダチオン	0.9994
カルボフェノチオン	0.9993
リン酸トリフェニル	0.9995
アジンホスメチル*	0.9995
アジンホスエチル*	0.9990

キャリブレーション濃度 10、15、25、50、100、250、500 ppb の R^2 値
* 15、25、50、250、500 ppb でキャリブレーション

表 4. Agilent J&W DB-35ms UI カラム (部品番号 122-3832UI) における添加オリーブ油マトリックス中 OP 農薬の回収率と再現性

Agilent J&W DB-35ms UI カラムにおける OP 農薬の回収率と再現性

分析対象化合物	1 倍添加		5 倍添加		25 倍添加	
	20 ng/mL % 回収率	添加 QC RSD (n=6)	100 ng/mL % 回収率	添加 QC RSD (n=6)	500 ng/mL % 回収率	添加 QC RSD (n=6)
メタミドホス	82.1	4.2	77.5	2.2	79.3	1.2
アセフェート	70.9	3.6	64.1	3.2	62.7	1.9
オメトエート	71.3	8.8	87.0	3.2	92.5	3.1
ダイアジノン	73.8	6.6	93.8	4.1	98.4	1.0
ジメトエート	97.2	3.9	101.6	3.0	107.2	1.7
ピリミホスメチル	79.2	3.7	81.6	2.2	86.0	1.2
パラチオンメチル	93.2	6.0	92.4	2.7	97.2	1.8
馬拉チオン	102.8	5.1	104.5	2.5	109.3	1.1
クロルピリホス	72.9	4.9	72.4	1.6	76.1	1.2
フェントロチオン	94.9	4.9	95.9	3.1	101.1	1.5
パラチオン	104.2	7.0	104.8	2.8	110.6	1.2
フェンチオン	90.2	6.1	92.7	2.3	96.4	1.2
メチダチオン	99.5	5.6	100.6	3.2	106.5	1.3
カルボフェノチオン	75.8	4.2	72.9	3.0	75.6	1.4
リン酸トリフェニル*	108.8	1.2	106.4	2.5	115.6	1.3
アジンホスメチル	91.5	4.7	97.1	3.2	100.7	2.8
アジンホスエチル	81.7	6.1	101.8	4.0	110.7	1.3

*サロゲート標準

結論

Agilent J&W DB-35ms ウルトライナートキャピラリカラムを使えば、ターゲット OP 農薬を分離し、極性農薬でも優れたピーク形状が得られます。これにより、より信頼性の高い微量レベルの定量が可能になります。オリーブ油中 OP 農薬の検出レベルは、EU や国際食品規格、米国の定めるオリーブの最大許容残留量 (MRL) 以下です。マトリックスマッチしたキャリブレーション標準の回帰係数 R^2 は 0.999 以上で、添加実験の回収率は 63~107%、平均 RSD は 9% 未満でした。この結果は、残留農薬測定における Agilent J&W DB-35ms ウルトライナートカラムの効率をさらに裏づけています。

この研究では、オリーブ油サンプルに含まれる微量有機リン系農薬を監視するための効率的な高速分析メソッドを紹介しています。MSD と FPD の間でカラム流を分割することで、1 回の注入で OP 農薬の分離、同定、確認をおこなうことができます。これにより、ラボ

の生産性が向上します。GC/MS-SIM により分離と確認をおこない、リンモードの FPD により、さらなる特定と定量をおこなうことが可能です。

Agilent QuEChERS アプローチを使えば、サンプルを十分に精製し、微量化合物の検出を維持しながら、マトリックス干渉を低減することができます。簡単な QuEChERS 抽出メソッドにより、サンプル前処理が迅速化され、サンプルスループットが向上します。バックフラッシュを用いれば、残留農薬サンプルマトリックスのキャリーオーバーを除去できます。これにより、ベイクアウトが不要になり、分析時間が大幅に短縮されます。

謝辞

Agilent QuEChERS サンプル前処理手順について、ご支援と提案をくださった Joan Stevens 氏に感謝します。

参考文献

1. J. Brill Bond, "The Mediterranean Diet and Your Health, *American Journal of Lifestyle Medicine*. 2009; 3:44
2. T. Psaltopoulou, A. Naska, P. Orfanos, D. Trichopoulos, T. Mountokalakis, A. Trichopoulou, "Olive Oil, the Mediterranean Diet, and Arterial Blood Pressure: the Greek European Prospective Investigation into cancer and Nutrition (EPIC) study," *Am J Clin Nutr*. 2004; 80:1012-18
3. E. G. Amvrazi and T. A. Albanis "Multiresidue Method for Determination of 35 Pesticides in Virgin Olive Oil by using Liquid-Liquid Extraction Techniques Coupled with Solid-Phase Extraction Clean Up and Gas Chromatography with Nitrogen Phosphorus Detection and Electron Capture Detection," *J. Agric. Food Chem*. 2006, 54, 9642-9651
4. L. G. Sultatos, "Mammalian Toxicology of Organophosphorus Pesticides," *Journal of Toxicology and Environmental Health*. 1994; 43(3):271 – 289
5. S. C. Cunha, S. J. Lehotay, K. Mastovska, J. O. Fernandes, M. Beatriz, and P. P. Oliveira, "Evaluation of the QuEChERS Sample Preparation Approach for the Analysis of Pesticide Residues in Olives," *J. Sep. Sci*. 2007; 30, 620-632
6. D. R. Erney, A. M. Gillespie, D. M. Gilvydis, C. F. Poole, "Explanation of the Matrix-Induced Chromatographic Response Enhancement of Organophosphorus Pesticides During Open Tubular Column Gas Chromatography with Splitless or Hot on-Column Injection and Flame Photometric Detection," *Journal of Chromatography* 1993; 638, 57-63
7. M. Anastassiades, S. J. Lehotay, D. Štajnbaher, F. J. Schenck, "Fast and Easy Multiresidue Method Employing Acetonitrile Extraction/Partitioning and 'Dispersive Solid-Phase Extraction' for the Determination of Pesticide Residues in Produce," *J. AOAC Int*. 2003; 86, 412-431
8. M. Anastassiades, K. Mastovska, and S. J. Lehotay "Evaluation of Analyte Protectants to Improve Gas Chromatographic Analysis of Pesticides," *Journal of Chromatography A*. 2003; 1015, 163-184
9. C. K. Meng, 「バックフラッシュによる生産性の向上とカラム寿命の延長」、アジレント資料番号 5989-6018JAJP
10. <http://www.mrlatabase.com/>
11. http://ec.europa.eu/sanco_pesticides/public/index.cfm
12. <http://www.codexalimentarius.net/pestres/data/index.html>

詳細情報

アジレント製品とサービスの詳細については、アジレントのウェブサイト www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

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。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本文書を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc., 2011

Printed in Japan

March 21, 2011

5990-7722JAJP



Agilent Technologies