

Agilent Captiva EMR-Lipid と LC/MS/MS および GC/MS/MS による 牛乳中の複数種類の残留農薬の多成分 分析

著者

Xia Yang, Youjuan Zhang, and
Zhiming Zhang
Agilent Technologies, Inc.

概要

このアプリケーションノートは、牛乳中の複数の種類の残留農薬の多成分分析について紹介します。サンプル前処理メソッドは Agilent QuEChERS 抽出をベースとしており、その後に Agilent Captiva EMR-Lipid クリーンアップと分析を行います。2 つの機器プラットフォームを使用しました。1 つは、Agilent 8890 ガスクロマトグラフシステムと Agilent 7010B トリプル四重極質量分析装置を組み合わせたプラットフォーム (GC/MS) です。もう 1 つは Agilent 1290 Infinity II LC システムと Agilent 6470 トリプル四重極質量分析装置を組み合わせたプラットフォーム (LC/MS/MS) です。Captiva EMR-Lipid は、牛乳中のマトリックス干渉の高効率の除去を実現し、約 1 ng/mL までの大半の農薬を検出することができます。分析の結果、牛乳中の多成分残留農薬を分析するこのワークフローソリューションの利点が実証されました。対象の 171 種類の農薬のうち、98 % の回収率が 60 ~ 120 % で、95 % 以上の再現性が 10 % RSD 以下でした。

はじめに

牛乳は、特に乳児や小児の食事において、重要な食品です。牛乳中の汚染物質の存在は、食品安全性に共通する懸念となっており、乳製品業界全体で牛乳の安全性を確保する取り組みが大きな進歩を遂げてきました。牛乳に含まれる主な汚染物質の1つは農薬で、汚染された飼料や水から動物が摂取したものです。¹ 牛乳中の農薬の最大残留基準値は多くの場合、一般的な果物および野菜よりも極めて低い値です。² このため、牛乳中の農薬の分析では、マトリックス除去を改善するサンプル前処理メソッドと、感度を向上させる分析機器メソッドが求められます。今回の研究の目的は、世界中の牛乳中で広く規制されている多様な農薬を測定するシンプルかつ効率的なワークフローを開発することです。

脂質除去製品である Captiva EMR-Lipid は、サイズ排除と疎水性相互作用を組み合わせることにより、ターゲット化合物の回収率を落とさずに脂質炭化水素鎖を選択的に保持できます。Captiva EMR-Lipid クリーンアップは従来の QuEChERS 分散クリーンアップと比べて、パスルーワークフローがシンプルで、選択性と効率に優れた脂質除去を実現できます。このアプリケーションノートでは、LC/MS/MS と GC/MS/MS の両方の分析によって、QuEChERS 抽出とその後の Captiva EMR-Lipid クリーンアップによるシンプルなワークフローで 171 種類の農薬と関連代謝物をテストしました。

実験方法

材料および試薬

試薬と溶媒はすべて HPLC または分析グレードのものを使用しました。アセトニトリル (ACN) は Honeywell (マスキーゴン、ミシガン州、米国) から入手しました。ギ酸 (FA) は J&K Scientific Ltd. (北京、中国) から購入しました。農薬および代謝物の標準は Alta (天津、中国) から購入しました。

溶液および標準試料

個々の農薬原液 (100 µg/mL) の ACN 溶液は -20 °C で保管し、混合したスパイク溶液 (1 µg/mL) を ACN で調製して -20 °C で保管しました。80/20 ACN/H₂O 溶出溶媒を調製して室温で保管しました。

機器および消耗品

- Agilent Captiva EMR-Lipid、6 mL カートリッジ、600 mg (p/n 5190-1004)
- Agilent Vac Elut 20 マニホールド、13 × 100 mm 試験管用コレクションラック付き (p/n 12234101)
- Agilent QuEChERS 抽出キット EN 15662 メソッド、50 mL チューブとセラミックホモジナイザ付き (p/n 5982-5650CH)
- Agilent Bond Elut EMR-Lipid 脱水キットパック、無水 MgSO₄ のみ (p/n 5982-0102)
- Agilent Bond Elut C18 カートリッジ、500 mg、6 mL、40 µm (p/n 12102052)
- Agilent QuEChERS 分散キット、脂質/ワックスを含む果物および野菜、AOAC メソッド、15 mL (p/n 5982-5158)

- SPEX SamplePrep 2010 Geno/Grinder (メアチェン、ニュージャージー州、米国)
- Eppendorf Centrifuge 5810R (ハンブルグ、ドイツ)
- LC カラムおよび GC カラム、ライナなど

分析条件

検出は、LC/MS/MS と GC/MS/MS の両方のプラットフォームで実施しました。LC/MS/MS による検出は Agilent 1290 Infinity II LC システムで行いました。このシステムは、Agilent 1290 Infinity II ハイスピードポンプ (G7120A)、Agilent 1290 Infinity II マルチサンプラー (G7167B)、Agilent 1290 Infinity II マルチカラムサーモスタット (G7116B) で構成されています。これらの機器を Agilent Jet Stream エレクトロスプレーイオンソースを搭載した 6470A トリプル四重極 LC/MS (G6470A) と組み合わせました。GC/MS/MS による検出は Agilent 8890 GC と Agilent 7010 トリプル四重極 GC/MS で行いました。データの取り込みと解析には、Agilent MassHunter ワークステーションソフトウェアを使用しました。

表 1 に GC 分析可能な農薬の GC/MS/MS メソッドのパラメータを、表 2 に LC 分析可能な農薬の LC/MS/MS メソッドの条件を示します。

表 1. GC/MS/MS メソッド条件

GC/MS/MS パラメータ	設定値
カラム	Agilent HP-5ms UI、30 m × 0.25 mm、0.25 µm (p/n 19091S-433UI)
キャリアガス	ヘリウム、1.019 mL/min の定流量
注入量	1 µL
注入口ライナ	Agilent ウルトラライナー、スプリットレス、シングルテーパー、ガラスウール入り (p/n 5190-2293)
オープンプログラム	60 °C (1 分間)、40 °C /min で 120 °C まで、その後 5 °C /min で 310 °C まで
注入口	スプリット/スプリットレス、温度：280 °C スプリットレスモード、ページフロー 30 mL/min (0.75 分で)
分析時間	40.5 min
ransfer ライン温度	280 °C
コリジョンセル EPC	クエンチガス He、2.25 mL/min。コリジョンガス N ₂ 、1.5 mL/min
イオン源温度 (HES)	280 °C
四重極温度	150 °C
データモニタリング	dMRM
ゲイン係数	10
溶媒ディレイ	3 min

付録に、MRM トランジションと設定値を示します。図 1 と図 2 は、農薬レベルが 50 ng/mL となるように添加された牛乳サンプルの代表的な GC/MS/MS MRM クロマトグラムと LC/MS/MS クロマトグラムを示しています。

表 2. LC/MS/MS メソッド条件

LC/MS/MS パラメータ	設定値		
カラム	Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18, 3.0 × 150 mm, 1.8 µm (p/n 959759-302)		
カラム温度	45 °C		
オートサンプラ温度	10 °C		
注入量	2 µL		
移動相	A) 水溶液 : 4.5 mM ギ酸アンモニウム、0.5 mM フッ化アンモニウム、0.1 % ギ酸を含む B) メタノール溶液 : 4.5 mM ギ酸アンモニウム、0.5 mM フッ化アンモニウム、0.1 % ギ酸を含む		
グラジェント	時間 (分)	B%	流量 (mL/min)
	0	2	0.45
	0.5	2	0.45
	1	50	0.45
	4	65	0.45
	16	100	0.45
	18	100	0.45
	18.1	2	0.45
	20	2	0.45
ストップタイム	20 min		
イオン源パラメータ			
ガス温度	250 °C		
ガス流量	11 L/min		
ネブライザ	40 psi		
シースガス温度	350 °C		
シースガス流量	12 L/min		
キャピラリ電圧	+3,500		
ノズル電圧	+300		
時間セグメント			
Agilent 1290 Infinity II バイナリシステム	開始時間 (min)	スキャンタイプ Div バルブ	デルタ EMV (+)
	0	DMRM 廃液へ	0
	2.1	DMRM MS へ	400
	18	DMRM 廃液へ	0

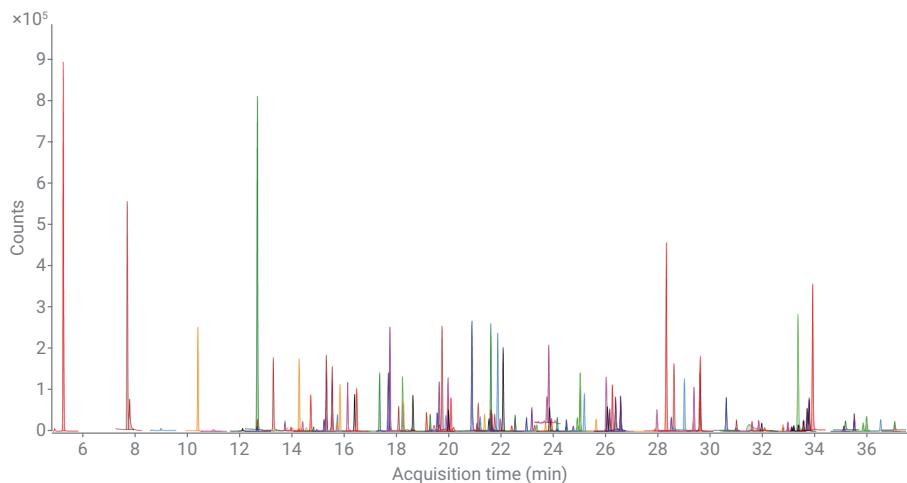


図 1. 50 ng/mL レベルで添加された牛乳サンプル中の農薬の GC/MS/MS MRM クロマトグラム

サンプル前処理

牛乳は、地域の食料品店から購入し、開発されたサンプル前処理メソッドを使用して調製しました。図 3 は調製手順を示しており、これは 3 つの主要な部分に分かれています。1 つめは QuEChERS 抽出キットを用いたサンプル抽出、2 つめは Captiva EMR-Lipid によるサンプル抽出クリーンアップ、3 つめは GC/MS/MS 分析専用の無水 $MgSO_4$ 塩分配を使用した後処理による脱水です。ワークフロー全体を通して、オリジナルサンプルの濃度を LC/MS/MS では 3.125 倍、GC/MS/MS では 2.5 倍に希釈しました。

キャリブレーション標準と品質管理 (QC) サンプル

適切な 標準スパイク溶液を牛乳にスパイクしてボルテックスした後に 5 分間平衡化し、プレスパライク QC サンプルを作成しました。開発したサンプル前処理ワークフローを使用して処理したマトリックスブランクに標準溶液をスパイクすることによって、マトリックス適合キャリブレーション標準を調製しました。牛乳中の各キャリブレーション標準の濃度は、1、2、5、10、20、50、100、200、500 ng/mL です。4 つのレベルの QC サンプルを、牛乳中の低レベル (5 および/または 10 ng/mL)、中レベル (50 ng/mL)、高レベル (100 ng/mL) の検量線に対して、4 回繰り返して定量しました。成分の同定、確認、定量は、リテンションタイムと MRM トランジションから測定しました。

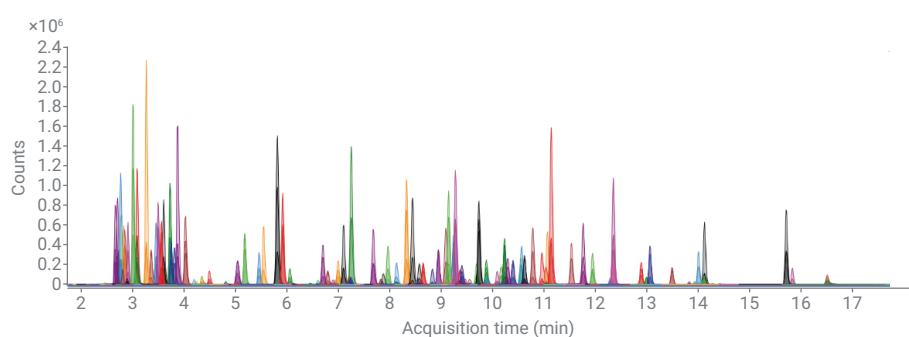


図 2. 50 ng/mL レベルで添加された牛乳サンプル中の農薬の LC/MS/MS MRM クロマトグラム

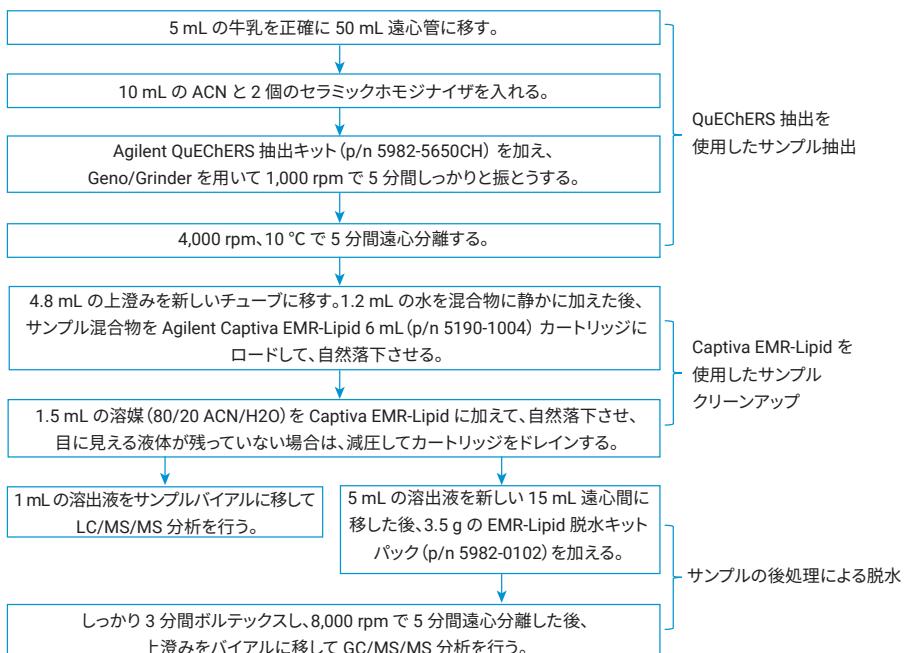


図 3. 牛乳サンプル前処理の詳細な手順

サンプル抽出およびマトリックス除去の調査

5 mL の牛乳サンプルの抽出メソッドを評価しました。まず、15 mL の ACN 溶媒抽出を、10 mL の ACN を使用した後で QuEChERS EN 抽出を行う QuEChERS 抽出キットと比較しました。クリーンアップステップも評価しました。クリーンアップを実施していないサンプル抽出の LC/MS/MS と GC/MS/MS の両方のバックグラウンドプロファイルを、Captiva EMR-Lipid クリーンアップ、Bond Elut C18 SPE クリーンアップ、Bond Elut QuEChERS dSPE クリーンアップの各手法を用いたサンプル抽出のバックグラウンドプロファイルと比較しました。

結果と考察

サンプル前処理の最適化

ACN による溶媒抽出と ACN を使用した QuEChERS 抽出の 2 つの抽出メソッドを評価しました。酸性化した ACN はアミトラズやセミアミトラズなどのいくつかの農薬を分解させることができると報告されていますため、酸性化していない ACN を使用しました。³ QuEChERS 抽出から得られた結果は、多くの疎水性農薬について、ACN 抽出のみの結果よりも良好な回収率を示しました。牛乳サンプル抽出に QuEChERS 抽出メソッドを選択しました。

マトリックス除去の調査では、クリーンアップなしのサンプル抽出と、Captiva EMR-Lipid、Bond Elut C18 カートリッジ、QuEChERS dSPE キットを用いてさまざまなクリーンアップを行ったサンプル抽出に対して、GC/MS のフルスキャンバックグラウンドプロファイルを比較しました。それぞれのフルスキャンクロマトグラムの重ね表示を図 4 に示します。全リテンションタイムウィンドウ内のトータル積分ピーク面積を比較することによって、Captiva

EMR-Lipid クリーンアップは 99 % のマトリックスを除去でき、他の 3 つのクリーンアップメソッドよりも大幅に性能が優れていることが実証されました。また、Captiva EMR-Lipid によるクリーンアップは、機器汚染の重大な原因となる溶出が遅い干渉物質（30 分より後に溶出）も除去しています。

図 5 に、異なるクリーンアップ手法を使用した場合の農薬の回収率を比較した結果を示します。この結果から、分散キット内の塩基性の吸着剤 PSA を用いたために、QuEChERS 分散 SPE クリーンアップによって酸性の農薬が大量に損失することが分かります。

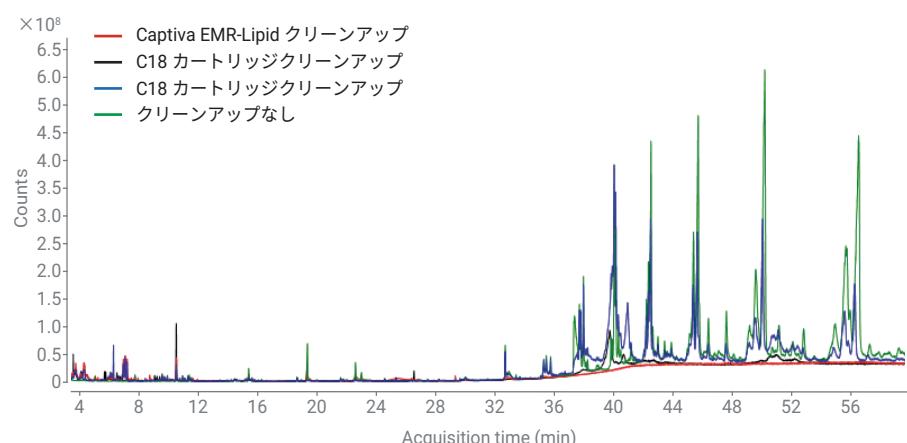


図 4. 異なるクリーンアップメソッドによる牛乳サンプルの GC/MS フルスキャン

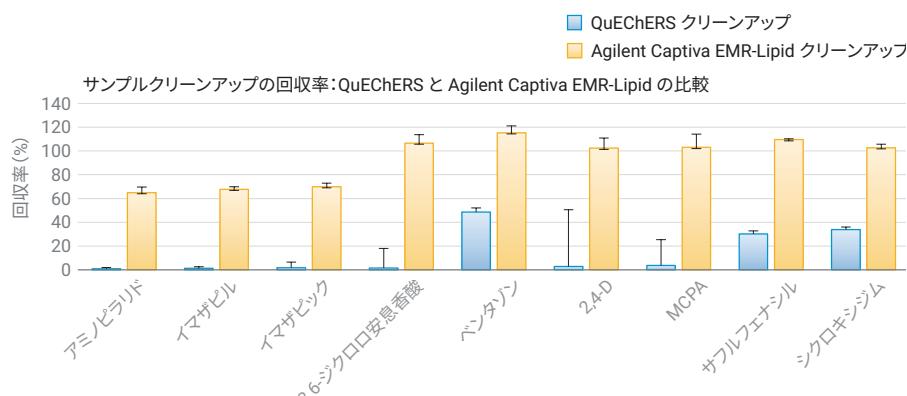


図 5. LC/MS/MS による、40 ng/mL のスペクトラルレベルの酸性農薬の Agilent QuEChERS dSPE クリーンアップと Agilent Captiva EMR-Lipid クリーンアップの回収率の比較

続いて、Captiva EMR-Lipid カートリッジのクリーンアップステップでの回収率を調べて、2つの連続する溶出段階での合計溶出量を求めました。図 6 の 2 回目の溶出がある場合とない場合の回収率データの箱ひげ図では、箱の中央の線は回収率の値の中央値を示し、箱の下部と上部のラインはそれぞれ、下半分と上半分の回収率の値の中央値を示しています。箱の端から最小値および最大値に、ひげ（垂直の線）が伸びています。全体的には、2 回目の溶出がある場合の農薬の回収率が向上しました。このため、最初の 6 mL のサンプル混合物の溶出後に 1.5 mL の 80/20 ACN/水による 2 回目の溶出を適用しました。

残留した水が入ると GC 機器に悪影響をおぼすことがあるため、Captiva EMR-Lipid クリーンアップ後に溶出物中の水を除去する必要があります。GC/MS/MS 分析の前に水分を除去する方法はいくつかあり、これらはさまざまなアジャレントソリューションに適用されてきました。^{4,5} 多数の農薬の分析で成分に多様な化学的物理的特徴がある場合は、一般的に MgSO₄ 塩析が推奨され、水分除去の適切なメソッドとなることが証明されています。

メソッドバリデーション

GC/MS/MS と LC/MS/MS の定量メソッドバリデーションには、検量線の直線性、分析対象物の回収率、4 つのスパイクレベルでの精度が含まれています。詳細な定量結果を表 3 と表 4 に、統計的概要の結果を図 7 に示します。分析対象物の 98 % 以上で許容可能な回収率（60 % ~ 120 %）が得られ、95 % 以上で RSD 値が 10 % を下回りました。171 種類の農薬のうち 42 種類が、GC/MS/MS と LC/MS/MS の両方のプラットフォーム検出で確認されました。

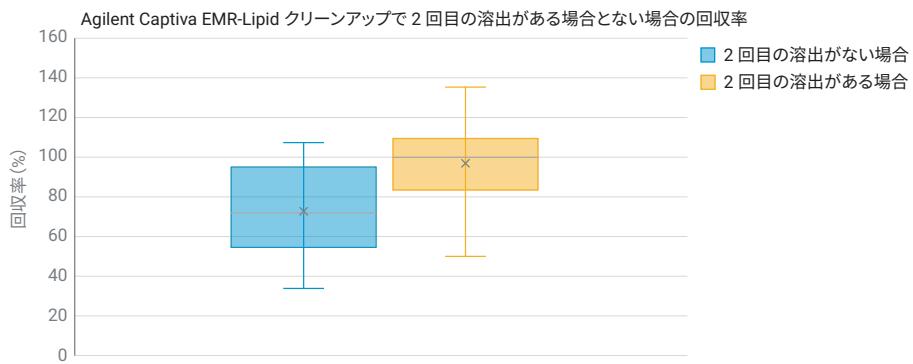


図 6. LC/MS/MS および GC/MS/MS による、牛乳中の 40 ppb スパイクレベルでの農薬の全プールの 2 回目の溶出がある場合とない場合での比較

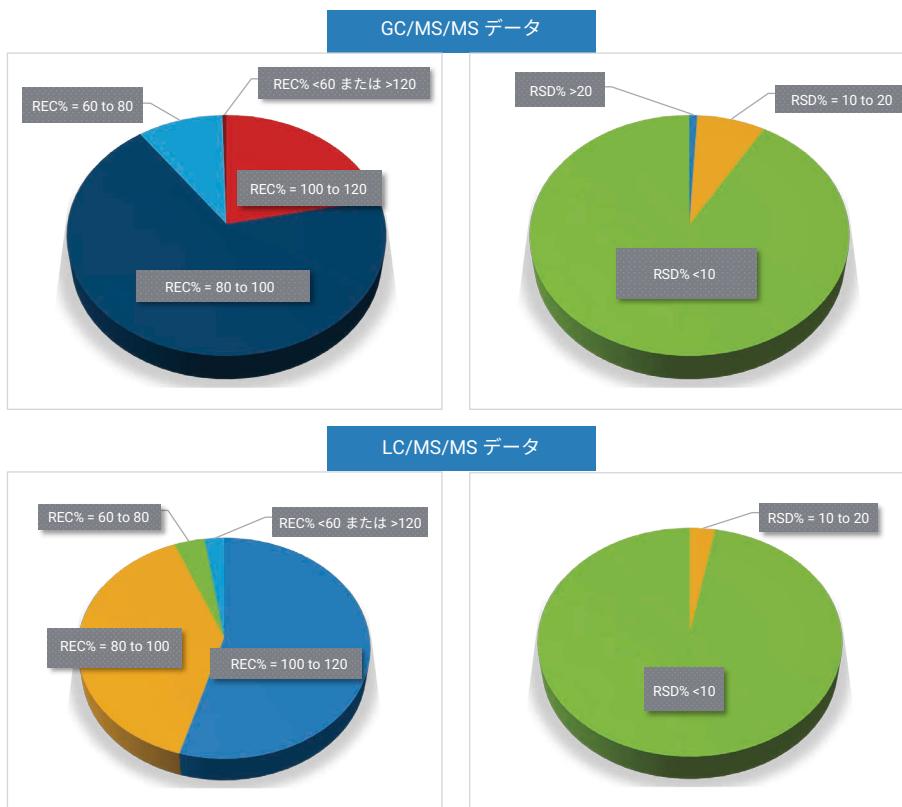


図 7. 牛乳中の農薬分析のメソッドバリデーションの統計概要

表3. 牛乳中の118種類の農薬のGC/MS/MSによるメソッド定量の結果

農薬	直線性範囲 (ng/mL)	R ²	低QC 5 ng/mL、牛乳中 (n = 4)		低QC 10 ng/mL、牛乳中 (n = 4)		中QC 50 ng/mL、牛乳中 (n = 4)		高QC 100 ng/mL、牛乳中 (n = 4)	
			平均回収率 %	RSD%	平均回収率 %	RSD%	平均回収率 %	RSD%	平均回収率 %	RSD%
2,4,6-トリクロロフェノール	1～500	0.998	98.5	5.2	101.2	2.9	94.8	7.2	92.0	5.5
アルドリン	1～500	0.998	80.7	6.2	78.4	4.7	74.9	5.6	71.2	2.5
ジクロルボス*	5～500	0.998	116.6	6.8	98.1	9.1	96.3	12.4	93.1	4.8
ホレート*	2～500	0.993	96.7	9.3	108.1	4.2	99.8	9.1	95.9	2.6
メタクリホス	1～500	0.998	99.7	5.3	110.1	5.3	102.4	8.1	97.8	1.3
ベンタクロロニトロベンゼン	1～500	0.997	96.2	7.9	94.2	6.3	95.6	3.8	85.4	5.2
エンドスルファンI(α異性体)	2～500	0.997	85.0	11.3	104.8	4.0	95.3	6.6	91.5	1.8
アセタミブリド*	5～500	0.995	73.3	20.7	69.8	5.1	78.5	4.1	83.6	2.0
ベンタゾン*	10～500	0.994	98.8	8.1	120.4	8.4	103.3	5.3	104.8	5.6
クロラントラニプロール*	10～500	0.992	80.0	11.9	110.6	7.0	84.0	6.2	94.7	2.3
シロマジン*	2～500	0.990	64.1	10.3	61.4	9.3	60.0	5.0	55.0	3.9
ファモキサドン*	5～500	0.996	104.2	20.2	105.8	9.8	92.2	2.0	98.2	3.4
メタミドホス*	1～500	0.994	89.5	7.8	91.2	14.4	80.6	13.2	81.9	1.1
スピロジクロフェン*	10～500	0.997	—	—	83.3	22.1	92.8	7.0	97.0	1.9
オキサミル	5～500	0.993	92.0	12.0	106.7	3.3	98.5	4.0	99.0	3.1
プロクロラズ*	2～500	0.998	100.5	14.8	80.5	7.2	89.7	6.7	99.3	5.5
アジンホスエチル	1～500	0.993	98.4	8.8	96.6	2.1	85.4	5.1	94.6	0.7
キャプタン	50～500	0.999	—	—	—	—	70.4	14.4	72.2	5.6
ヘキサクロロベンゼン	2～500	1.000	93.4	9.5	69.9	12.6	79.6	6.1	64.6	1.2
フェンアミドン	1～500	0.991	83.4	10.8	86.2	4.2	79.9	1.3	87.8	3.3
エトプロホス*	1～500	0.993	101.6	6.1	105.4	2.3	100.9	11.1	96.3	0.5
アジンホスメチル	5～500	0.995	—	—	95.6	6.5	73.4	9.7	89.9	2.7
ホスマット	1～500	0.995	96.3	15.1	90.0	3.0	72.2	7.5	87.1	1.9
アゾキシストロビン*	5～500	0.995	75.3	16.9	92.1	11.8	92.0	4.4	101.9	1.7
ビフェントリン*	1～500	0.990	73.2	12.6	76.8	5.1	70.3	2.8	71.4	3.5
ビテルナール*	5～500	0.998	89.4	4.6	90.6	9.5	90.5	8.2	94.5	1.2
ボスカリド*	1～500	0.994	99.0	7.7	96.8	1.4	90.0	5.6	98.6	1.2
プロフェジン*	10～500	0.995	—	—	90.8	7.2	87.1	7.9	86.2	3.8
カルバリル*	2～500	0.991	96.4	12.2	105.3	4.9	99.0	5.8	100.4	1.4
キノメチオネット(オキシチオキノックス)	1～500	0.995	88.8	7.9	89.8	1.6	88.3	5.6	88.8	1.6
クロルデン-cis	1～500	0.998	87.4	7.7	90.4	1.8	88.6	5.1	86.6	1.5
クロルデン-oxy	1～500	0.998	88.9	4.8	93.4	3.3	93.0	5.2	88.1	2.1
クロルデン-trans	1～500	0.998	91.3	2.7	89.4	0.4	90.8	4.2	83.6	0.9
クロルフェンビンホス	1～500	0.994	88.5	14.3	91.5	4.4	80.7	10.9	94.3	2.5
クロルプロファム	1～500	1.000	104.8	3.2	105.7	3.5	105.9	3.7	99.0	3.5
クロルピリホス*	1～500	0.993	90.7	9.6	98.5	3.8	98.1	8.1	94.1	1.4
クロルピリホスメチル*	1～500	0.990	94.3	5.9	97.6	4.2	98.4	6.1	96.9	2.1
クロフェンテジン*	1～500	1.000	111.5	1.8	106.4	5.1	107.7	1.4	107.8	1.4
クマホス	5～500	0.992	83.6	10.1	87.4	4.9	85.7	7.4	96.6	2.0
シフルトリシン-1	2～500	0.998	101.9	5.0	89.1	6.8	83.0	5.2	88.8	3.4
シフルトリシン-2	2～500	0.996	94.4	6.9	92.0	4.5	88.8	5.7	91.9	2.5
シフルトリシン-3	5～500	0.998	94.5	7.8	88.3	6.4	85.4	5.0	93.8	1.4
シフルトリシン-4	5～500	0.996	106.4	5.6	86.9	9.7	89.1	2.9	94.4	0.9

農薬	直線性範囲(ng/mL)	R ²	低 QC 5 ng/mL、牛乳中(n = 4)		低 QC 10 ng/mL、牛乳中(n = 4)		中 QC 50 ng/mL、牛乳中(n = 4)		高 QC 100 ng/mL、牛乳中(n = 4)	
			平均回収率 %	RSD%	平均回収率 %	RSD%	平均回収率 %	RSD%	平均回収率 %	RSD%
シペルメトリン-1	5～500	0.997	—	—	92.3	7.7	85.7	6.9	91.9	0.5
シペルメトリン-2	5～500	0.997	—	—	91.0	5.6	91.4	5.9	97.8	1.9
シペルメトリン-3	2～500	0.996	—	—	97.5	3.5	84.0	5.6	89.3	2.0
シペルメトリン-4	2～500	0.996	—	—	93.2	2.9	86.6	5.5	91.5	1.4
シプロジニル*	1～500	0.993	87.8	6.4	93.2	2.3	89.5	7.2	93.7	1.1
DDD- <i>o,p'</i>	1～500	1.000	85.1	7.6	83.5	4.2	81.9	5.8	79.8	1.2
DDD- <i>p,p'</i>	1～500	1.000	81.9	7.9	78.9	3.3	80.3	7.9	77.8	2.2
DDE- <i>p,p'</i>	1～500	0.999	105.9	5.3	84.6	2.6	80.9	6.6	80.6	2.7
DDT- <i>o,p'</i>	1～500	0.997	80.0	7.4	76.5	2.9	75.3	5.8	73.0	1.6
DDT- <i>p,p'</i>	1～500	0.996	81.2	11.3	72.0	3.3	68.7	5.3	67.6	1.7
デルタメトリン	2～500	0.993	92.3	8.8	95.2	1.1	90.5	2.9	92.8	2.5
デメト-S-メチル	5～500	0.991	95.0	11.6	111.0	7.6	90.5	11.0	94.4	3.3
ダイアジノン*	1～500	0.995	101.1	5.8	107.0	4.1	101.1	7.2	98.6	1.4
ジクロフェンチオン	1～500	0.993	99.7	5.8	105.3	2.8	98.2	7.0	95.8	1.5
ジクロラン	1～500	0.995	105.9	5.2	106.9	4.4	101.0	5.9	99.3	0.9
ディルドリン	2～500	0.999	92.3	8.5	90.2	5.1	90.3	5.3	87.6	2.1
ジフェノコナゾール I	1～500	0.994	100.5	12.7	99.4	6.4	92.8	4.5	97.2	1.2
ジフェノコナゾール II	1～500	0.992	98.0	8.2	106.6	2.4	93.4	3.7	98.4	1.2
ジメチビン	1～500	0.997	95.9	4.7	105.1	4.1	108.3	3.8	103.6	0.7
ジメトエート*	2～500	0.996	101.9	7.4	104.0	2.5	90.1	9.7	99.0	2.1
ジフェニルアミン*	1～500	0.998	101.5	3.5	103.6	4.4	99.9	6.9	96.4	1.0
エンドスルファン II (β異性体)	1～500	0.997	93.0	4.1	91.0	3.7	92.3	4.5	95.2	0.7
硫酸エンドスルファン	1～500	0.993	88.5	7.1	86.5	1.1	83.6	5.8	90.9	1.6
エンドリン	2～500	0.993	89.3	9.2	91.3	2.6	86.1	8.1	88.2	2.0
エチオン	1～500	0.996	90.7	9.1	92.5	1.3	89.3	6.3	94.5	0.9
エトフェンプロックス	1～500	0.992	92.3	6.7	84.6	3.2	79.5	7.3	81.7	1.1
フェナミホススルホン*	10～500	0.992	77.9	16.2	83.9	2.1	74.6	10.1	82.0	2.6
フェニトロチオン	1～500	0.996	101.7	7.6	101.9	3.1	97.7	7.4	102.3	0.5
フェンプロバスリン	2～500	0.993	82.2	13.9	85.4	6.8	79.2	2.3	87.3	3.9
フェンプロピモルフ*	1～500	0.994	78.6	4.2	78.9	3.8	79.7	7.3	82.3	2.0
フェンスルホチオン	2～500	0.995	97.3	4.9	91.8	1.9	83.8	5.9	97.0	0.7
フェンチオン	1～500	0.992	93.9	9.0	102.2	2.4	97.2	7.3	99.8	1.3
フェンバレレート I	1～500	0.994	102.5	6.4	92.8	3.2	87.3	7.0	90.0	1.5
フェンバレレート II	1～500	0.994	98.8	8.4	92.1	2.5	89.0	5.2	92.5	1.3
フィプロニル*	1～500	0.994	103.5	5.6	101.8	2.4	97.5	4.2	101.8	1.5
フィプロニルスルフイド*	1～500	0.995	90.4	5.2	96.1	1.7	97.1	4.7	102.9	1.2
フィプロニルスルホン	1～500	0.995	99.0	12.4	102.7	2.3	92.6	6.1	100.7	1.3
フルシラゾール*	1～500	0.991	90.9	9.8	97.3	2.1	90.4	6.5	100.9	1.2
HCH- α	1～500	0.999	100.2	5.6	104.6	2.7	104.0	7.8	92.4	2.8
HCH- β	1～500	0.999	102.2	6.4	104.9	4.2	106.1	4.8	97.3	1.1
HCH- δ	1～500	0.998	101.8	3.4	104.5	3.0	104.5	3.9	98.6	0.5
HCH- γ	1～500	0.999	102.0	3.3	101.3	5.3	101.9	3.9	95.7	1.6
ヘプタクロル	1～500	0.996	93.7	2.2	95.4	5.7	94.3	4.6	93.6	0.9
ヘプタクロルエキソエポキシド	2～500	0.994	92.7	8.3	91.8	4.0	93.5	7.0	88.1	1.9
イソピラザム*	2～500	0.991	101.3	7.6	91.5	4.7	84.4	6.5	93.3	0.4
マラチオン	1～500	0.995	92.1	1.6	98.0	2.9	94.5	7.2	99.2	1.8

農薬	直線性範囲 (ng/mL)	R ²	低 QC 5 ng/mL、牛乳中 (n = 4)		低 QC 10 ng/mL、牛乳中 (n = 4)		中 QC 50 ng/mL、牛乳中 (n = 4)		高 QC 100 ng/mL、牛乳中 (n = 4)	
			平均回収率 %	RSD%	平均回収率 %	RSD%	平均回収率 %	RSD%	平均回収率 %	RSD%
メカルバム	5～500	0.996	103.6	8.3	96.8	7.5	94.2	7.4	98.7	2.5
メチダチオン*	1～500	0.991	99.7	11.2	98.9	2.2	90.8	6.9	98.8	2.0
メトラフェノン*	5～500	0.994	95.7	9.3	92.8	2.9	85.4	6.4	94.1	0.6
ジクロトロス	5～500	0.997	86.2	11.0	96.3	9.5	69.3	22.0	85.2	5.1
バラチオン	1～500	0.990	103.4	8.6	102.3	1.0	101.5	7.3	100.3	1.0
ペルメトリノン、(1R)- <i>cis</i> -	5～500	0.996	83.5	7.1	82.0	5.2	77.9	6.3	77.5	1.7
ペルメトリノン、(1R)- <i>trans</i> -	5～500	0.995	92.3	9.0	82.0	4.2	80.2	8.8	80.2	2.6
フェントエート	1～500	0.996	90.9	2.4	98.1	3.6	95.6	6.1	98.3	1.9
ホレートスルホン*	2～500	0.992	106.5	7.1	94.1	2.8	96.3	8.0	103.0	5.0
ホサロン	1～500	0.991	91.0	9.9	91.6	2.2	83.9	3.6	93.4	1.6
ピリミカルブ	1～500	0.993	102.8	6.8	103.9	2.1	100.1	7.3	99.8	0.8
ピリミホスメチル*	1～500	0.994	84.7	12.1	98.8	4.1	93.7	7.7	94.6	2.8
プロフェノホス*	1～500	0.993	82.9	13.1	83.7	4.6	73.6	9.9	82.2	2.9
プロパニル	1～500	0.994	94.7	5.5	105.9	2.5	98.0	6.3	102.6	1.0
プロビコナゾールI	5～500	0.995	113.5	11.1	101.5	2.3	88.6	6.7	88.7	4.0
プロヂオホス	1～500	0.991	82.8	7.2	83.2	2.6	80.5	6.5	79.4	1.9
ピラクロストロビン*	10～500	0.991	—	—	92.8	12.4	87.1	5.0	101.5	1.3
ピリメタニル*	1～500	0.996	101.4	4.9	104.4	2.9	100.9	7.1	98.6	1.3
ピリプロキシフェン	1～500	0.997	80.9	12.2	81.1	4.3	74.2	5.0	83.5	2.1
キナルホス	1～500	0.995	93.9	7.6	94.1	2.3	94.9	7.0	97.3	1.3
キノキシフェン*	1～500	0.992	87.0	7.1	88.9	1.0	83.8	5.1	89.6	1.1
ロンネル	1～500	0.991	94.5	8.0	101.5	3.1	95.1	7.6	94.3	0.5
スルホクサフロール*	2～500	0.998	102.6	4.0	105.8	6.5	105.3	5.2	100.7	2.4
テルブホス	1～500	0.995	103.5	9.0	104.8	1.0	98.0	8.4	100.0	1.2
テルブホススルホン*	1～500	0.996	98.7	5.8	104.2	4.9	96.9	7.3	95.6	3.0
テトラジホン	1～500	0.997	93.1	8.2	93.3	4.0	85.1	2.1	89.3	2.5
チアベンダゾール*	1～500	0.994	85.5	6.5	96.8	3.1	88.3	6.8	95.8	1.1
トリアジメホン*	1～500	0.993	94.2	5.7	104.8	2.7	100.0	7.2	100.9	1.7
トリアゾホス	2～500	0.990	93.6	8.3	97.3	0.5	87.4	6.3	97.6	0.5

* GC/MS/MS と LC/MS/MS の 2 つの機器プラットフォームで評価した農薬

表4. 牛乳中の95種類の農薬のLC/MS/MSによるメソッド定量の結果

名前	直線性範囲 (ng/mL)	R ²	低QC 5 ng/mL、牛乳中 (n = 4)		低QC 10 ng/mL、牛乳中 (n = 4)		中QC 50 ng/mL、牛乳中 (n = 4)		高QC 100 ng/mL、牛乳中 (n = 4)	
			平均回収率 %	RSD%	平均回収率 %	RSD%	平均回収率 %	RSD%	平均回収率 %	RSD%
2,4-D	1～500	0.999	83.1	10.8	87.1	16.0	94.7	2.5	100.3	3.1
2-クロロ安息香酸	20～500	0.995	—	—	—	—	98.0	14.5	109.7	14.1
3,6-ジクロロ安息香酸	1～500	0.996	92.2	9.6	96.6	4.7	103.7	2.4	105.3	1.9
4-ヒドロキシクロロタロニル	1～500	0.998	97.2	16.2	102.0	7.8	95.0	5.6	99.6	1.9
アセタミブリド*	1～200	0.998	103.8	7.3	108.5	3.0	113.2	0.7	110.3	0.8
アルジカルブ	1～200	0.999	96.3	5.1	102.3	4.9	114.4	2.2	115.0	1.8
アルジカルブルホン (アルドキカルブ)	1～200	0.999	105.1	2.8	104.6	4.7	110.7	3.6	110.5	2.5
アルジカルブルホキシド	1～500	1.000	92.6	5.2	98.3	3.2	102.9	1.1	105.7	0.7
アミノピラリド	1～100	0.994	69.7	10.5	85.1	6.2	87.2	1.7	82.9	1.9
アミトラズ	1～500	0.997	69.7	9.8	66.0	3.0	64.2	3.5	63.7	1.9
アゾキシストロビン*	1～500	0.999	95.4	4.6	97.7	1.2	99.7	2.1	102.4	1.9
ベンタゾン*	1～500	1.000	91.0	8.6	93.1	6.7	103.2	2.7	105.6	3.0
ベンゾビンジフルビル	1～500	0.995	101.6	8.9	107.2	4.4	119.2	3.1	121.7	1.5
ビフェナゼート	1～200	0.999	99.2	5.9	104.9	2.5	110.7	0.4	110.9	1.0
ビフェナゼート代謝物B	1～200	0.998	91.2	6.9	91.5	2.8	96.0	1.6	101.3	0.5
ビフェントリン*	1～500	1.000	71.9	8.5	81.1	2.3	84.1	4.7	80.2	7.1
ビテルタノール*	1～500	0.997	101.9	5.3	106.8	2.4	115.6	0.7	116.2	1.6
ボスカリド*	1～500	0.994	102.5	7.2	109.7	1.6	117.8	1.6	117.1	0.4
ブロフェジン*	1～500	0.998	89.7	7.3	94.3	3.3	98.6	1.3	102.3	0.2
カルバリル*	1～500	0.999	96.5	5.1	102.3	4.1	107.8	1.2	108.3	1.3
カルベンダジム	1～200	0.999	94.3	6.5	94.9	1.7	100.1	1.4	106.9	0.3
クロラントラニリプロール*	1～500	0.997	97.3	8.2	103.1	4.4	113.7	0.8	116.0	1.5
クロルピリホス*	1～500	0.999	85.3	2.7	91.1	5.6	95.9	1.6	99.1	0.5
クロルピリホスマチル*	2～500	0.998	89.7	8.0	98.7	7.2	102.9	2.5	105.8	2.8
クロフェンテジン*	1～500	0.999	94.8	9.9	98.2	2.6	104.5	1.7	106.6	1.2
クロチアニジン	1～500	0.994	103.8	5.2	116.7	3.5	120.1	0.7	111.5	1.4
シクロオキシジム	1～500	1.000	88.9	7.1	89.5	3.0	94.5	0.4	96.7	2.6
シハロトリン	1～200	0.998	91.1	7.2	103.1	5.2	125.9	1.4	126.3	1.6
シペルメトリン	1～500	0.995	89.8	4.8	100.6	2.6	110.1	3.3	110.3	1.4
シプロジニル*	1～500	0.998	89.5	6.7	95.7	2.0	107.9	2.6	107.6	1.6
シロマジン*	1～500	0.999	55.9	9.7	58.1	5.4	64.1	1.7	64.9	1.2
ダイアジノン*	1～500	1.000	92.5	3.9	97.7	3.6	103.5	2.7	105.1	0.4
ジカンバ	5～500	0.997	—	—	85.3	9.0	82.9	10.7	90.0	11.1
ジクロルボス*	5～500	0.999	—	—	101.4	8.5	112.0	2.6	115.2	3.6
ジフェノコナゾール	1～500	0.999	93.0	5.1	98.4	4.0	106.5	1.1	107.9	1.6
ジフロベンズロン	1～200	0.996	100.2	8.4	107.6	2.7	114.8	1.7	111.3	0.8
ジメトエート*	1～500	0.998	98.4	5.9	100.9	3.1	107.3	1.3	110.4	0.9
ジノテフラン	1～500	0.998	96.5	4.1	101.9	4.1	111.0	2.2	110.3	1.3
ジノテフラン代謝物UF	1～200	1.000	88.2	4.6	91.4	2.9	96.4	1.2	98.8	0.3
ジフェニルアミン*	20～500	0.999	—	—	—	—	108.2	7.5	123.6	2.5
エトプロホス*	1～500	0.998	98.3	5.9	104.5	3.7	111.8	2.0	112.6	1.2
エトフェンプロックス	1～500	0.998	75.1	3.0	85.9	3.1	85.8	3.6	78.8	13.1
ファモキサドン*	1～200	0.995	102.1	7.3	114.0	5.5	125.6	3.0	118.1	2.5

名前	直線性範囲 (ng/mL)	R ²	低 QC 5 ng/mL、牛乳中 (n = 4)		低 QC 10 ng/mL、牛乳中 (n = 4)		中 QC 50 ng/mL、牛乳中 (n = 4)		高 QC 100 ng/mL、牛乳中 (n = 4)	
			平均回収率 %	RSD%	平均回収率 %	RSD%	平均回収率 %	RSD%	平均回収率 %	RSD%
フェナミホス	1～500	0.994	96.1	4.2	103.8	1.9	110.2	2.0	114.8	1.1
フェナミホススルホン*	1～200	0.998	105.9	3.6	110.9	3.8	115.3	1.1	111.4	1.2
フェナミホススルホキシド	1～500	0.998	101.4	4.1	108.4	2.4	117.9	1.2	114.7	1.1
フェンプロピモルフ*	1～500	0.999	77.6	0.7	79.8	2.8	86.1	3.8	85.7	0.7
フェンバレート	1～500	0.997	89.9	10.1	107.0	5.5	108.4	3.3	108.5	2.4
フィプロニルデスルフィニル	1～500	1.000	90.9	7.8	94.8	3.2	100.9	1.6	105.6	0.9
フィプロニル*	1～500	0.999	93.2	2.4	98.2	5.9	104.0	1.9	107.6	1.8
フィプロニルスルフイド*	1～500	0.999	89.9	8.5	89.1	5.6	101.4	2.4	106.9	1.0
フィプロニルスルホン	1～500	1.000	89.8	2.6	96.2	9.4	101.3	3.7	107.3	2.0
フルベンジアミド	1～500	0.998	91.3	2.3	90.0	6.0	97.4	2.6	100.2	2.9
フルオピコリド	1～500	0.995	104.6	5.1	109.8	3.7	117.9	2.2	118.4	2.1
フルシラゾール*	1～500	0.995	98.0	9.4	107.1	4.2	115.1	2.4	114.6	2.4
ヘキシヂアゾックス	1～500	1.000	91.5	5.1	93.5	2.7	99.5	1.1	99.2	1.3
イマザビル	1～500	0.999	76.0	5.5	81.9	3.0	89.2	2.1	88.7	1.1
イミダクロプリド	1～200	0.998	98.4	6.4	103.5	3.6	107.1	0.9	108.1	0.9
イソビラザム*	1～500	1.000	94.2	7.8	96.9	1.5	102.3	0.7	104.9	1.0
クレスキシムメチル酸	1～200	0.994	94.2	6.2	103.7	6.4	112.2	3.1	110.7	0.7
MCPA	1～500	0.999	82.9	9.1	90.5	6.8	98.0	3.8	101.6	2.6
メタフルミゾン	1～200	0.996	100.8	6.7	112.7	6.2	122.5	2.4	113.8	1.7
メタミドホス*	1～500	0.998	92.9	5.4	98.3	2.7	104.4	1.1	106.3	0.5
メチダチオン*	1～500	0.999	98.0	3.8	103.2	2.1	108.5	1.1	109.0	1.8
メトラフェノン*	1～500	1.000	92.6	6.0	93.4	4.0	99.6	2.1	101.5	0.6
ノバルロン	1～500	0.998	101.1	6.7	104.7	1.3	111.9	1.4	113.5	1.0
オキサミル NH3	1～500	1.000	99.2	5.2	103.7	3.1	108.3	0.5	108.7	1.3
ベンチオピラド	1～500	0.998	94.3	4.8	98.5	3.4	105.1	2.0	107.8	0.9
ベンチオピラド代謝物 (3- (トリフルオロメチル) -1-メチル -1H-ピラゾール-4-カルボキサミド)	1～200	0.999	94.9	5.2	97.9	2.9	102.6	1.3	108.5	0.6
ホレート*	1～500	0.999	89.5	11.8	97.3	1.8	107.1	1.1	109.0	1.6
ホレートスルホン*	1～500	0.996	95.3	2.6	102.8	2.2	111.7	1.4	113.2	0.5
ホレートスルホキシド	1～500	0.999	96.8	5.0	99.8	3.0	106.0	2.1	109.1	1.3
ピリミホスメチル*	1～500	0.999	92.9	4.4	95.8	2.3	100.7	2.6	101.8	1.1
プロクロラズ*	1～500	1.000	92.2	8.5	94.0	2.7	100.8	1.6	102.5	1.0
プロフェノホス*	1～500	0.998	94.6	6.8	101.2	1.1	108.0	1.5	108.7	0.4
プロパルギット	1～500	1.000	93.5	9.6	98.5	2.7	107.7	2.9	107.4	1.5
プロピコナゾール	1～500	0.997	99.5	6.1	102.8	3.5	113.4	3.9	113.2	0.8
プロチオコナゾールデスチオ	1～500	0.999	95.1	6.8	96.6	2.7	99.0	1.6	100.5	1.1
ピラクロストロビン*	1～500	1.000	94.8	6.6	98.4	2.5	104.0	1.4	105.3	1.1
ピリメタニル*	1～500	0.999	95.2	6.1	99.9	4.1	108.8	1.1	109.8	0.9
キノキシフェン*	1～500	0.999	83.1	9.5	85.9	1.6	90.2	1.6	92.1	0.8
サフルフェナシル	1～200	0.998	104.2	3.5	110.8	2.1	118.1	1.3	114.7	1.6
セミアミトラズ	1～500	0.996	73.7	9.8	87.6	5.3	95.9	2.3	97.4	2.1
スピロジクロフェン*	1～500	1.000	89.2	5.4	92.9	3.1	96.9	1.8	98.8	0.7
スピロテトラマト	1～500	0.994	91.7	7.0	107.9	4.1	112.3	3.7	112.2	3.2

名前	直線性範囲 (ng/mL)	R ²	低 QC 5 ng/mL、牛乳中 (n = 4)		低 QC 10 ng/mL、牛乳中 (n = 4)		中 QC 50 ng/mL、牛乳中 (n = 4)		高 QC 100 ng/mL、牛乳中 (n = 4)	
			平均回収率 %	RSD%	平均回収率 %	RSD%	平均回収率 %	RSD%	平均回収率 %	RSD%
スピロテトラマト代謝物 BYI08330-cis-エノール	1 ~ 200	1.000	95.9	5.6	100.6	3.2	109.2	0.9	109.5	0.6
スルホクサフロール*	1 ~ 500	0.998	100.2	5.2	105.5	3.9	112.0	0.7	113.4	1.0
テブフェノジド	1 ~ 500	0.998	102.4	8.4	109.3	5.9	116.2	6.2	115.3	1.9
テルブホススルホン*	1 ~ 500	1.000	90.5	3.0	95.9	0.9	102.4	2.3	106.6	1.1
テルブホススルホキシド	1 ~ 500	0.993	95.4	6.9	100.8	2.5	107.8	1.6	113.6	0.3
チアベンダゾール*	1 ~ 500	0.996	96.0	6.7	104.6	4.9	112.8	1.4	113.1	2.3
チアクロプリド	1 ~ 200	1.000	97.9	5.5	101.1	4.0	105.6	1.2	109.0	1.5
チアメトキサム	1 ~ 200	0.999	99.8	6.4	108.7	3.6	116.1	0.9	117.9	1.7
トリアジメホン*	1 ~ 200	0.999	96.6	2.3	102.9	3.4	109.8	1.5	108.3	0.7
トリアジメノール	1 ~ 500	0.999	99.9	7.0	104.4	3.0	108.2	0.6	108.0	1.2
トリホリン	1 ~ 200	0.999	92.7	5.2	102.9	3.8	114.6	2.4	112.6	1.3

* GC/MS/MS と LC/MS/MS の 2 つの機器プラットフォームで評価した農薬

結論

QuEChERS 抽出と、これに続く Agilent Captiva EMR-Lipid カートリッジによるクリーンアップを使用する迅速で信頼性が高く堅牢なワークフローを、LC/MS/MS と GC/MS/MS による牛乳中の 171 種類の残留農薬の分析用に開発して検証しました。サンプル前処理手順を調査し、抽出メソッド、マトリックス除去、溶出効率、水分除去用に最適化しました。Captiva EMR-Lipid クリーンアップにより、最大限のマトリックス除去効率が得られ、機器の汚染を最小限に抑えることができます。この包括的なワークフローは、良好な定量結果を提供し、牛乳中の複数種類の残留農薬の多成分分析に対する効率的なソリューションであることが実証されました。

参考文献

1. Abou Donia, M. A. et al. Chemical Composition of Raw Milk and the Accumulation of Pesticide Residues in Milk Products. Global Veterinaria **2010**, 4(1), 6.
2. GB 2763-2019 National Food Safety Standard—Maximum Residue Limits for Pesticides in Food: <https://www.codeofchina.com/standard/GB2763-2019.html>.
3. Yang, X. Analysis of Formamidine Pesticides and Metabolites in Pork and Porcine Liver Using Agilent Captiva EMR—Lipid and LC/MS/MS. Agilent Technologies application note, publication number 5994-0357EN, **2019**.
4. Zhao, L. Determination of Multiclass, Multiresidue Pesticides in Olive Oils by Captiva EMR-Lipid Cleanup and GC/MS/MS. Agilent Technologies application note, publication number 5994-0405EN, **2018**.

付録

GC/MS/MS および LC/MS/MS のMRM パラメータ設定

化合物名	GC/MS/MS MRM 設定値		
	RT (分)	定量トランジション	定性トランジション
2,4,6-トリクロロフェノール	7.73	131.8 -> 97.0	96.9 -> 62.0
アセタミブリド	27.87	126.0 -> 73.0	152.0 -> 116.1
アルドリン	19.57	262.9 -> 192.9	254.9 -> 220.0
アジンホスエチル	30.62	132.0 -> 77.1	160.0 -> 77.1
アジンホスマチル	29.35	160.0 -> 77.0	160.0 -> 132.1
アゾキシストロビン	37.06	344.1 -> 329.0	344.1 -> 171.9
ベンタゾン	20.36	119.0 -> 92.0	198.0 -> 119.0
ビフェントリン	28.33	181.2 -> 165.2	181.2 -> 166.2
ビテルタノール	31.51	170.1 -> 141.1	170.1 -> 115.0
ボスカリド	33.36	140.0 -> 112.0	140.0 -> 76.0
ブロフェジン	23.76	104.0 -> 51.0	104.0 -> 77.0
キャプタン	21.42	151.0 -> 80.0	149.0 -> 79.1
カルバリル	18.25	144.1 -> 116.1	144.1 -> 89.0
キノメチオネット (オキシチオキノックス)	21.89	233.9 -> 206.1	206.0 -> 148.1
クロラントラニリプロール	28.34	277.8 -> 215.0	277.8 -> 248.8
クロルデン-cis	22.55	271.8 -> 236.9	372.8 -> 265.9
クロルデン-oxy	21.14	114.9 -> 51.1	114.9 -> 87.0
クロルデン-trans	21.99	271.7 -> 236.9	372.8 -> 265.8
クロルフェンビンホス	21.55	266.9 -> 159.1	322.8 -> 266.8
クロルプロファム	13.31	153.0 -> 90.0	153.0 -> 125.1
クロルピリホス	19.99	198.9 -> 171.0	196.9 -> 169.0
クロルピリホスマチル	18.10	285.9 -> 93.0	287.9 -> 92.9
クロフェンテジン	5.28	136.7 -> 102.0	138.7 -> 102.0
クマホス	31.97	210.0 -> 182.0	361.9 -> 109.0
シフルトリソ-1	32.79	226.0 -> 206.0	198.9 -> 170.1
シフルトリソ-2	32.97	226.0 -> 206.0	198.9 -> 170.1
シフルトリソ-3	33.12	226.0 -> 206.0	198.9 -> 170.1
シフルトリソ-4	33.20	226.0 -> 206.0	198.9 -> 170.1
シペルメトリソ-1	33.11	163.0 -> 91.0	163.0 -> 127.0
シペルメトリソ-2	33.20	163.0 -> 91.0	163.0 -> 127.0
シペルメトリソ-3	33.37	163.0 -> 127.0	163.0 -> 91.0
シペルメトリソ-4	33.56	163.0 -> 91.0	163.0 -> 127.0
シプロジニル	20.90	225.2 -> 224.3	224.2 -> 208.2
シロマジン	15.47	151.0 -> 109.0	165.9 -> 151.0
DDD- <i>o,p'</i>	23.72	235.0 -> 165.2	237.0 -> 165.2
DDD- <i>p,p'</i>	24.93	234.9 -> 165.1	236.9 -> 165.2
DDE- <i>p,p'</i>	23.42	246.1 -> 176.2	315.8 -> 246.0
DDT- <i>o,p'</i>	25.04	235.0 -> 165.2	237.0 -> 165.2
DDT- <i>p,p'</i>	26.27	235.0 -> 165.2	237.0 -> 165.2
デルタメトリソ	36.52	252.9 -> 93.0	250.7 -> 172.0
デメトン-S-メチル	12.70	88.0 -> 60.0	142.0 -> 78.9
ダイアジノン	16.42	137.1 -> 84.0	137.1 -> 54.0

化合物名	GC/MS/MS MRM 設定値		
	RT (分)	定量トランジション	定性トランジション
ジクロフェンチオン	17.76	278.9 -> 222.9	222.9 -> 204.9
ジクロラン	14.74	206.1 -> 176.0	160.1 -> 124.1
ジクロルボス	6.13	109.0 -> 79.0	184.9 -> 93.0
ジクロトホス	13.75	127.0 -> 109.0	127.0 -> 95.0
デイルドリン	23.38	262.9 -> 193.0	277.0 -> 241.0
ジフェノコナゾール I	35.85	322.8 -> 264.8	264.9 -> 202.0
ジフェノコナゾール II	35.98	322.8 -> 264.8	264.9 -> 202.0
ジメチピン	15.25	118.0 -> 58.0	124.0 -> 76.0
ジメトエート	14.85	87.0 -> 46.0	142.9 -> 111.0
ジフェニルアミン	12.70	169.0 -> 168.2	168.0 -> 167.2
エンドスルファン I (α異性体)	22.42	194.9 -> 159.0	194.9 -> 125.0
エンドスルファン II (β異性体)	24.51	206.9 -> 172.0	194.9 -> 124.9
硫酸エンドスルファン	26.03	271.9 -> 237.0	273.8 -> 238.9
エンドリン	24.16	262.8 -> 193.0	244.8 -> 173.0
エチオン	25.19	230.9 -> 129.0	230.9 -> 175.0
エトフェンプロックス	33.92	163.0 -> 107.1	163.0 -> 135.1
エトプロホス	12.99	157.9 -> 97.0	157.9 -> 114.0
ファモキサドン	37.06	197.0 -> 115.0	223.9 -> 196.2
フェニアミドン	28.62	238.0 -> 237.2	268.0 -> 180.2
フェナミホスルホン	27.89	319.8 -> 292.0	171.0 -> 107.0
フェニトロチオン	19.17	277.0 -> 260.1	277.0 -> 109.0
フェンプロバスリン	28.52	181.1 -> 152.1	207.9 -> 181.0
フェンプロピモルフ	19.98	128.1 -> 70.1	128.1 -> 110.1
フェンスルホチオン	24.77	291.8 -> 156.0	291.8 -> 108.8
フェニチオン	19.90	278.0 -> 109.0	278.0 -> 169.0
フェンバレレート I	35.11	167.0 -> 125.1	224.9 -> 119.0
フェンバレレート II	35.51	167.0 -> 125.1	224.9 -> 119.0
フィプロニル	21.64	366.8 -> 212.8	368.8 -> 214.8
フィプロニルスルフイド	21.38	351.0 -> 254.9	420.0 -> 350.9
フィプロニルスルホン	23.96	382.8 -> 254.9	384.8 -> 256.8
フルシラゾール	23.86	233.0 -> 165.1	233.0 -> 91.0
HCH- α	14.30	216.9 -> 181.0	218.9 -> 183.0
HCH- β	15.34	181.0 -> 145.0	216.9 -> 181.1
HCH- δ	16.50	181.1 -> 145.1	217.0 -> 181.1
HCH- γ	15.56	181.0 -> 145.0	216.9 -> 181.0
ヘプタクロル	18.28	271.7 -> 236.9	273.7 -> 238.9
ヘプタクロルエキソエポキシド	21.10	352.8 -> 262.9	354.8 -> 264.9
ヘキサクロロベンゼン	14.56	283.8 -> 213.9	283.8 -> 248.8
イソビラザム	31.01	159.0 -> 42.1	159.0 -> 139.0
マラチオン	19.65	126.9 -> 99.0	172.9 -> 99.0
メカルバム	21.63	158.9 -> 131.0	130.9 -> 74.0
メタクリホス	10.43	207.9 -> 180.1	207.9 -> 93.0

化合物名	GC/MS/MS MRM 設定値		
	RT (分)	定量トランジション	定性トランジション
メタミドホス	5.84	141.0 -> 95.0	141.0 -> 79.0
メチダチオン	22.09	144.9 -> 85.0	144.9 -> 58.1
メトラフェノン	30.98	208.9 -> 166.0	394.8 -> 364.8
オキサミル	11.02	162.0 -> 114.9	98.0 -> 58.0
バラチオン	20.01	139.0 -> 109.0	290.9 -> 109.0
ベンタクロロニトロベンゼン	15.76	295.0 -> 237.0	236.9 -> 142.9
ペルメトリン, (1R)-cis-	31.61	183.1 -> 168.1	183.1 -> 153.0
ペルメトリン, (1R)-trans-	31.85	183.1 -> 168.1	183.1 -> 153.0
フェントエート	21.66	273.7 -> 121.0	273.7 -> 124.9
ホレート	14.20	260.0 -> 75.0	230.9 -> 128.9
ホレートスルホン	19.76	124.9 -> 96.9	153.0 -> 97.0
ホサロン	29.38	182.0 -> 111.0	182.0 -> 102.1
ホスマット	27.97	160.0 -> 77.1	160.0 -> 133.1
ピリミカルブ	17.37	166.0 -> 55.1	238.0 -> 166.2
ピリミホスマチル	19.30	290.0 -> 125.0	232.9 -> 151.0
プロクロラズ	32.09	195.9 -> 96.9	180.0 -> 138.0

化合物名	GC/MS/MS MRM 設定値		
	RT (分)	定量トランジション	定性トランジション
プロフェノホス	23.30	207.9 -> 63.0	338.8 -> 268.7
プロパニル	17.70	161.0 -> 99.0	161.0 -> 90.0
プロピコナゾール I	26.16	172.9 -> 145.0	172.9 -> 74.0
プロチオホス	23.19	266.9 -> 239.0	308.9 -> 238.9
ピラクロストロビン	35.18	132.0 -> 104.0	132.0 -> 77.1
ピリメタニル	16.15	198.0 -> 118.1	198.0 -> 183.1
ピリプロキシフェン	29.61	136.1 -> 78.1	136.1 -> 96.0
キナルホス	21.63	146.0 -> 118.0	146.0 -> 91.0
キノキシフェン	26.03	271.9 -> 237.1	237.0 -> 208.1
ロンネル	18.64	285.0 -> 269.9	286.9 -> 272.0
スピロジクロフェン	31.55	109.1 -> 81.1	109.1 -> 79.1
スルホクサフルール	12.70	173.7 -> 104.1	173.7 -> 154.0
テルブホス	15.86	230.9 -> 175.0	230.9 -> 129.0
テルブホススルホン	21.22	153.0 -> 97.0	198.9 -> 96.9
テトラジホン	29.02	158.9 -> 131.0	226.9 -> 199.0
チアベンダゾール	21.22	201.0 -> 174.0	201.9 -> 175.0
トリアジメホン	20.10	208.0 -> 181.1	208.0 -> 111.0
トリアゾホス	25.64	161.2 -> 134.2	161.2 -> 106.1

化合物名	LC/MS/MS MRM 設定値					
	RT (分)	プリカーサイオン	プロダクトイオン	フラグメンタ	コリジョンエネルギー	極性
2,4-D	5.79	219.0	161.0	90	15	-
		221.0	163.0		15	
2-クロロ安息香酸	4.19	155.0	111.0	65	4	-
		155.0	35.1		10	
3,6-ジクロロ安息香酸	4.03	204.9	160.9	80	10	-
		204.9	125.0		22	
4-ヒドロキシクロロタロニル	4.89	244.9	181.9	146	34	-
		244.9	174.9		30	
アセタミブリド	3.60	223.0	126.1	80	18	-
		223.0	99.0		44	
アルジカルブ	4.52	208.0	116.0	65	6	+
		208.0	89.1		10	
アルジカルブスルホン (アルドキシカルブ)	2.92	223.1	86.1	80	8	+
		223.1	76.0		0	
アルジカルブスルホキシド	2.85	207.1	131.9	65	2	+
		207.1	105.2		4	
アミノピラリド	2.77	207.0	161.0	90	20	+
		207.0	134.0		32	
アミトラズ	14.30	294.2	163.0	90	12	+
		294.2	122.0		32	
アソキシストロビン	7.11	404.0	372.2	105	10	+
		404.0	344.0		24	
ベンタゾン	4.66	239.0	197.0	105	17	-
		239.0	132.0		25	

化合物名	LC/MS/MS MRM 設定値					
	RT (分)	プリカーサイオン	プロダクトイオン	フラグメンタ	コリジョンエネルギー	極性
ベンゾピニジフルビル	9.48	398.1	378.0	90	14	+
		398.1	342.1		18	
ビフェナゼート	8.32	301.1	198.2	90	5	+
		301.1	170.1		18	
ビフェナゼート代謝物 B	10.78	299.1	213.0	85	10	+
		299.1	197.0		18	
ビフェントリン	15.90	440.2	198.2	100	4	+
		440.2	181.0		14	
ビテルタノール	10.55	338.1	269.2	70	2	+
		338.1	251.2		6	
ボスカリド	7.65	343.2	307.2	140	20	+
		343.2	271.0		35	
ブプロフェジン	12.42	306.1	201.2	105	9	+
		306.1	116.0		15	
カルバリル	5.42	202.0	145.0	65	2	+
		202.0	127.1		28	
カルベンダジム	3.40	192.1	160.1	105	16	+
		192.1	132.1		32	
クロラントラニリプロール	6.76	483.9	452.9	105	16	+
		483.9	286.0		12	
クロルピリホス	13.05	351.9	199.9	100	15	+
		349.9	197.9		22	
クロルピリホスマスメチル	11.08	322.0	290.0	110	10	+
		322.0	125.0		25	
クロフェンテジン	10.55	303.0	138.0	80	15	+
		303.0	102.1		40	
クロチアニジン	3.42	250.0	169.0	90	8	+
		250.0	131.9		8	
シクロキシジム	11.33	326.2	280.1	90	14	+
		326.2	180.0		22	
シハロトリン	13.99	467.1	450.1	90	4	+
		467.1	225.0		12	
シペルメトリン	14.18	435.1	193.0	100	10	+
		433.1	191.0		12	
シプロジニル	9.51	226.1	108.1	140	24	+
		226.1	93.1		40	
シロマジン	2.64	167.0	125.0	120	20	+
		167.0	108.0		15	
ダイアジン	10.37	305.1	169.0	105	26	+
		305.1	153.1		24	
ジカンバ	4.20	221.0	177.0	60	2	-
		219.0	175.0		2	
ジクロルボス	5.04	221.0	109.0	100	12	+
		221.0	95.1		32	

化合物名	LC/MS/MS MRM 設定値					
	RT (分)	プリカーサイオン	プロダクトイオン	フラグメンタ	コリジョンエネルギー	極性
ジフェノコナゾール	11.08	406.0	251.1	120	25	+
		406.0	188.1		46	
ジフロベンズロン	9.09	311.0	158.0	80	18	+
		311.0	141.0		46	
ジメトエート	3.70	230.0	199.0	70	4	+
		230.0	171.0		12	
ジノテフラン	2.82	203.1	157.0	85	2	+
		203.1	129.0		6	
ジノテフラン代謝物 UF	2.83	159.1	102.1	85	10	+
		159.1	67.1		22	
ジフェニルアミン	8.42	170.1	93.1	115	32	+
		170.1	92.6		24	
エトプロホス	9.02	243.0	173.1	90	12	+
		243.0	131.0		16	
エトフェンプロックス	15.79	394.2	359.2	100	12	+
		394.2	177.2		13	
ファモキサドン	10.14	392.0	331.1	75	6	+
		392.0	238.1		18	
フェナミホス	9.30	304.1	234.0	120	16	+
		304.1	217.1		20	
フェナミホススルホン	5.15	336.1	308.0	110	12	+
		336.1	266.0		16	
フェナミホススルホキンド	5.02	320.1	233.0	115	20	+
		320.1	171.1		16	
フェンプロピモルフ	6.99	304.0	147.0	120	30	+
		304.0	130.0		30	
フェンバレレート	14.80	437.2	181.0	90	38	+
		437.2	167.0		14	
フィプロニルデスルフィニル	8.80	387.0	351.0	90	14	-
		387.0	331.0		34	
フィプロニル	9.24	435.0	330.0	70	12	-
		435.0	250.0		28	
フィプロニルスルフィド	9.50	419.2	383.2	80	18	-
		419.2	262.0		13	
フィプロニルスルホン	9.92	450.9	415.0	100	9	-
		450.9	282.0		25	
フルベンジアミド	9.61	681.0	274.0	101	14	-
		681.0	271.9		14	
フルオビコリド	8.02	385.0	147.0	112	60	+
		382.9	172.9		32	
フルシラゾール	9.26	316.0	247.2	120	15	+
		316.0	219.1		26	
ヘキシチアゾックス	13.11	353.0	228.1	90	12	+
		353.0	194.1		24	
イマザビル	3.47	262.1	217.0	121	22	+
		262.1	69.2		30	
イミダクロブリド	3.36	256.0	209.1	80	12	+
		256.0	175.1		22	

化合物名	LC/MS/MS MRM 設定値					
	RT (分)	プリカーサイオン	プロダクトイオン	フラグメント	コリジョンエネルギー	極性
イソピラザム	11.17	360.0	320.0	75	10	+
		360.0	244.1		20	
クレソキシムメチル酸	7.44	300.1	253.0	85	2	+
		300.1	222.0		10	
MCPA	6.10	201.0	143.0	100	15	-
		199.0	141.0		15	
メタフルミゾン	12.29	507.0	287.1	150	20	+
		507.0	267.0		40	
メタミドホス	2.75	142.0	125.0	85	10	+
		142.0	94.1		12	
メチダチオン	6.71	302.9	145.0	55	6	+
		302.9	85.1		20	
メトラフェノン	10.38	409.1	226.9	106	22	+
		409.1	209.0		14	
ノバルロン	11.55	493.1	310.0	90	16	+
		493.1	158.1		18	
オキサミル NH3	2.94	237.1	220.0	50	2	+
		237.1	90.0		2	
ベンチオピラド	9.36	360.1	276.0	90	14	+
		360.1	256.0		22	
ベンチオピラド代謝物	3.05	194.1	174.0	80	6	+
		194.1	154.0		14	
ホレート	10.69	261.0	199.0	60	2	+
		261.0	75.1		6	
ホレートスルホン	6.07	293.0	171.0	80	6	+
		293.0	143.0		15	
ホレートスルホキシド	5.92	277.0	199.0	80	5	+
		277.0	171.0		12	
ピリミホスメチル	10.72	306.0	164.2	130	24	+
		306.0	136.1		32	
プロクロラズ	10.42	376.0	308.0	70	4	+
		376.0	265.9		12	
プロフェノホス	11.99	374.9	347.0	120	9	+
		373.0	344.9		10	
プロパルギット	13.55	368.1	81.0	82	44	+
		368.0	231.1		1	
プロピコナゾール	10.29	342.0	158.9	115	36	+
		342.0	123.1		56	
プロチオコナゾールデスチオ	9.10	312.1	125.0	111	46	+
		312.1	70.0		26	
ピラクロストロビン	10.44	388.0	194.1	95	6	+
		388.0	163.1		20	
ピリメタニル	7.57	200.1	167.9	120	28	+
		200.1	107.1		20	
キノキシフェン	12.89	308.0	214.1	120	40	+
		308.0	197.0		36	
サフルフェナシル	7.00	501.1	459.0	160	8	+
		501.1	349.0		24	

化合物名	LC/MS/MS MRM 設定値					
	RT (分)	プリカーサイオン	プロダクトイオン	フラグメンタ	コリジョンエネルギー	極性
セミアミトラズ	3.14	163.1	122.0	116	10	+
		163.1	107.0		18	
スピロジクロフェン	14.10	411.1	313.0	110	6	+
		411.1	213.1		36	
スピロテトラマト	8.69	374.1	330.3	117	10	+
		374.1	302.2		14	
スピロテトラマト代謝物	5.65	302.2	270.1	131	22	+
		302.2	216.0		34	
スルホクサフロール	3.81	278.2	174.1	95	8	+
		278.2	154.1		32	
テブフェノジド	9.40	353.0	297.2	95	5	+
		353.0	133.1		15	
テルブホススルホン	7.20	321.0	171.0	80	5	+
		321.0	142.9		20	
テルブホススルホキシド	7.30	305.1	186.9	50	10	+
		305.1	96.9		50	
チアベンダゾール	3.68	202.0	175.1	151	22	+
		202.0	131.1		30	
チアクロプリド	3.86	253.0	126.0	100	20	+
		253.0	99.1		44	
チアメトキサム	3.11	292.0	211.1	85	10	+
		292.0	181.1		28	
トリアジメホン	8.13	294.1	225.0	111	2	+
		294.1	197.0		6	
トリアジメノール	8.50	298.1	70.1	70	10	+
		296.1	227.2		6	
トリホリン	6.76	434.9	389.9	110	12	+
		434.9	214.9		28	

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスト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。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2020

Printed in Japan, June 24, 2020

5994-2038JAJP

DE.4167708333

