

# 食品マトリックス中の 多成分残留農薬の分析



Agilent Ultivo トリプル四重極 LC/MS システム

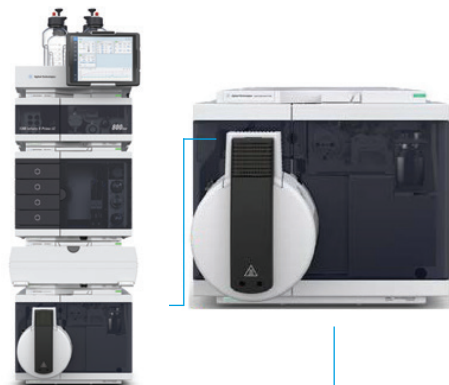


図 1. Agilent Ultivo トリプル四重極 LC/MS

## 概要

農薬は作物生産の成功に不可欠です。規制機関は、食品に含まれる数百種類の農薬および農薬代謝物について最大残留基準値 (MRL) を定めています。ほとんどの MRL は低い ppb 値に設定されており、複雑な食品マトリックス中の数百種類もの分析対象物を同時にスクリーニングして定量することは重大な課題となっています。

この資料では、Agilent Ultivo トリプル四重極 LC/MS を使用した 246 種類の農薬と代謝物のスクリーニングと定量を分析について紹介します。Ultivo は、特に環境および食品安全性分野において、ルーチン生産や分析を行うラボが直面する多くの課題に対処するように設計されています。Ultivo の革新的なテクノロジーにより、占有スペースを全体的に削減しつつ、より大型の MS システムと同等の性能が実現します。

VacShield、サイクロンイオンガイド、ボルテックスコリジョンセル、双曲線四重極などの革新的技術は、コンパクトなサイズで最大の定量性能を発揮するだけでなく、機器の信頼性および堅牢性を強化して稼働時間を向上させます。Ultivo では、ユーザーのシステムメンテナンスの負担を低減しており、質量分析を専門としない MS ユーザーもシステムの運用やメンテナンスの管理を行うことができます。Agilent MassHunter ソフトウェアを使用すると、データ取り込み、メソッド設定、データ解析、さらにレポート作成が容易になるため、データ取り込みからレポート作成までの時間を大幅に短縮でき、ラボの生産性が向上します。

詳細については、以下をご覧ください。

[www.agilent.co.jp/chem/ultivo-lcms](http://www.agilent.co.jp/chem/ultivo-lcms)



**Agilent Technologies**

## 実験方法

### サンプル前処理

ダイナミック MRM (dMRM) メソッドを使用して、マトリックス中から 246 種類の農薬を検出しました。果実、野菜、乾燥ハーブを代表するものとして、オレンジ、アボガド、紅茶を選択しました。10 グラムの有機オレンジ/アボガド、2 グラムの有機紅茶を 10 mL の ACN と EN 抽出塩 (p/n 5982-5650) で抽出しました。紅茶には、高色素含有量用の分散 SPE (dSPE) (p/n 5982-5356CH) を使用し、アボガドには新しい EMR Lipid を使用し、オレンジには PSA 含有キット (p/n 5982-5058) を使用しました。

### LC および MS 分析条件

LC パラメータ		
カラム	Agilent Eclipse Plus C18, 3.0 × 150 mm, 1.8 μm	
カラム温度	45 °C	
注入量	2 μL	
移動相	A) 水、0.5 mM フッ化アンモニウム + 4.5 mM ギ酸アンモニウム + 0.1 % ギ酸 B) メタノール、0.5 mM フッ化アンモニウム + 4.5 mM ギ酸アンモニウム + 0.1 % ギ酸	
流量	0.45 mL/min	
グラジエント	時間 (分)	% B
	0	2
	0.5	2
	1	50
	4	65
	16	100
	18	100
	18.1	2
ストップタイム	20 分	
ポストタイム	1.5 分	
MS パラメータ		
乾燥ガス温度	250 °C	
乾燥ガス流量	11 L/min	
ソースガス温度	350 °C	
ソースガス流量	12 L/min	
ネブライザ圧力	40 psi	
キャピラリ電圧	3,500 V (+), 3,500 V (-)	
ノズル電圧	300 V (+), 1,000 V (-)	
デルタ EMV	200 V (+), 200 V (-)	

## 結果と考察

### 機器性能

Ultivo に搭載された革新的な技術によって、効率的なイオン透過率および選択性、コリジョンセル中のイオンフラグメンテーションの優れた忠実性が実現します。図 2 は、紅茶中マトリックスの 246 種類の農薬における MRL 以下での優れたシグナルレスポンスを示しています。

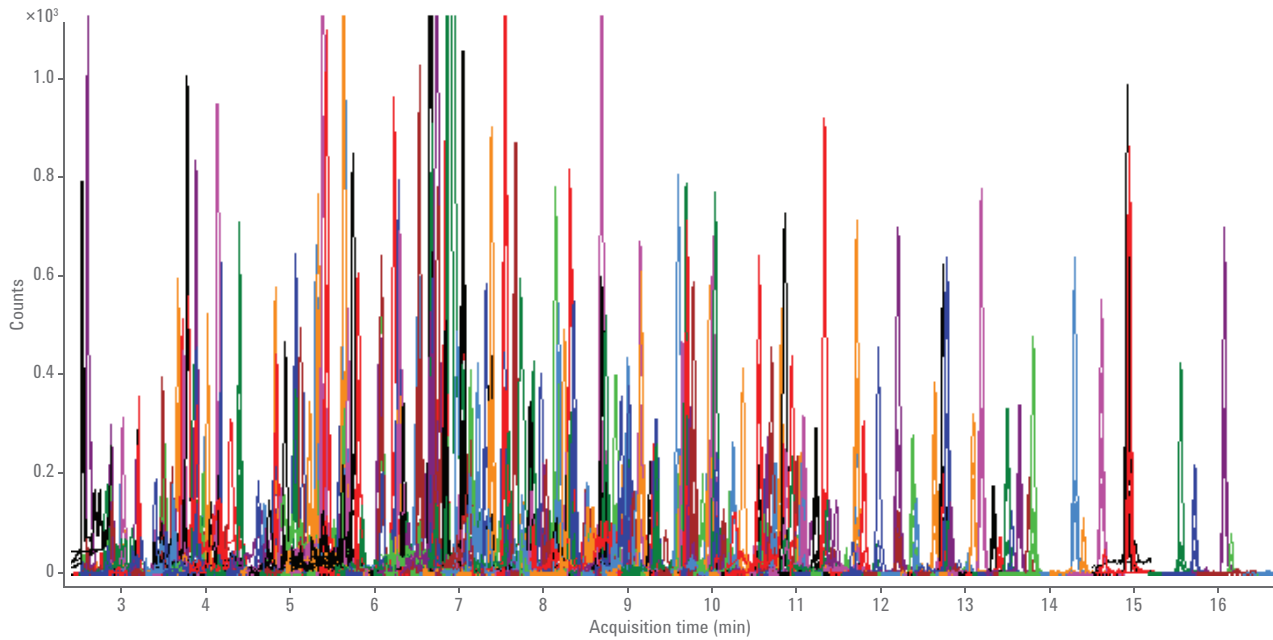


図 2. 紅茶マトリックスに 5 ng/g (1 ppb) でスパイクされた 246 種類の農薬の Agilent Ultivo トリプル四重極 LC/MS のシグナルレスポンス

### 感度と精度

図 3 に示すように、MRL よりも低い濃度の化合物のほとんどを検出し、6 回の繰り返し分析のうち 4 回以上で 80 ~ 120 % の精度を示しました。オレンジまたはアボカドのマトリックスでは、より高い濃度で検出された他の分析対象物とともに、分析対象物のほとんどを 1 ng/g で正確に定量できました。紅茶のマトリックスでは、分析対象物のほとんどを 5 ng/g で正確に定量できました。図 4 は、最も低い定量レベルのほとんどの化合物で %RSD が 10 % 未満となり、システムの優れた精度が確認されました。

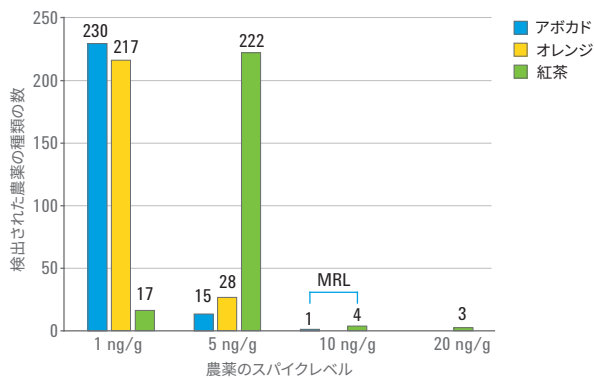


図 3. 優れた信号感度: ほとんどの化合物を MRL 以下で正確に検出できました (オレンジ中の 1 つの化合物はマトリックス干渉が原因で検出できませんでした)。

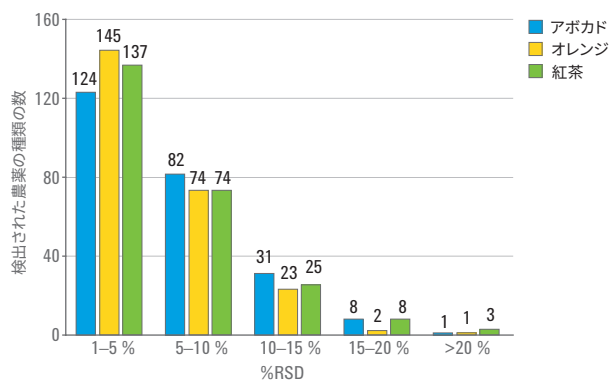


図 4. 優れた精度: ほとんどの化合物が外れ値除去なしに、最小の定量レベルで 10 % 未満の % RSD を示しました (n = 6)。

## サンプルの分析: 非有機栽培のオレンジとアボカド

非有機栽培のオレンジとアボカドを地元のマーケットから入手し、有機マトリックスと同様に処理しました。ほとんどの検量線で  $R^2 > 0.99$  を示し、サンプルを正確に定量できました。非有機栽培のアボカドでは農薬は検出されませんでした。非有機栽培のオレンジでは MRL を超える農薬が 3 種類検出されました (図 5)。

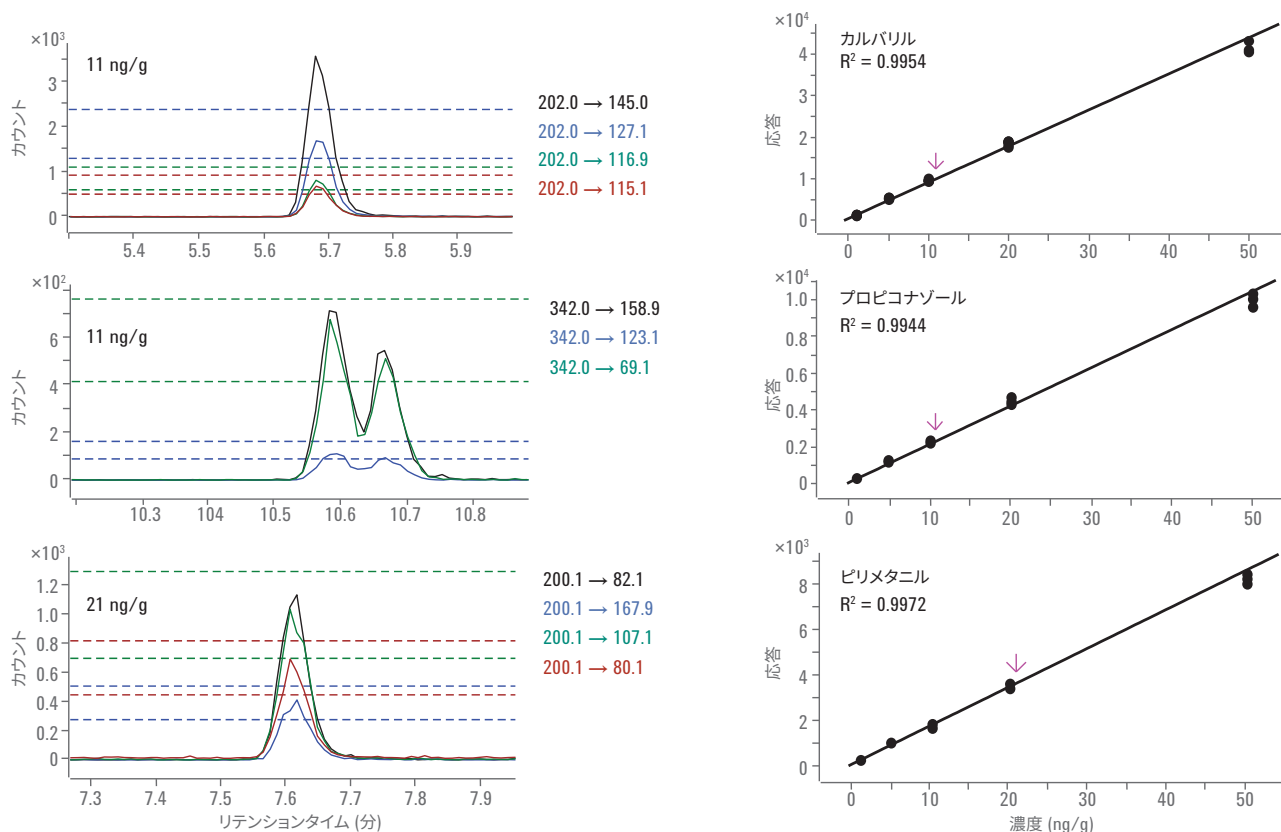


図 5. 非有機栽培オレンジにおける MRL を超えて検出された農薬

## 結論

- Agilent Ultivo トリプル四重極 LC/MS は、きわめて優れた分析機器性能を最小の設置スペースで提供します。
- Ultivo の革新的な技術により、最適な感度、堅牢な検出、容易なメンテナンスを確実に提供し、生産性の向上と分析結果の信頼性が高まります。
- Ultivo は、LC/MS を専門としないユーザー向けの拡張機能により、ルーチンの製造および品質管理を行うラボに大きな利点をもたらします。
- アジレントは、サンプル前処理、データベース、メソッド、レポート作成を含むワークフローソリューションを包括的に提供し、食品安全および環境分析におけるメソッドの開発およびバリデーションの高速化を支援します。

ホームページ

[www.agilent.com/chem/jp](http://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. 2017

Printed in Japan, June 27, 2017

5991-8154JAJP

Rev 1.0



Agilent Technologies