



食品中の農薬分析

スクリーニング、確認、定量を
より速く、より確実に可能にする
アジレントのソリューション

Our measure is your success.



900 種類以上の農薬が世界中で使用されています。 アジレントは、農薬のスクリーニング、確認、定量をサポートします。

市場に流通する果物や野菜の大部分は、殺虫剤や除草剤などを用いて生産されています。農薬は人体に害をもたらす可能性があるため、規制対象化合物のリストは増え続けています。

アジレントの GC/MS と LC/MS ソリューションは、微量の農薬（ターゲットとノンターゲット）を、かつてないほど迅速かつ簡単に、また信頼性高くモニタリングすることを可能にします。パワフルな残留農薬 MS ベースのメソッドを用いて、多様な食品マトリクスに対してより低い LOD と LOQ を実現できます。1 回の分析で、多くの化合物を日常的にスクリーニングできます。

アジレントの GC キャピラリー・フロー・テクノロジー、操作性に優れたソフトウェアツール、RRLC（高速高分離 LC）などの生産性向上の高い装置群により、分析時間を大幅に短縮できます。

その結果、サンプルあたりの分析コストが低減され、ラボの生産性向上が可能になります。

農薬分析のワークフロー

サンプル前処理	機器	スクリーニング	確認	定量
QuEChERS 	GC/MS ターゲットとノンターゲットの揮発性および半揮発性化合物 	- バックフラッシュによりリテンションタイム精度を向上し、ゴーストピークを排除し、サイクルタイムを短縮します - オープンのパイクアウトなしで 1 回の注入で 927 種類の農薬の高速スクリーニング	- 自動デコンボリューションレポート作成ソフトウェア (DRS) により、完全に積分されたデコンボリューション結果とともにデータ解析の時間を短縮 - 容易な確認と、より高い信頼性を得るために表示される、未処理スペクトル、デコンボリュートされたスペクトル、フルスペクトル	- SIM/Scan 能力により、1 回の注入でスペクトル取込と高感度定量が可能 - 微量イオン検出 (TID) により、複雑なマトリクスでの検出下限を低下
	LC/QQQ ターゲットの極性化合物または中極性化合物 	1 回の注入で数百の化合物の選択性と感度の高い検出 - 複雑なマトリクスで低い検出下限	- MRM により、規制要件を満たす明確な確認と低い検出下限を提供 1 回の分析でスクリーニングと確認	- 日常的な高精度 MS/MS 定量 - 定量結果を素早くレビューできるバッチ表示
	LC/Q-ToF または LC/TOF ノンターゲットの極性化合物または中極性化合物 	- 高分解能によりノイズとマトリクス干渉を低減 - 精密質量により、質量データベースを用いて、化合物検索と限定されないスクリーニングを提供	- パブリックとプライベートデータベースが利用できる自動化精密質量検索 - 分子式作成機能によりデータ処理時間を短縮	- 非常に狭い質量範囲の抽出イオンクロマトグラムによる、正確な MS と MS/MS 定量 - 広範囲の濃度を定量するための広いダイナミックレンジ



アプリケーションサポートと規制への対応

アジレントの研究者は、大手検査ラボや規制機関と密接に連携しています。この知識の蓄積を活かし、ハイレベルな分析や生産性アップという課題への取り組みをサポートします。



GC と GC/MS — 複雑なマトリクス中の農薬分析の高速化と簡素化を可能にします

GC、GC/MS 分析で定評のあるアジレントの技術により、複雑な食品マトリクス中でも、正確で高感度の検出が可能です。様々な注入口、検出器、カラム、サンプル導入方法を組み合わせ、性能と生産性を最適化した農薬分析を行うことができます。高性能な分析を行うことで、1回の分析からより多くの情報が得られます。

- 高速オープンサイクルタイムと自動化されたメンテナンス機能により、従来よりも時間とコストを抑えた分析が可能です
- TID（微量イオン検出技術）により、複雑なマトリクスでの検出下限を下げます
- アジレント独自のキャピラリー・フロー・テクノロジーによりオープン内接続を簡素化し、分析結果を向上させます
- 強力なデコンボリューションレポート作成ソフトウェアと農薬ライブラリにより、データ解析が簡単になり、分析時間を節約できます

農薬分析を支える充実した装置ポートフォリオ

アジレントは、ターゲットとノンターゲット化合物の両方に対し、残留農薬分析のための様々なソリューションを提供します。ニーズと予算に合わせて信頼性の高いプラットフォームやメソッドをお選びいただけるだけでなく、ラボマネージメントのサポートまで同一メーカーから得られるという利点があります。

アジレントの画期的な GC の新技術 キャピラリー・フロー・テクノロジー

アジレント独自のキャピラリー・フロー・モジュールは、信頼性が高く、リークのないオープン内接続を可能にします。不活性、



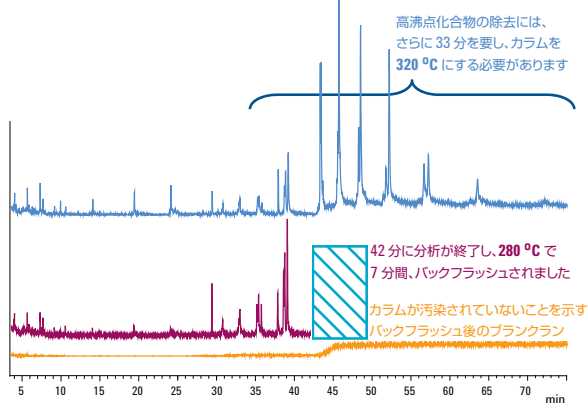
低熱量、低デッドボリウムデバイスにより、ガスリークのない接続を実現します。また、ガス流量を精密に分割することができます。これにより、流量スプリット、バックフラッシュ、Deans スイッチ（例：ハートカット）などが利用でき、分析結果を向上するだけでなく、時間と消耗品の節約にもつながります。



バックフラッシュによる分析時間の短縮

牛乳抽出物中の農薬の分析 (下図上段のクロマトグラム) では、測定対象化合物の後に溶出する高沸点化合物を完全に溶出させるために、320 °C でさらに 33 分のオープンベイクアウトが必要です。バックフラッシュを行うと (中段のクロマトグラム)、280 °C で、高沸点化合物すべてを 7 分で除去します。

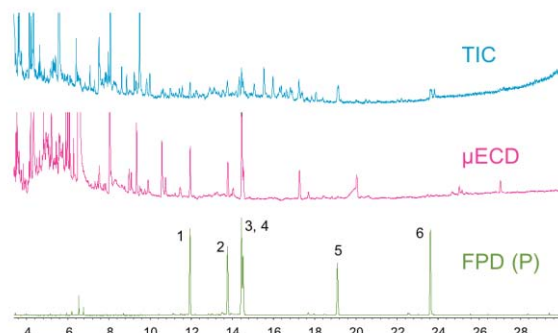
バックフラッシュを行うことで、サイクルタイムを短縮し、カラム寿命を延ばしながら、データ品質を向上します。これにより、過剰なカラムブリードや重い残留物が MSD に導入されないようにすることができ、イオン源の汚染を減らします。また、ゴーストピークを排除し、データの完全性が大幅に向上します。(Agilent 7890A GC, Agilent 5975C MSD, Agilent J&W HP-5ms GC カラムを使用)



バックフラッシュの有無の結果を比較したトータルイオンクロマトグラム

1 回のシングル注入分析でスクリーニングと定量

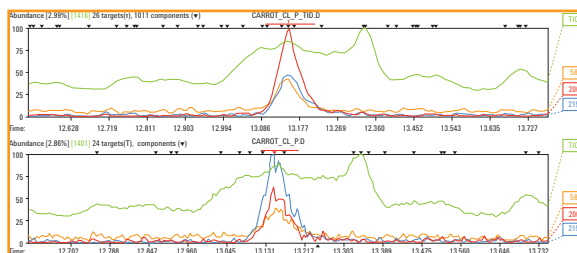
アジレントのキャピラリーフロー 3-way スプリットにより、複数の検出器にサンプルを送り、1 回の分析で多くの情報が得られます。大幅な時間節約に加えて、デュアル検出器 (μECD と FPD) メソッドにより、微量農薬残留物のスクリーニングと定量の両方が可能で、優れた感度と選択性を提供します。(Agilent 7890A GC, Agilent 5975C MSD, Agilent J&W HP-5ms GC カラムを使用) (1)



- | | |
|-----------|-----------|
| 1. ホレート | 4. ジスルホトン |
| 2. テルブホス | 5. フェンチオン |
| 3. ダイアジノン | 6. フェナミホス |

微量イオン検出 (TID) により複雑なマトリクス中の MDL を下げます

アジレントの微量イオン検出 (TID) 技術により、スペクトル品質を向上させ、ライブラリマッチ度を高めます。下のニンジンの分析例では、TID を有効にした場合 (上段)、アトラジンに対して明確な AMDIS ヒットを達成しました。TID なしの場合 (下段)、大きな夾雑ピーク下でちゃんと同定されていない成分として、アトラジンを見逃しました。微量イオン検出により、ノイズを減らし、S/N 比を向上することで、複雑なマトリクス中の微量残留物の検出においても、偽陰性を減らし、信頼性を高めることができます。さらに、この技術により、ピーク積分におけるマニュアル解析操作の回数が大幅に減らせます。(Agilent 7890A GC, Agilent 5975C MSD を使用) (2)

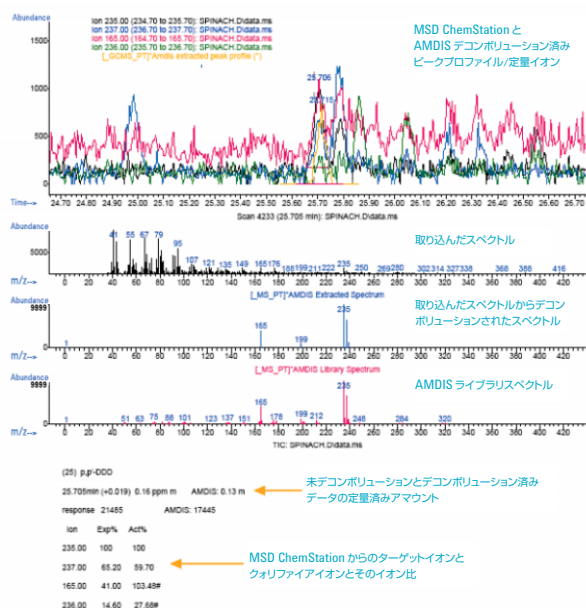


(1) 5989-6007JAJ: RTL と 3-way スプリットを用いたイチゴ抽出物の未知化合物の同定

(2) 5989-7670JAJ: フルスキャン GC/MS による対象外農薬のスクリーニング分析における生産性の向上

デコンボリューションレポート作成ソフトウェア (DRS) でデータ確認の時間を節約

DRS は、アジレントの GC/MSD ChemStation、NIST MS ライブラリ、AMDIS を搭載した NIST マススペクトル検索プログラムを組み合わせることができる強力なツールです。デコンボリューションされるか、「クリーンな」スペクトルで AMDIS や他のデータベースに対するライブラリ検索結果を向上し、精度の高い同定と定量を可能にします。下のホウレンソウの分析では、DRS を用いるとわずか 2 分で、微量農薬中の 927 種類の化合物をスクリーニングし、10 化合物がヒットして検出されました。(Agilent 7890A GC、Agilent 5975C MSD を使用)



DRS ソフトウェアは、複雑なマトリクス中に隠れている化合物を素早く検出し、定量します。

新たに拡張された DRS 農薬ライブラリ (アジレントと AMDIS の両方の形式のフルスペクトルと SIM ライブラリ) には、以下の内容が含まれます。

- 日本ポジティブリスト農薬 (430 化合物)
- 農薬と環境ホルモン (927 化合物)



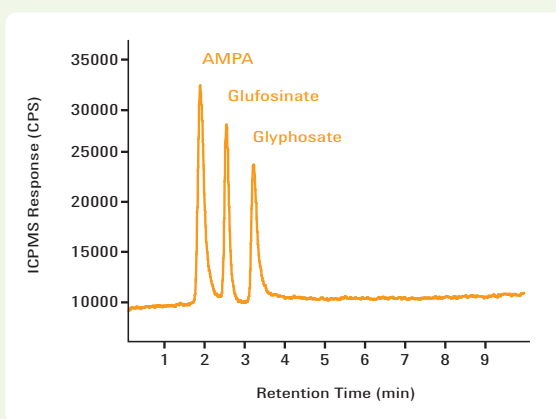
ハイフネート ICP-MS — 高速で信頼性が高く、元素固有のスクリーニングと定量を実現

- 外部標準を分析する必要がなく、1 回の注入で、ターゲット化合物の高速スクリーニング、確認、定量を実行
- 個々の化合物に依存しないキャリブレーションによる高速かつ正確な定量
- 比類なきマトリクス耐性と干渉除去能力

グリホサート、グルホシネート、AMPA — 誘導体化を用いない高速検出

グリホサート (Roundup®) と関連化合物のグルホシネートは一般的に使用されている非選択性の除草剤です。

イオンペア HPLC と連結したオクタポールリアクションシステム (ORS) 技術を搭載した Agilent 7500cx ICP-MS は、リン含有の除草剤とその代謝物に対して、誘導体化を必要とせずに優れた検出能力を提供します。



	AMPA	グルホシネート	グリホサート
直線性	0.999	0.998	0.999
LOD (濃度)	25 ppt	27 ppt	32 ppt
LOD (アmount)	2.5 pg	2.7 pg	3.2 pg
RSD、リテンションタイム、n=8	1.1 %	0.8 %	1.2 %



LC と LC/MS

— 高速で高感度分析かつ正確な同定と定量

アジレントの LC/MS は、食品マトリクス中の農薬の確認と定量のための優れた感度を提供します。精密質量 TOF または Q-TOF とトリプル四重極技術を組み合わせることで、ターゲットとノンターゲットの農薬をスクリーニング、確認、定量できます。

Agilent 1200 シリーズ ラピッドレゾリューション LC (RRLC) は、分離時間を秒レベルに短縮します。

Agilent 6410 トリプル四重極 LC/MS は、数百のターゲット化合物に対し、1 回の注入で選択性の高い高感度検出と定量を行います。化合物あたり 2 回のトランジションによる MRM 測定により、規制要件を満たす確認と低い検出下限を提供します。

Agilent 6220 Accurate Mass TOF LC/MS は、質量精度 2 ppm 以下で、ノンターゲットまたはターゲット化合物をスクリーニングおよび同定するためのフルスキャンスペクトル分析が可能です。

Agilent 6520 Accurate Mass Q-TOF LC/MS は、正確な質量データベースを用いた無制限のターゲットとノンターゲット化合物のスクリーニングの他、シングル注入での MS/MS 確認/定量も行えます。

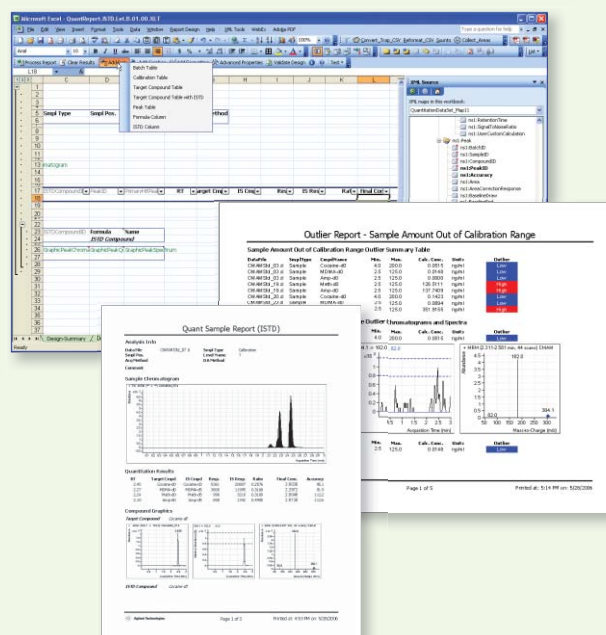
TOF とトリプル四重極の組み合わせは、ターゲットとノンターゲット化合物のスクリーニングと、定量的規制要件を満たすための最高の能力を提供します。 TOF はデータベース検索のためのフルスペクトルと精密質量を提供し、QQQ は確認と定量のための MS/MS を提供します。

フレキシブルで操作性に優れた MassHunter MS ソフトウェア

アジレントの MassHunter ワークステーションソフトウェアは、多忙な検査ラボの要求を満たすように設計されています。フレキシビリティと堅牢性を実現しながら、機器チューニングから最終レポートまでの MS 分析作業全体をスピードアップし、生産性を向上します。

このソフトウェアは、必要な情報を速く正確に得るために先進のフィーチャーエクストラクション機能、データマイニング、データ解析ツールを組み込んでいます。

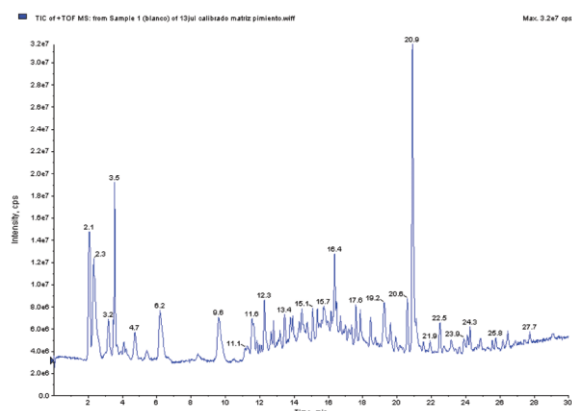
予め設定したテンプレートや、Microsoft® Excel ユーザーインターフェイスでカスタマイズしたレポートを用いることにより、ニーズに合ったレポートを迅速に作成できます。



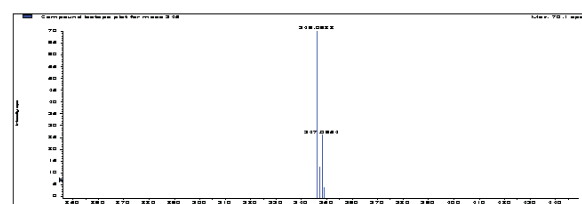


農薬の精密質量 LC-TOF スクリーニング

アジレントの精密質量能力は優れた化合物検索を提供します。下記のコショウの分析例では、このシステムの高い分解能による精密質量選択性が示されています。スクリーニングする化合物の数に関係なく、感度は同じです。アジレントの Molecular Feature Extraction (MFE) と精密質量データベースを用いることで、**ノンターゲット化合物に対しても二次的なデータベース検索や同定のためのフラグを自動的に付けることができます。**(Agilent 1200 RRLC、Agilent 6220 TOF、ZORBAX Eclipse XDB-C8 4.6 x 1150 mm、5 μ m カラム) (3)



サンプルの複雑さを示す黒コショウの分析例。10:1 以上の S/N 比で、サンプル中の 3,000 の精密質量ピークを検出しました。



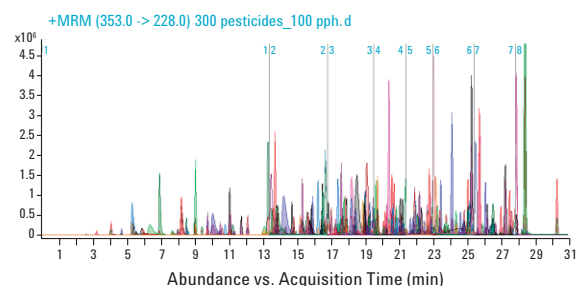
Experiment#: 1 Compound#: 327 Mass: 345.08553

Mass Value = 345.08553						
#	Formula	Compound	Mass	Error (mDa)	* Error (ppm)	Ret. Time Error
1	C15H15N3OClF3	Trifluralin	345.08557	-0.04	-0.1	-0.02

抽出質量数によるデータベース検索のレポート例

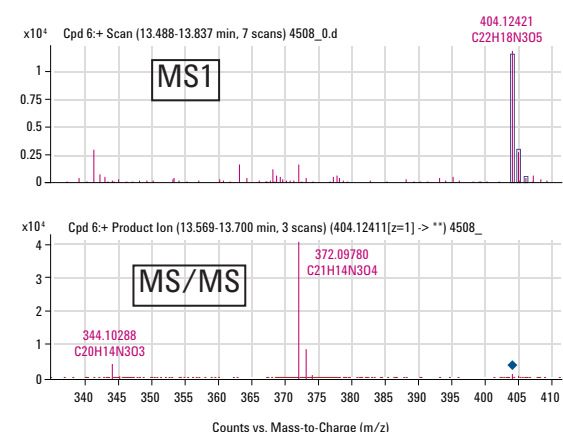
300 種類の農薬の一斉スクリーニングと確認

LC/MS/MS MRM メソッドによるベビーフード中の農薬分析。EU の基準である 10 ppb の LOD で、ベビーフード抽出物中にスパイクされた 300 種類の農薬を検出します。微量濃度のスクリーニングと確認における Agilent LC/QQQ MS の能力が示されています。(Agilent 1200 RRLC, Agilent 6410 QQQ, Agilent ZORBAX SB C-18 1.8 μ m カラム) (4)



MS と MS/MS 両方のスペクトルを用いた信頼性の高い確認

ノンターゲット化合物を信頼性高く確認するために、6520 Q-TOF システムは MS と MS/MS 両方のスペクトルから組成式を計算できます。MS/MS モードでも低 ppm (この検索例では 0.25 ppm) の質量精度を実現します。



MS/MS Formula Details: Compound 6 C22H17N3O5						
m/z	Formula	Abund%	Difference (ppm)	Loss Mass	Loss Formula	
344.10288	C20H14N3O3	8.08	0.25	60.02113	C2H4O2	
372.0978	C21H14N3O4	91.92	0.22	32.02621	CH4O	

- 5989-5496JAJP: モレキュラーフィーチャーデータベースサーチを使用した LC/TOF MS による食品中の 600 種類の農薬の自動スクリーニング
- 5989-5469JAJP: LC/ トリプル四重極質量分析計による食品サンプル中の 100 種類の農薬の多成分一斉分析

農薬分析を支える高性能なカラムと消耗品

メソッド開発からルーチンの QA/QC まで、アジレントの GC カラムと LC カラムは、農薬分析の成功に必要な感度、精度、信頼性を提供します。ラボの食品分析ワークフローの合理化・簡素化に貢献する Florisil と C-18 カートリッジ、業界をリードする固相抽出 (SPE) 製品など、サンプル前処理の生産性向上をサポートする消耗品を各種取り揃えています。

アジレントのバリュープロミス 10 年間保証された価値

絶えず進化する製品ラインナップに加え、アジレントは充実したサポートサービスを提供しています。アジレントのバリュープロミスは、ご購入された日から 10 年間、製品の性能と価値をサポートするものです。また、アップグレードの際には、製品の残存価値に見合った導入プランをご提案します。アジレントは導入時だけでなく、将来にわたって、その投資が価値あるものであることを確信していただけるよう努めています。

詳細情報

アジレントのホームページ:

www.agilent.com/chem/jp

コールセンター:

0120-477-111

農薬分析に関するアプリケーションノートと技術情報

農薬分析に関連するアジレントの資料の一部を紹介しています (一部英文のみ)。詳しくは、アジレントのホームページをご覧ください。www.agilent.com/chem/jp

GC、GC/MS 関連

- 5989-7436 ポジティブリスト農薬メソッドを用いた食品中農薬のスクリーニング: デコンボリューションソフトウェアとリテンションタイムロックマスマススペクトルデータベースの利点
- 5989-1716 高マトリックス試料の残留農薬を高速分析するための新しいツール
- 5989-1100 地表水中に含まれる微量農薬の抽出・分析における残留農薬一斉分析メソッドの検証

LC、LC/MS 関連

- 5988-5445 Creating and Using a Performance-Based LC/MSD Mass Spectral Library with NIST MS Search Software
- 5988-8595 Validated Method for the Determination of Phenyl Urea and Triazine Herbicides in Portable and Groundwater by LC/MS Using Selective Ion Monitoring
- 5988-6085 Analysis of Components, Contaminants, and Impurities in Fungicide Formulations by GC/MS and LC/MS
- 5989-5320 Determination of Pesticides in Water by SPE and LC/MS/MS in Both Positive and Negative Ion Modes
- 5989-5459 LC/MS/MS による食料品中の 44 種類の農薬の測定
- 5989-7409 Superior Molecular Formula Generation from Accurate-Mass Data

本文書掲載の製品は研究専用です。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。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2008
Printed in Japan, May 30, 2008
5989-8652JAJP



Agilent Technologies