

多成分残留農薬の分析 ピーク形状の一貫性の向上

革新技術: Agilent Intuvo 9000 GC と MS/MS



はじめに

残留農薬の多成分一斉分析は、食品分析で一般的に使用される手法となりました。その理由として、各種農薬の同時測定が可能になったことが挙げられますが、測定対象農薬の数は増加し続けています。QuEChERS は、サンプル前処理に適したメソッドであり、マトリックスによる負荷は低減しますが、完全にクリーンなサンプルとはなりません。農薬分析ではサンプルはクリーンアップされますが、時間の経過とともにレスポンスが低下して、徐々にピーク形状が悪くなる可能性があります。従来のガスクロマトグラフシステムの場合、バッチサイズを小さくしたり、注入口、カラム、リテンションギャップのメンテナンス頻度を上げたりすることで対処することが一般的です。

Agilent Intuvo 9000 ガスクロマトグラフシステムはこれらの問題に対応しており、革新的なイナートフローパスを使用することによる利点も追加されています²。

リテンションギャップの役割を果たすモジュール型の流路プレートを開発することにより、分析カラムをマトリックスから保護し、カラムのトリミングも不要にしています。この革新的なイナートフローパスにより、分析が困難な化合物に対しても、クロマトグラフィーの完全性 (レスポンスとピーク形状) が維持できます。また、Agilent Intuvo 9000 GC システムは横幅がわずか 27 cm のため、特にスペースが限られているラボにおいて柔軟に対応できます。

詳細については、以下をご覧ください。

www.agilent.co.jp/chem/intuvo



Agilent Technologies

実験手法

Agilent Intuvo 9000 GC システムを Agilent 7000 シリーズトリプル四重極質量分析計と組み合わせました。Agilent スプリット/スプリットレス注入口と、標準の 15 m Agilent Intuvo HP-5ms ウルトライナートカラムを使用し、カスタム仕様の農薬標準を Ultra Scientific から入手してアセトン中で 1 ppm ~ 5 ppb の範囲の標準溶液に希釈しました。農薬および環境汚染 MRM データベース (p/n G9250AA rev A.1.01) からトランジションを取得して、マルチプルリアクションモニタリング (MRM) モードを使用しました。Agilent Bond Elut QuEChERS EN 抽出チューブ (p/n 5982-5650) および Agilent Bond Elut QuEChERS EN 分散 SPE チューブ (p/n 5982-5256) を用いて、紅茶抽出物を前処理しました。標準、マトリックス、および分析対象物保護溶液を使用して、3 層サンドイッチ注入を実施しました。メソッドの詳細については、別のアプリケーションノート³をご覧ください。

結果と考察

紅茶抽出物によるキャリブレーション後 (24 回の注入から構成)、50 ppb 標準を測定して 70 ~ 120 % の回収率枠内に収まっているかどうかを評価しました。この仕様を満たしている場合は、50 ppb 標準 (マトリックス入り) を 60 回注入しました。60 回のマトリックス注入が完了したら、ライナと Intuvo Guard Chip を交換して、従来の GC システムでのバッチ分析後に実行されることが多いメンテナンスを再現しました。図 1 に、50 ppb 標準のキャリブレーション後の回収率チェック時、60 回のマトリックス注入後、およびライナと Intuvo Guard Chip 交換後の測定値を示します。分析全体を通して、クロマトグラフィーにほとんど変化はありません。ピーク形状は回収率と同様に、適切に維持されています。図 2 は、メタクリホス、その近傍の内部標準アセナフテン-d10、およびピラクロストロピンを拡大して表示しています。ピーク高さに多少の違いはありますが、これは内部標準に対して正規化したことによるものです。それ以外ではピーク形状に大きな違いは認められず、回収率は 70 ~ 120 % の範囲内に収まっています。

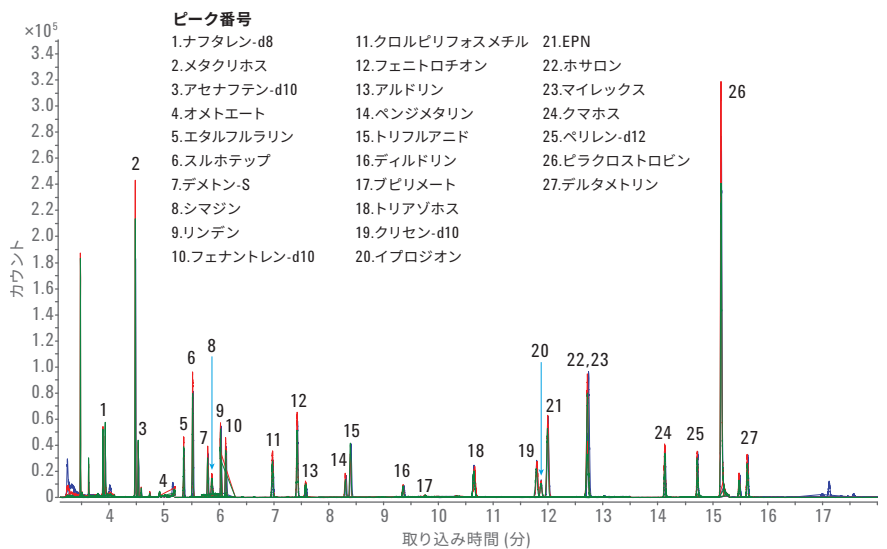


図 1. 50 ppb 農薬標準測定値のキャリブレーション後 (青色)、60 回のマトリックス注入後 (赤色)、およびライナと Intuvo Guard Chip 交換後 (緑色) のクロマトグラムの重ね書き表示。

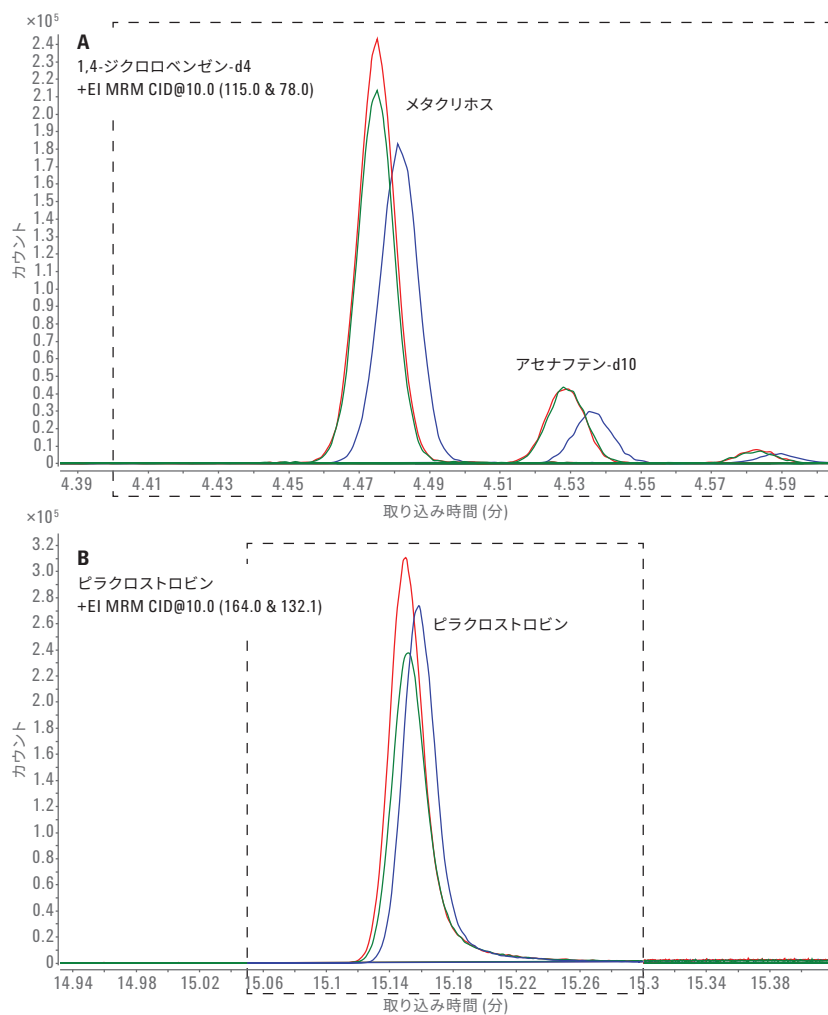


図 2. 15 m の Agilent Intuvo HP-5ms ウルトライナートカラムを使用した、約 100 回のマトリックス注入を通して安定したピーク形状が維持されている例として、メタクリホスおよびピラクロストロピンを示します。破線の枠は、使用した MRM トランジションの時間枠を示しています。

結論

Agilent Intuvo 9000 GC システムで 15 m の Agilent Intuvo HP-5ms ウルトライナートカラムを使用して農薬を分析したところ、バッチを通して一貫した結果が得られました。キャリブレーションおよびマトリックスサンプルにおいて、ピーク形状は適切に維持されています。今回のアプリケーションの場合、メンテナンスを実行する前に、ほぼ 100 回の注入を行いました。Agilent 9000 Intuvo GC システムでのメンテナンスは、リテンションギャップの役割を果たす Intuvo Guard Chip を採用した結果、簡略化できました。リテンションタイム枠は、Intuvo Guard Chip の交換後も維持されており、分析フローがさらに簡略化されています。

参考文献

1. Analysis of Semivolatiles Intuvo Guard Chip Protection, *Agilent Technologies*, publication number 5991-7182EN, **2016**.
2. Veeneman, R.; Stevens, J. Multiresidue Pesticide Analysis with the Agilent Intuvo 9000 GC and Agilent 7000 Series Mass Spectrometer. *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5991-7216EN, **2016**.

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いません。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. 2016

Printed in Japan, September 1, 2016

5991-7175JAJP



Agilent Technologies