

Agilent Bond Elut QuEChERS 食品安全性アプリケーションノート

食品分析の課題に対応するアプローチ

The Measure of Confidence



Agilent Technologies

目次

QuEChERS

食品安全性分析の概要.....	4
QuEChERS とは.....	5
Agilent Bond Elut が推奨する QuEChERS の標準操作手順.....	14

オリジナルのメソッド

Agilent Bond Elut QuEChERS キットを用いて前処理を行ったリンゴ中の残留農薬の GC/MS 分析 (文献番号 5990-4468EN).....	15
--	----

EN メソッド

Agilent Bond Elut QuEChERS EN キットを用いた LC/MS/MS 検出によるリンゴ中残留農薬の分析 (文献番号 5990-3938EN).....	18
Agilent Bond Elut QuEChERS EN キットを使用した GC/MS によるリンゴ中の残留農薬分析 (文献番号 5990-4073JAJP).....	21
Agilent Bond Elut QuEChERS EN キットを使用した LC/MS/MS によるハウレン草中の残留農薬分析 (文献番号 5990-4395JAJP)....	24
Agilent Bond Elut QuEChERS アクリルアミドキットおよび HPLC-DAD による食用油中のアクリルアミドの測定 (文献番号 5990-5988EN).....	26
Agilent Bond Elut QuEChERS 抽出キットおよび Agilent 5975T LTM GC/MSD による結実野菜中農薬の盲検試験 (文献番号 5990-6323JAJP).....	28
Agilent Bond Elut QuEChERS EN キットを使用した LC/MS/MS 検出による緑茶中の残留農薬の分析 (文献番号 5990-6400JAJP)...	30
Agilent Poroshell 120 LC カラムを使用した Agilent 1290 Infinity LC と、サンプル前処理用の Agilent Bond Elut QuEChERS によるエビ中のホルモンの測定 (文献番号 5990-6589EN).....	32
Bond Elut QuEChERS 抽出キットと Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート GC カラムを用いた米中の残留農薬の分析 (文献番号 5990-8108JAJP).....	34

AOAC メソッド

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC キットを用いた LC/MS/MS 検出によるリンゴ中残留農薬の分析 (文献番号 5990-3937EN).....	36
Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC キットを使用した GC/MS によるリンゴ中の残留農薬分析 (文献番号 5990-4068JAJP).....	39
Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC キットを使用した GC/MS によるハウレン草中の残留農薬分析 (文献番号 5990-4305JAJP).....	41
Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC キットを使用した LC/MS/MS 検出によるハウレン草中の残留農薬分析 (文献番号 5990-4248JAJP).....	44
グラファイトカーボンを含む Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC キットおよびトルエンを用いたハウレン草中の平面構造を持つ農薬回収率の最適化 (文献番号 5990-4247JAJP).....	47
Agilent 1290 Infinity LC および Agilent 6460 トリプル四重極 LC/MS を使用した UHPLC/MS/MS によるベビーフード中の農薬の測定 (文献番号 5990-5028EN).....	50
Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC キットおよび HPLC-FLD を使用した鶏筋肉中の残留スルホンアミドの測定 (文献番号 5990-5395EN).....	53
Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC キットおよび HPLC-FLD を使用した魚中の多環芳香族炭化水素の分析 (文献番号 5990-5441EN).....	55
Agilent Bond Elut QuEChERS および LC/MS/MS を使用したフライドポテト中のアクリルアミドの分析 (文献番号 5990-5940EN)....	57

Agilent J&W DB-35ms および DB-XLB GC カラムを使用した魚組織の PCB の GC/μECD 分析および確認 (文献番号 5990-6236EN).....	59
Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 抽出キットと汎用分散 SPE を使用したレタスおよびリンゴサンプル中の農薬の分析 (文献番号 5990-6558EN).....	61
Agilent J&W DB-35ms ウルトライナート GC カラムを用いた GC/MS/FPD によるリンゴ中有機リン系残留農薬の分析 (文献番号 5990-7165JAJ).....	63
Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC キットを用いた LC-MS/MS 検出による米中残留農薬の分析 (文献番号 5990-8034JAJ).....	65
農作物および穀物に含まれる微量レベルの農薬の GC/MS/MS による定量および繰り返し精度 (文献番号 5990-9317JAJ).....	67
GC/MS メソッドと LC/MS メソッドの組み合わせによるジュース中の農薬の包括的な分析 (文献番号 5990-9924JAJ).....	70

その他の食品用メソッド

Agilent Bond Elut QuEChERS キットを使用したウシ肝臓中キノロン系抗生剤の LC/MS/MS による測定 (文献番号 5990-5085EN).....	73
Agilent Bond Elut QuEChERS EN キットを使用したウシ肝臓中スルホンアミド系抗生剤の LC/MS/MS による測定 (文献番号 5990-5086EN).....	76
オリーブオイル中の契約ラボプロトコル農薬の GC-μECD 分析および確認 (文献番号 5990-5553EN).....	78
修正版 Agilent Bond Elut QuEChERS メソッドによるレモンオイル中の農薬の測定 (文献番号 5990-6432EN).....	81
Agilent Bond Elut QuEChERS dSPE サンプル前処理および高効率 DB-5ms ウルトライナート GC カラムを使用した GC/MS による魚中の多環芳香族炭化水素 (PAH) の分析 (文献番号 5990-6668EN).....	84
ガラスウール付きウルトライナートを使用した GC/MS/MS による食品中の農薬の分析 (文献番号 5990-7706EN).....	87
Agilent 7000 トリプル四重極 GC/MS システムを使用した貝中の化学汚染物質の測定 (文献番号 5990-7714EN).....	89
異なるサンプル前処理手法を用いた小麦中トリコテセンおよびゼアラレノンの LC/MS/MS 分析 (文献番号 5990-9107JAJ).....	92
最適化された抽出/クリーンアップ法と Agilent 7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS システムを使用した 乾燥茶サンプル中の多成分残留農薬の測定 (文献番号 5990-9865EN).....	95
修正版 QuEChERS メソッドによる動物由来食品中の 36 種類の動物用医薬品の LC/MS/MS スクリーニング (文献番号 5991-0013JAJ).....	97

食品安全性分析の概要

高精度の サンプル前処理 による 信頼性の高い 食品安全分析

お客様各位

安全で高品質、また栄養価の高い食品や飲料が求められています。そのような要求に応えるために、食品分析の重要性はますます大きくなっています。

アジレントは、お客様の要求に応えるソリューションを提供しています

アジレントの機器、システム、カラム、消耗品は、製品検査はもちろん、製品開発、品質確認、梱包にいたるすべてのプロセスできわめて厳しい基準を満たし、お客様の分析の要求にお応えします。アジレントは豊富な経験、幅広い知識、創造性あふれるスタッフ、そして業界の傾向や国際的な規制に関する鋭い見識により、お客様の課題の解決をサポートします。

Agilent Bond Elut QuEChERS および SPE サンプル前処理製品：食品安全分析の第一歩

Agilent Bond Elut サンプル前処理製品は、複雑なマトリックスから確実にサンプルを抽出および濃縮し、迅速で正確、かつ再現性の高い結果を約束します。

Bond Elut 製品ファミリーは、厳しい品質標準に合わせて製造された次のような幅広い形式と製品で食品サンプル前処理のニーズをサポートします。

- **Bond Elut QuEChERS パッケージ済み抽出および分散 SPE キット**を使用すれば、キットの特長である一貫した品質と高い性能で、複数のクラスに渡る多成分残留有機汚染物質をわずか数ステップで簡単に分析できます。
- **40 を超える異なるポリマー系カラムおよびシリカ系カラムからなる幅広い Bond Elut SPE 製品には、さまざまなカートリッジとプレート形式が用意されています。**
- **充填剤バルク**により、メソッド開発と、QuEChERS サンプル前処理アプローチのラボレベルのカスタマイズがサポートされます。

アジレントの科学者で構成されるチームが食品テストに関するお客様のニーズをサポートし続けます。新しいアプリケーションと製品開発については、www.agilent.com/chem/jp の QuEChERS のページをご覧ください。



Trisa Robarge
サンプル前処理製品マネージャ



QuEChERS とは

米国農務省により 2003 年に開発された QuEChERS (「キャッチャーズ」と発音) は、**Quick** (高速)、**Easy** (簡単)、**Cheap** (低価格)、**Effective** (効果的)、**Rugged** (高い耐久性)、および **Safe** (安全) の頭文字で、食品のサンプル前処理方法の品質を表しています。この技術は非常にシンプルで、最小限のステップで複雑なサンプルの効果的なクリーンアップが可能です。

QuEChERS は、果物および野菜に含まれる複数のクラスの多成分残留農薬の分析用に開発されたものですが、近年では、肉類や魚類など野菜以外の食品に含まれる微量の汚染物質にもその応用範囲が広がっています。さまざまな果物、野菜、肉類、また豆およびナッツ類などの乾燥食品に含まれる数百種の農薬についてのメソッドが公開されています。現在は「公認」メソッドの入手が可能であり、手法の標準化が世界レベルで行われています。米国では、公的分析化学者協会 (AOAC) が 2007.01 メソッドを公開しており、ヨーロッパの対応するメソッド、EN 15662 2007 でも同様の方法を使用しています。

QuEChERS は次の 2 ステップで実行します。

1. 水層と有機層の間の平衡化を伴う析出抽出による分離に基づく抽出ステップ
2. 塩と多孔質吸着剤のさまざまな組み合わせを使用して干渉物質を除去する、さらなるクリーンアップを伴う分散固相抽出 (SPE) ステップ。

分散 SPE ステップでは、第 1 級 - 第 2 級アミン (PSA)、C18、グラファイトカーボンブラックなどの多孔質吸着剤が、ステップ 1 で共溶出するさまざまなマトリックス化合物の除去に役立ちます。抽出された対象化合物を測定するための最も一般的な分析法は、LC/MS または GC/MS、あるいはこれらに対応するタンデム測定です。

ヒントとコツ

幅広い QuEChERS 製品オプションをサポートするために、アジレントでは QuEChERS アプローチを特長とする多くのアプリケーションを提供しています。このガイドでは、これらのアプリケーションを多数紹介します。AOAC、EN、またはオリジナルのメソッドなど、アプリケーションに関連のある標準メソッドに従ってアプリケーションを分類し、他のアプローチのセクションとともに示します。マトリックスの種類や対象化合物のクラスに基づく検索に役立つ便利な検索も用意しています。



QuEChERS 抽出キット

ステップ 1: 抽出

分析メソッド (AOAC または EN) に基づいて抽出塩パッケージを選択してください。pH 調整済みの塩は、pH の影響を受けやすい農薬に使用します。ホモジナイズした果物または野菜サンプル (10 g または 15 g) に溶媒と塩を添加することで、対象となる農薬を有機層に抽出することができます。塩とバッファは、防湿パックに入っています。このため、QuEChERS メソッドの指定に従い、溶媒をサンプルに添加した後、塩を添加できます。

次の表の「CH」製品には、これらの特定のキットに適したサイズのセラミックホモジナイザが含まれます。セラミックホモジナイザの詳細は、13 ページをご覧ください。



QuEChERS 抽出キットは 50 mL 遠心管とキャップの有無を選択でき、pH 調整用の MgSO₄、NaCl、またはその他の塩が含まれます。計量済みで防湿パックに入っています。



セラミックホモジナイザにより抽出時間が最大で 70 % 短縮されます。QuEChERS キットと同時に、または個別にお求めいただけます。

QuEChERS 抽出キット

手法	pH 調整 済み	試薬類	セラミック ホモジナイザ	50 mL チューブ付き 50 個	試薬のみ	
					50 個	200 個
AOAC 2007.01	あり	6 g MgSO ₄ 、1.5 g 酢酸ナトリウム	あり	5982-5755CH		
			なし	5982-5755	5982-6755	5982-7755
オリジナル (サンプル量 10 g)	なし	4 g MgSO ₄ 、1 g NaCl	あり	5982-5550CH		
			なし	5982-5550	5982-6550	5982-7550
オリジナル (サンプル量 15 g)	なし	6 g MgSO ₄ 、1.5 g NaCl	あり	5982-5555CH		
			なし	5982-5555	5982-6555	5982-7555
EN 15662	あり	4 g MgSO ₄ 、1 g NaCl、1 g クエン酸ナトリウム、0.5 g クエン酸二ナトリウム 1.5 水和物	あり	5982-5650CH		
			なし	5982-5650	5982-6650	5982-7650
アクリルアミド*	なし	4 g MgSO ₄ 、0.5 g NaCl	なし	5982-5850		
動物用医薬品	なし	4g Na ₂ SO ₄ 、1 g NaCl	なし	5982-0032		

* K. Mastovska および S. J. Lehotay の手順。J. Agric. Food Chem. 2006, 54, 7001-7008.

QuEChERS 分散キット

ステップ 2: 分散クリーンアップ

前処理を行う食品の種類と、使用する QuEChERS メソッドに適合した分散 SPE キットを選択してください。このステップでは、ステップ 1 で抽出した上澄み液を、少量の SPE 充填剤粉末と $MgSO_4$ を含む遠心管に移します。充填剤粉末は食品由来の夾雑物を吸着し、 $MgSO_4$ は余剰な水分を除去します。攪拌効果を高めるセラミックホモジナイザ付きの分散キットも提供しています(チューブ 1 本あたり 2 個付属)。ホモジナイザ付きのキットは、部品番号の末尾に「CH」が付いています。



QuEChERS 分散キット、果物および野菜用

キット	サイズ	入数	AOAC 2007.01	EN 15662
			内訳 部品番号	内訳 部品番号
一般的な野菜・果物: 有機酸、一部の糖類および脂質を除去	2 mL	100 個	50 mg PSA	25 mg PSA
			150 mg $MgSO_4$	150 mg $MgSO_4$
			5982-5022	5982-5021
			5982-5022CH	5982-5021CH
15 mL		50 個	400 mg PSA	150 mg PSA
			1200 mg $MgSO_4$	900 mg $MgSO_4$
			5982-5058	5982-5056
			5982-5058CH	5982-5056CH
脂質/蠟を含む野菜・果物: 有機酸、一部の糖類、 脂質、およびステロールを除去	2 mL	100 個	50 mg PSA	25 mg PSA
			50 mg C18EC	25 mg C18EC
			150 mg $MgSO_4$	150 mg $MgSO_4$
			5982-5122	5982-5121
		5982-5122CH	5982-5121CH	
15 mL		50 個	400 mg PSA	150 mg PSA
			400 mg C18EC	150 mg C18EC
			1200 mg $MgSO_4$	900 mg $MgSO_4$
			5982-5158	5982-5156
			5982-5158CH	5982-5156CH

部品番号の末尾が「CH」の製品は、セラミックホモジナイザ付きです。

(続く)



QuEChERS 分散キット、果物および野菜用

キット	サイズ	入数	AOAC 2007.01	EN 15662
			内訳 部品番号	内訳 部品番号
色のある野菜・果物： 有機酸、一部の糖類および脂質、カロチノイドおよび クロロフィルを除去、平面構造を持つ農薬には使用不可	2 mL	100 個	50 mg PSA 50 mg GCB 150 mg MgSO ₄ 5982-5222 5982-5222CH	25 mg PSA 2.5 mg GCB 150 mg MgSO ₄ 5982-5221 5982-5221CH
	15 mL	50 個	400 mg PSA 400 mg GCB 1200 mg MgSO ₄ 5982-5258 5982-5258CH	150 mg PSA 15 mg GCB 885 mg MgSO ₄ 5982-5256 5982-5256CH
色の濃い野菜・果物： 有機酸、一部の糖類および脂質、カロチノイドおよび クロロフィルを除去、平面構造を持つ農薬には使用不可	2 mL	100 個		25 mg PSA 7.5 mg GCB 150 mg MgSO ₄ 5982-5321 5982-5321CH
	15 mL	50 個		150 mg PSA 45 mg GCB 855 mg MgSO ₄ 5982-5356 5982-5356CH
脂質と色のある野菜・果物： 有機酸、一部の糖類および脂質、カロチノイドおよび クロロフィルを除去、平面構造を持つ農薬には使用不可	2 mL	100 個	50 mg PSA 50 mg GCB 150 mg MgSO ₄ 50 mg C18EC 5982-5421 5982-5421CH	
	15 mL	50 個	400 mg PSA 400 mg GCB 1200 mg MgSO ₄ 400 mg C18EC 5982-5456 5982-5456CH	

部品番号の末尾が「CH」の製品は、セラミックホモジナイザ付きです。

QuEChERS 分散キット：その他の食品用メソッド

キット	サイズ	入数	AOAC 007.01	EN 15662
			内訳 部品番号	内訳 部品番号
その他の食品用メソッド： 脂質やタンパク質など生体由来の夾雑物を除去	2 mL	100 個	25 mg C18 150 mg MgSO ₄ 5982-4921 5982-4921CH	
	15 mL	50 個	150 mg C18 900 mg MgSO ₄ 5982-4956 5982-4956CH	
すべての食品タイプ： 極性を持つ有機酸、脂質、糖類、タンパク質、 カロチノイド、クロロフィルなど、 すべてのマトリクス干渉を除去	2 mL	100 個	50 mg PSA 50 mg C18 7.5 mg GCB 150 mg MgSO ₄ 5982-0028 5982-0028CH	
	15 mL	50 個	400 mg PSA 400 mg C18 45 mg GCB 1200 MgSO ₄ 5982-0029 5982-0029CH	
動物性食品： 極性有機塩、糖、脂質、タンパク質などの マトリクス干渉を除去	15 mL	50 個	50 mg PSA 150 mg C18EC 900 mg Na ₂ SO ₄ 5982-4950	

部品番号の末尾が「CH」の製品は、セラミックホモジナイザ付きです。










推奨する Bond Elut QuEChERS 分散キット (食品の種類およびメソッド別)

商品グループ	商品	一般的な果物と野菜、EN または AOAC	脂肪と蠟を含む果物と野菜、EN または AOAC	色素を含む果物と野菜の EN または AOAC	色素含有率の高い果物と野菜、EN	色素と脂肪を含む果物と野菜、AOAC のみ
使用サンプル		色の薄いサンプル	> 1 % の脂肪/脂質を含むサンプル	色のあるサンプル (クロロフィル、カロチノイド)、平面構造を持つ農業には使用不可	色の濃いサンプル (クロロフィル、カロチノイド)、平面構造を持つ農業には使用不可	脂質/蠟を含む色のあるサンプル
果物						
 柑橘類	柑橘系ジュース					
	グレープフルーツ					
	レモン/ライム					
	オレンジ					
	オレンジピール					
	ネクタリン					
	タンジェリン					
 仁果類	リンゴ					
	リンゴ (乾燥)					
	リンゴジュース					
	リンゴソース					
	洋ナシ					
	マルメロ					
 核果	アンズ					
	アンズ (乾燥)					
	アンズネクター					
	サクランボ					
	ミラベル					
	ネクタリン					
	モモ					
	モモ (乾燥)					
	プラム					
	プラム (乾燥)					
 柔らかく小さい果物	ブラックベリー					
	ブルーベリー					
	クランベリー					
	スグリ					
	エルダベリー					
	グースベリー、赤					
	ブドウ、緑					
	ブドウ、赤					
	レーズン					
	ラズベリー					
 その他の果物	イチゴ					
	アボカド					
	バナナ					
	イチジク (乾燥)					
	キウイ					
	マンゴー					
	メロン					
	オリーブ					
	パパイア					
パイナップル						

(続く)

推奨する Bond Elut QuEChERS 分散キット (食品の種類およびメソッド別)

商品グループ	商品	一般的な果物と野菜、EN または AOAC	脂肪と蠟を含む果物と野菜、EN または AOAC	色素を含む果物と野菜の EN または AOAC	色素含有率の高い果物と野菜、EN	色素と脂肪を含む果物と野菜、AOAC のみ
使用サンプル		色の薄いサンプル	> 1% の脂肪/脂質を含むサンプル	色のあるサンプル (クロロフィル、カロチノイド)、平面構造を持つ農薬には使用不可	色の濃いサンプル (クロロフィル、カロチノイド)、平面構造を持つ農薬には使用不可	脂質/蠟を含む色のサンプル
野菜						
 根菜と芋類 野菜	ビート					
	西洋ゴボウ					
	ニンジン					
	根セロリ					
	セイヨウワサビ					
	パセリ (根)					
	ジャガイモ					
	ダイコン					
 セイヨウネギ	チャイブ					
	ニンニク					
	ニラ					
	タマネギ					
	ラッキョウ					
	エシャロット					
	ナス					
 果菜類 野菜	キュウリ					
	甘、緑トウガラシ					
	甘、赤トウガラシ					
	カボチャ					
	トマト					
	ズッキーニ					
	ブロッコリ					
 ブロッコリ	ブロッコリ					
	芽キャベツ					
	白菜					
	レッドキャベツ					
	チリメンキャベツ					
	ホワイトキャベツ					
	カリフラワー					
	ケール					
	コールラビ					
	ルッコラ					
	バジル					
 葉菜類 およびハーブ	コリアンダー					
	クレソン					
	エンダイブ					
	ラムズレタス					
	レタス類					
	パセリ					
	ハウレン草					
	アーティチョーク					
	アスパラガス					
セロリ						
 茎菜類	ニラ					
	ルバーブ					
	豆類 (乾燥)					
 豆果	豆類 (生)					

推奨する Bond Elut QuEChERS 分散キット (食品の種類およびメソッド別)

商品グループ	商品	一般的な果物と野菜、EN または AOAC	脂肪と蠟を含む果物と野菜、EN または AOAC	色素を含む果物と野菜の EN または AOAC	色素含有率の高い果物と野菜、EN	色素と脂肪を含む果物と野菜、AOAC のみ
使用サンプル		色の薄いサンプル	> 1% の脂肪/脂質を含むサンプル	色のあるサンプル (クロロフィル、カロチノイド)、平面構造を持つ農業には使用不可	色の濃いサンプル (クロロフィル、カロチノイド)、平面構造を持つ農業には使用不可	脂質/蠟を含む色のあるサンプル
動物性食品						
 肉類	牛肉、豚肉、子牛肉、鶏肉					
	肝臓、腎臓					
 魚介類	二枚貝、甲殻類					
	魚					
 乳製品	乳製品					
その他の食品						
 穀物	トウモロコシ、米、小麦					
	穀物、小麦粉など					
 茶/コーヒー	コーヒー豆					
	茶葉					
 乾燥香辛料	カレー、コショウ					
	セイヨウネギ					
	とうがらし種子					
 油	キャノーラ、オリーブ					
	柑橘類					
 ベビーフード	ベビーフード					
その他						
 農業製品	ココアパウダー					
	綿、ヘンプ					
	タバコ					
 土壌	土壌					
 全血	全血					

QuEChERS セラミックホモジナイザ

セラミックホモジナイザは QuEChERS 法における攪拌の効率をさらに高めることが可能です。この次の利点により抽出が容易になります。

- 抽出所要時間を 60 秒間からわずか 20 秒間まで短縮 – 1 サンプルあたり 70 % の時間短縮
- 再現性の高い抽出を 3 分の 1 の時間で実現
- 担当者間の変動を最小化
- 塩の凝固を防ぎ、物質を常に均質に粉碎

QuEChERS キットに含まれるセラミックホモジナイザは、優れた攪拌能力を持つ高性能のホモジナイザです。

QuEChERS セラミックホモジナイザ

品名	入数	部品番号
50 mL チューブ用セラミックホモジナイザ	100 個	5982-9313
15 mL チューブ用セラミックホモジナイザ	100 個	5982-9312
2 mL チューブ用セラミックホモジナイザ	200 個	5982-9311



QuEChERS 用標準試薬

アジレントはサンプリーク QuEChERS キットだけでなく、AOAC メソッドや EN メソッドで規定されている QuEChERS 用の標準試薬も提供しています。

- 標準試薬を用意するための時間と手間を排除
- GC と LC の両方の装置に使用可能
- QuEChERS の抽出にすぐに使用可能 - 希釈は不要

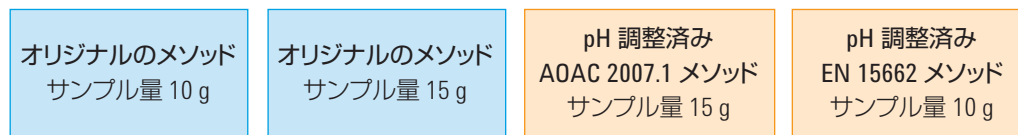
QuEChERS 用標準試薬 (日本未発売)

品名	内容	内訳	部品番号
HPLC および GC 内部標準、AOAC メソッド	1,000 µg/mL	パラチオン-d10 (ジエチル-d10)、α-BHC-d6 (α-HCH-d6)	5190-0502
QC 溶液、AOAC メソッド	500 µg/mL	リン酸トリフェニル	5190-0503
HPLC 内部標準、EN メソッド	100 µg/mL	トリス (1,3-ジクロロイソプロピル) リン酸、ナイカルバジン	5190-0500
GC 内部標準、EN メソッド	5,000 µg/mL	(2,2',5,5'-テトラクロロビフェニル)、トリフェニルメタン、トリス (1,3-ジクロロイソプロピル) リン酸	5190-0501
GC 標準用 QC サロゲート、EN メソッド	500 µg/mL 1,000 µg/mL	(2,2',3,4,4',5'-ヘキサクロロビフェニル) アントラセン-d10	5190-0499

Agilent Bond Elut が推奨する QuEChERS の標準操作手順

すべての果物または野菜サンプルで QuEChERS メソッドを実行するための基本的な手順を次に示します。わずか数ステップの簡単な手順で、複数のクラスの多成分残留農薬分析用にサンプルを前処理できます。

抽出キットを選択



選択基準：

- 採用する QuEChERS メソッド
- スクリーニングの対象とする農薬

塩基性下で不安定な農薬が存在する場合は、pH 調整済みキットを推奨します。

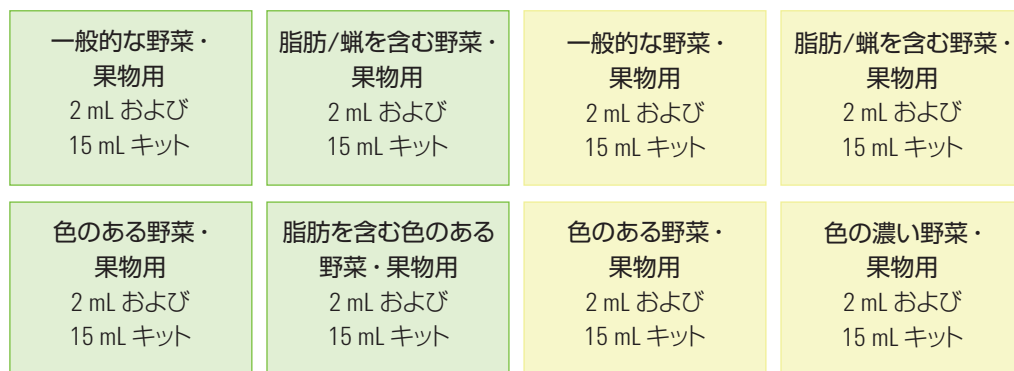
サンプルをホモジナイズ：
空の 50 mL チューブに移す

アセトニトリルを添加
事前に混合済みの抽出塩を添加
pH を確認し、pH 5 ~ 5.5 に調整
内部標準を添加
振とうし、遠心分離

分散 SPE キットを選択

AOAC メソッド

EN メソッド



選択基準：

- 採用する QuEChERS メソッド
- 分析する食品の種類
- 上澄み量

上澄み量：1 mL、6 mL、または 8 mL*

振とうし、遠心分離

分析

* 採取する上澄み液の量は各種手法により指定されており、この特定量に合わせた分散キットが用意されています。酸性基を持つ農薬（フェノキシアルカノール酸など）では、この時点で LC/MS/MS により直接分析します（分散ステップは省略します）。これは、分散ステップで使用する PSA 粉末に酸性農薬が吸着し、回収率が低下するのを防ぐためです。

オリジナルのメソッド

Agilent Bond Elut QuEChERS キットを用いて前処理を行ったリンゴ中の
残留農薬の GC/MS 分析 (文献番号 5990-4468EN)

はじめに

このアプリケーションでは、効果的なサンプル前処理メソッドである QuEChERS を使用して、リンゴに含まれる 15 種類の農薬の抽出を検証する方法について説明します。この測定には、一般的な果物サンプルで検出される可能性のある揮発性および半揮発性農薬で、標準的に検出される濃度を使用しました。この方式のバッファなし QuEChERS 抽出メソッドは、もともとは 2003 年に発表されたものです。測定は、選択イオンモニタリング (SIM) を組み合わせた GC/MS を使用し、濃度 10 ng/g までの農薬で行いました。



機器条件

GC/MS 条件

カラム:	Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート、 30 m x 0.25 mm, 0.25 μ m (部品番号 190915-433UI)
注入ソース:	マニュアル
注入口:	スプリットレス
キャリアガス:	ヘリウム、定流量モード
オープン温度 プログラム:	70 °C (2 分間)、 25 °C/min で 70 ~ 150 °C (0 分間)、 3 °C/min で 150 ~ 200 °C (0 分間)、 8 °C/min で 200 ~ 280 °C (7 分間)
注入量:	1 μ L

MS 条件

チューニングファイル:	Atune.u
モード:	SIM
イオン源、四重極、 トランスファーライン温度:	それぞれ 230 °C、150 °C、280 °C
溶媒待ち時間:	4 分
マルチプライヤ電圧:	オートチューン電圧

QuEChERS 手順

QuEChERS 抽出手順 (ステップ 1)



QuEChERS 分散 SPE (ステップ 2) および分析

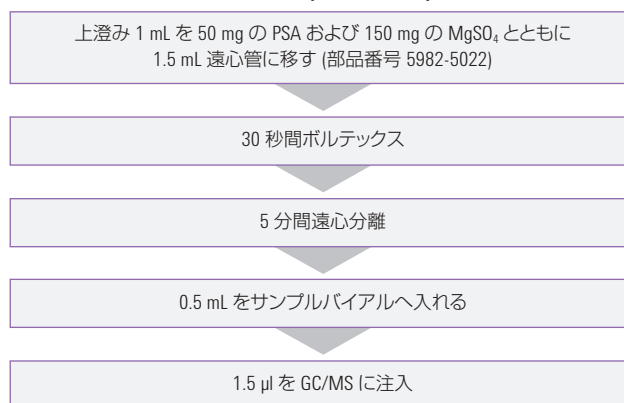


図 1. 一般的な果物および野菜の QuEChERS 抽出手順

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS バッファなし抽出キット、部品番号 5982-5550

Agilent Bond Elut QuEChERS 分散キット、一般的な果物および野菜用、2 mL、部品番号 5982-5022

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、一般的な果物および野菜用、15 mL、部品番号 5982-5058

Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート GC キャピラリカラム、30 m x 0.25 mm, 0.25 μ m、部品番号 190915-433UI

結果

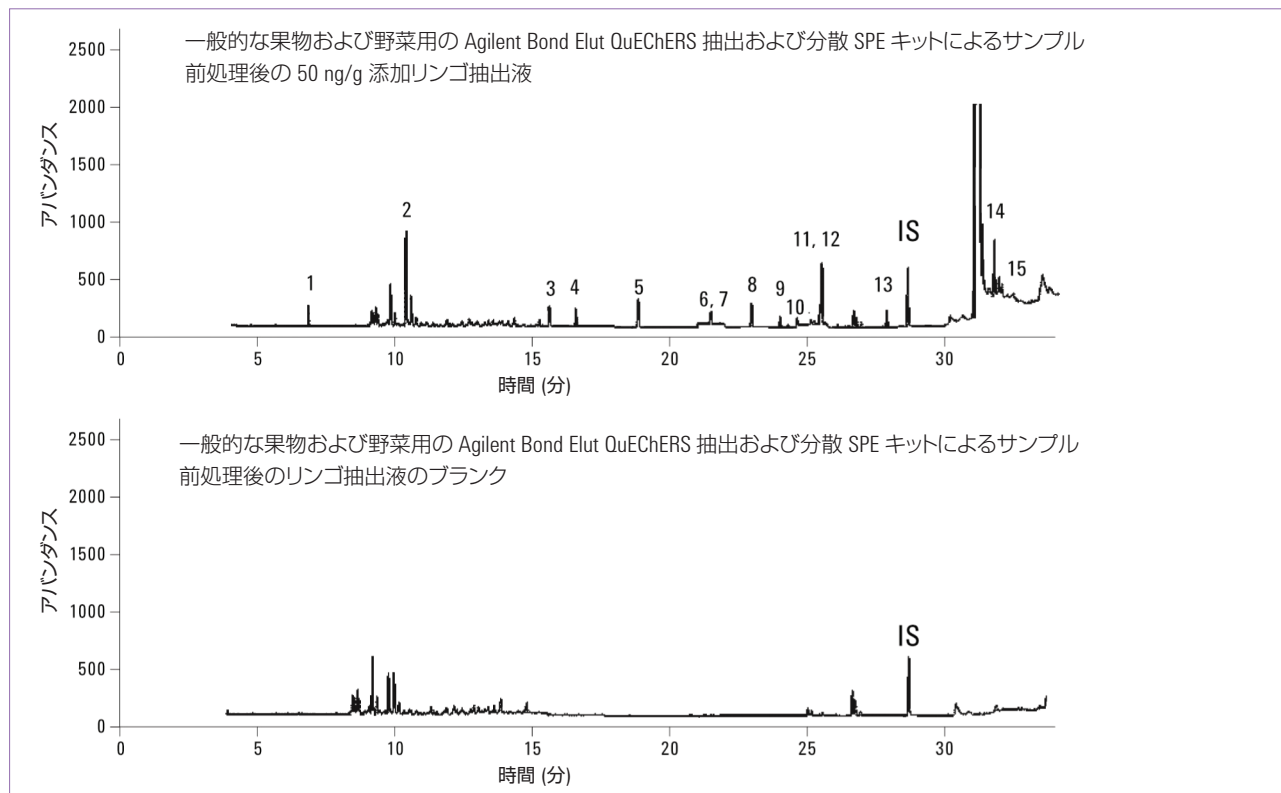


図 2. リンゴ抽出液のブランクと添加リンゴ抽出物の比較

表 1. オリジナルの QuEChERS メソッドを用いたリンゴ中農薬の回収率と再現性 (n=4)

農薬	低 QC 10 ng/g		中 QC 50 ng/g		高低 QC 200 ng/g	
	回収率	RSD	回収率	RSD	回収率	RSD
ジクロロボス	102.8	5.0	96.7	10.8	99.4	2.8
o-フェニルフェノール	92.0	6.1	79.6	6.8	89.5	6.3
リンデン	97.9	2.0	88.5	9.7	92.6	4.2
ダイアジノン	90.5	9.1	98.8	5.5	102.1	4.4
メチルクロルピリホス	88.7	7.1	90.0	4.3	98.5	3.1
クロルピリホス	93.5	6.5	95.6	4.0	100.2	1.2
ジクロロベンゾフェノン	90.3	5.0	89.1	6.4	99.4	0.6
ヘプタクロロエポキシド	87.0	3.2	85.6	5.4	95.4	3.9
g-クロルデン	92.3	3.5	90.0	6.8	95.9	2.0
a-クロルデン	95.5	4.7	85.8	6.9	93.5	2.6
ディルドリン	99.4	4.2	93.6	5.3	99.9	1.8
DDE	94.5	4.2	87.1	5.7	92.7	1.9
硫酸エンドスルファン	97.8	2.3	90.8	2.8	99.5	2.3
ペルメトリン	100.7	4.8	93.0	3.4	97.6	2.1
クマホス	72.5	4.5	79.6	3.5	96.6	3.0

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-4468EN を検索してください。

EN メソッド

Agilent Bond Elut QuEChERS EN キットを用いた LC/MS/MS 検出による リンゴ中残留農薬の分析 (文献番号 5990-3938EN)

はじめに

このアプリケーションでは、欧州委員会基準 (EN) で定められた効果的なサンプル前処理アプローチである QuEChERS を使用して、リンゴに含まれる 16 種類の残留農薬を抽出し、クリーンアップする方法について説明します。その後、ポジティブイオンマルチプルリアクションモニタリング (MRM) モードのエレクトロスプレーイオン化タンデム質量分析を組み合わせた液体クロマトグラフィ (LC-ESI-MS/MS) により、リンゴ抽出物中の分析対象農薬を測定しました。



機器条件

HPLC 条件

カラム:	Agilent ZORBAX ソルベントセーバプラス Eclipse Plus フェニルヘキシル LC カラム、3.0 x 150 mm、3.5 μ m (部品番号 959963-312)		
流量:	0.3 または 0.5 mL/min		
カラム温度:	30 °C		
注入量:	10 μ L		
移動相:	A: 5 mM 酢酸アンモニウム、pH 5.0、2 0: 80 メタノール/H ₂ O 中 B: 5 mM 酢酸アンモニウム、pH 5.0、ACN 中		
ニードル洗浄:	1:1:1:1 ACN/MeOH/IPA/H ₂ O (0.2% 酢酸)		
グラジエント:	時間 (分)	% B	流量 (mL/min)
	0	20	0.3
	0.5	20	0.3
	8.0	100	0.3
	10.0	100	0.3
	10.01	20	0.5
	12.0	100	0.5
	13.0	終了	
ポストラン:	4 分		
合計サイクルタイム:	17 分		

MS 条件ポジティブモード

ガス温度:	350 °C
ガス流量:	10 L/min
ネブライザ:	40 psi
キャピラリー:	4,000 V

QuEChERS 手順

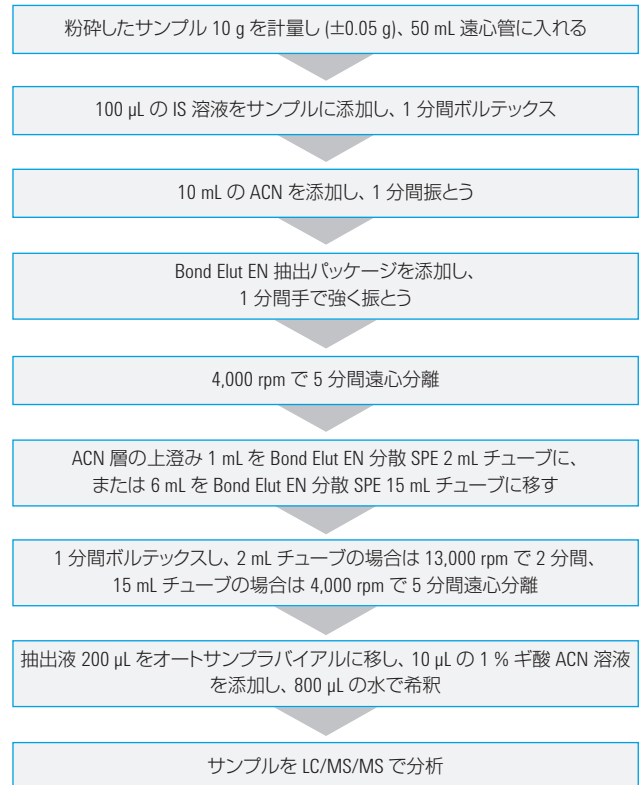


図 1. リンゴに含まれる農薬の QuEChERS EN サンプル前処理手順

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS EN メソッド抽出キット、部品番号 5982-5650

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 分散 SPE キット、一般的な果実および果物用、
2 mL、部品番号 5982-5021 または 15 mL、部品番号 5982-5056

Agilent ZORBAX ソルベントセーバプラス Eclipse Plus フェニルヘキシル LC カラム、
3.0 x 150 mm、3.5 μ m、部品番号 959963-312

結果

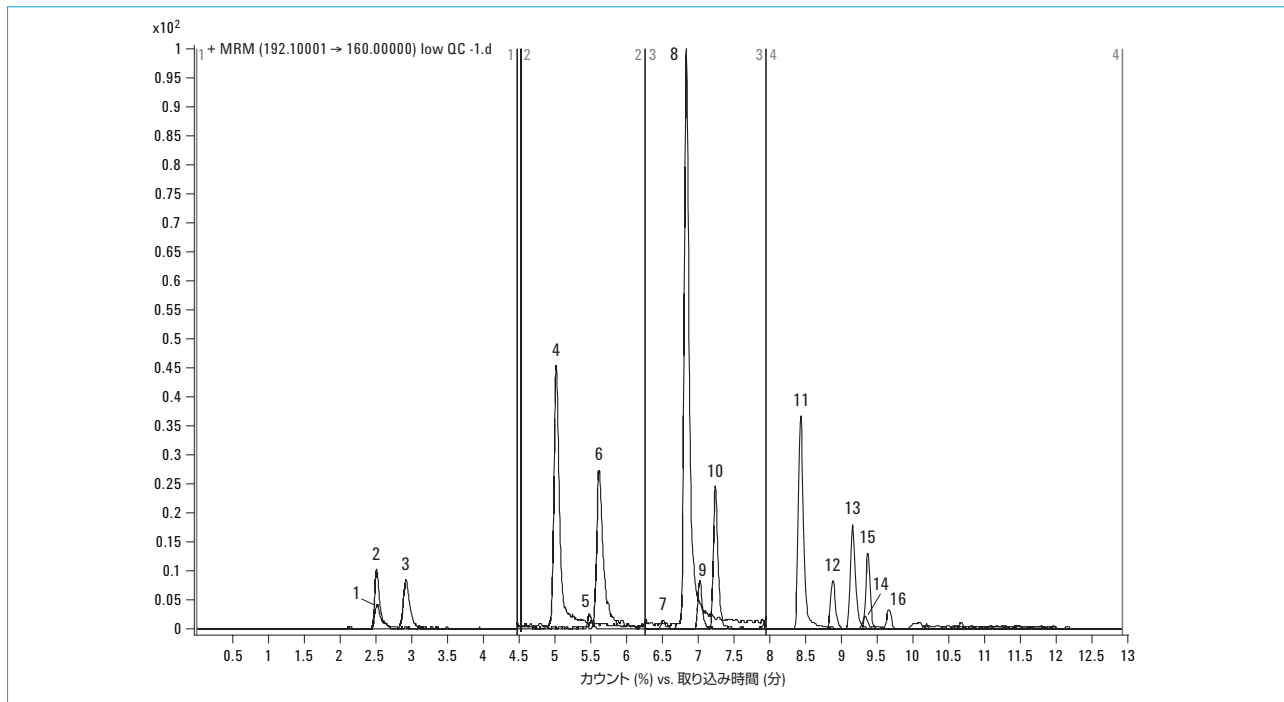


図 2. 10 ng/g 添加リンゴ抽出液のクロマトグラム。ピーク番号：1.メタミドホス、2.アセフェート、3.ピメトロジン、4.カルベンダジム、5.イミダクロプリド、6.チアベンダゾール、7.ジクロルボス、8.プロボクスル、9.チオファネートメチル、10.カルババリル、11.エトプロホス、12.ベンコナゾール、13.シプロジニル、14.ジクロフルアニド、15.クレンキシムメチル、16.トリフルアニド

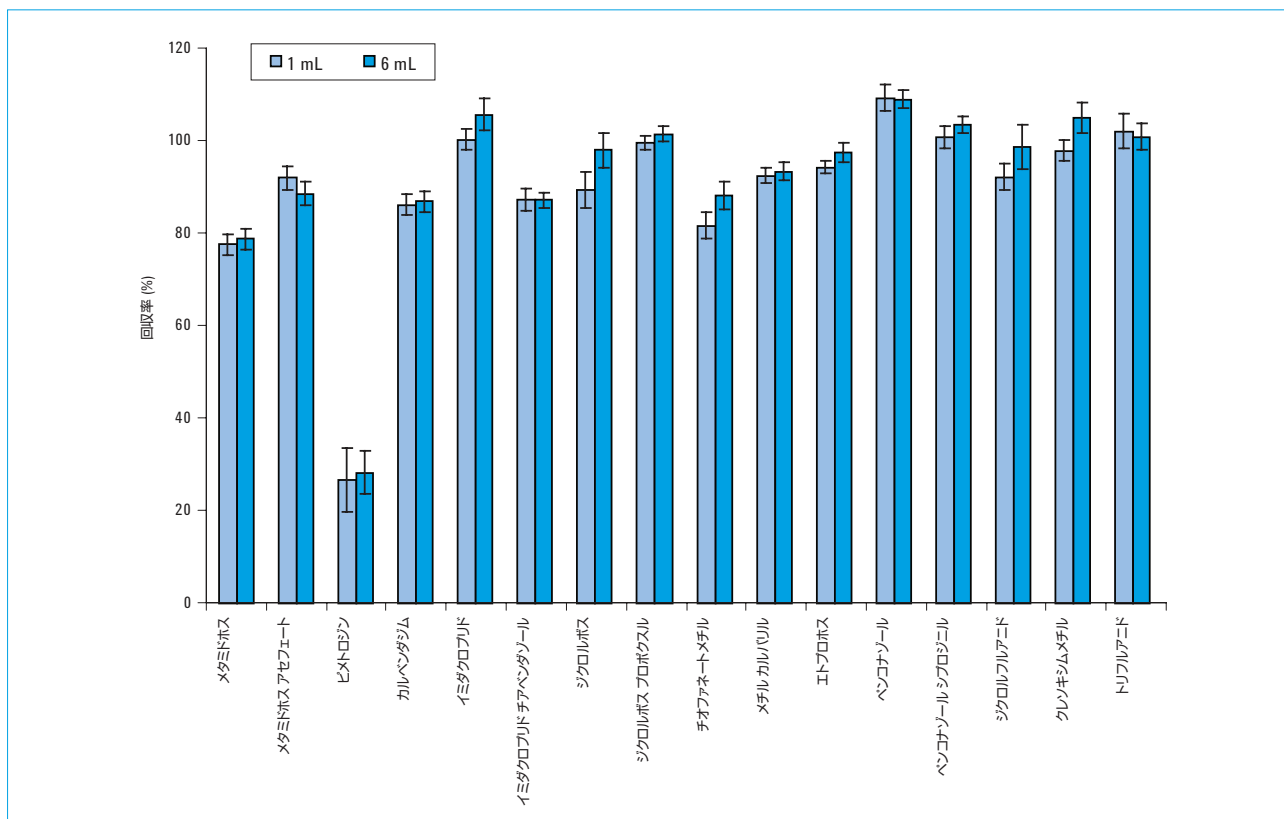


図 3. 1 mL 分散 SPE と 6 mL 分散 SPE の結果の比較

このアプリケーションノート の完全版を ご覧になるには、 www.agilent.com/chem/jp で 5990-3938EN を検索してください。

Agilent Bond Elut QuEChERS EN キットを使用した GC/MS による リンゴ中の残留農薬分析 (文献番号 5990-4073JAJP)

はじめに

このアプリケーションでは、欧州委員会 (EN) で定められた効果的なサンプル前処理アプローチである QuEChERS を使用し、リンゴに含まれる、GC で分析可能な 17 種類の残留農薬を抽出し、クリーンアップする方法について説明します。このメソッドには、水/アセトニトリル系での初期抽出、塩類付加後の抽出/分離ステップ、分散固相抽出 (分散 SPE) を使用したクリーンアップステップが伴います。リンゴ抽出液に含まれる目的の農薬の分析には、選択イオンモニタリング (SIM) モードのガスクロマトグラフィ/質量分析法 (GC/MS) を使用しました。

機器条件

GC 条件

カラム:	Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート、 15 m x 0.25 mm、0.25 μ m (部品番号 19091S-431UI)
注入口:	スプリットレス
注入口ライナ:	ヘリックスダブルテーパー、不活性処理済み (部品番号 5188-5398)
キャリアガス:	ヘリウム
注入口圧力:	分析時 20.18 psi (定圧モード)、 バックフラッシュ時 1.0 psi
注入口温度:	250 °C
注入量:	1.0 μ L
スプリットベントへのパージ流量:	0.75 分で 30 mL/min
オープン温度プログラム:	70 °C (1 分間)、50 °C/min で 70 ~ 150 °C (0 分間)、6 °C/min で 150 ~ 200 °C (0 分間)、 16 °C/min で 200 ~ 280 °C (6 分間)
ポストラン:	3 分
キャピラリーフローテクノロジー:	パージ付き Ultimate ユニオン (部品番号 G3186B) – 分析カラムと 注入口のバックフラッシュに使用
Aux EPC ガス:	パージ付き Ultimate ユニオンに配管された ヘリウム
Aux EPC 圧力:	分析時 4.0 psi、バックフラッシュ時 80.0 psi
接続部:	注入口とパージ付き Ultimate ユニオンの間 (部品番号 G3186B)
リストリクタ:	65 cm x 0.15 mm x 0.15 μ m DB-5ms ウルトラライナート
接続部:	パージ付き Ultimate ユニオンと MSD の間

MS 条件

チューニングファイル:	Atune.u
モード:	SIM (設定の詳細は表 2 を参照)
イオン源、四重極、 トランスファーライン温度:	それぞれ 230 °C、150 °C、280 °C
溶媒待ち時間:	2.30 分
マルチプライヤ電圧:	オートチューン電圧

QuEChERS 手順

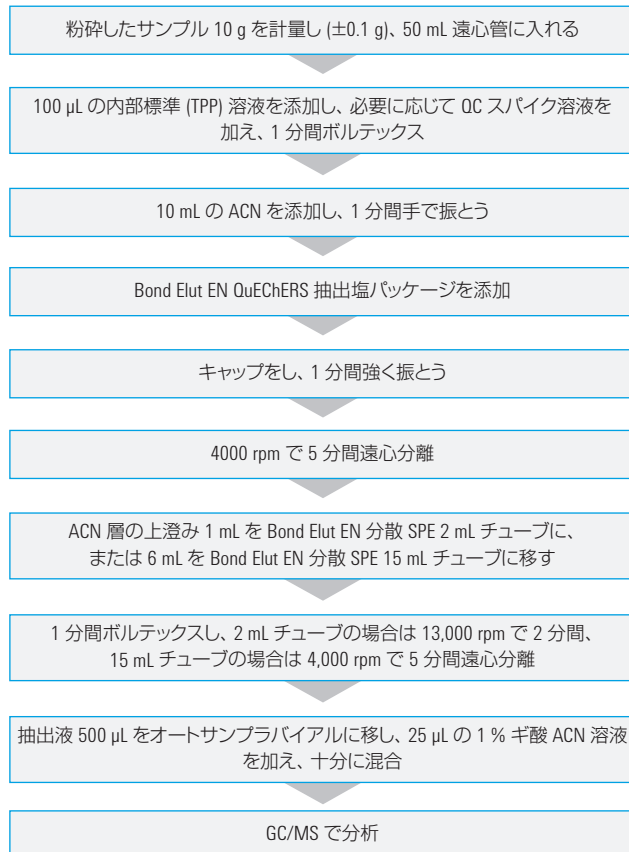


図 1. リンゴに含まれる農薬の Agilent Bond Elut QuEChERS EN 抽出手順

結果

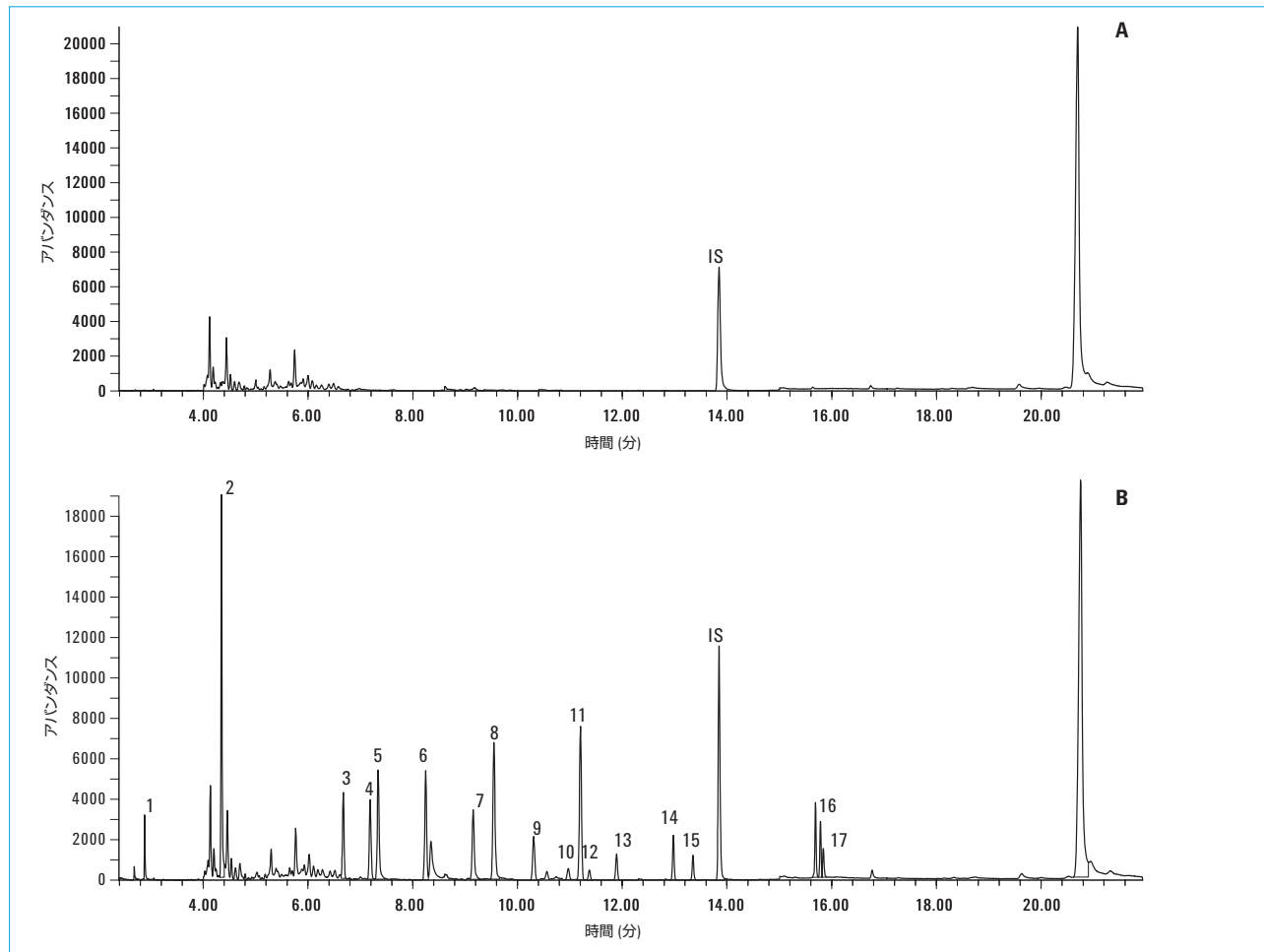


図 2. リンゴ抽出液の GC/MS クロマトグラム。(A) リンゴ抽出液のブランク、(B) 50 ng/g 添加リンゴ抽出液。ピーク番号 : 1.ジクロルポス、2.o-フェニルフェノール、3.リンデン、4.ダイアジノン、5.クロロタロニル、6.クロルピリホスメチル、7.ジクロフルアニド、8.ジクロロベンゾフェノン、9.ヘプタクロルエポキシド、10.γ-クマロルデン、11. DDE、12.α-クマロルデン、13.ディルドリン、14.エチオン、15.硫酸エンドスルファン、16.ペルメトリン、17.クマホス。IS : リン酸トリフェニル (TPP)

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS EN メソッド抽出キット、部品番号 5982-5650

Agilent Bond Elut QuEChERS EN メソッド分散 SPE キット、一般的な果物および野菜用、2 mL、部品番号 5982-5021
または 15 mL、部品番号 5982-5056

Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート GC カラム、15 m x 0.25 mm、0.25 μm、部品番号 19091S-431UI

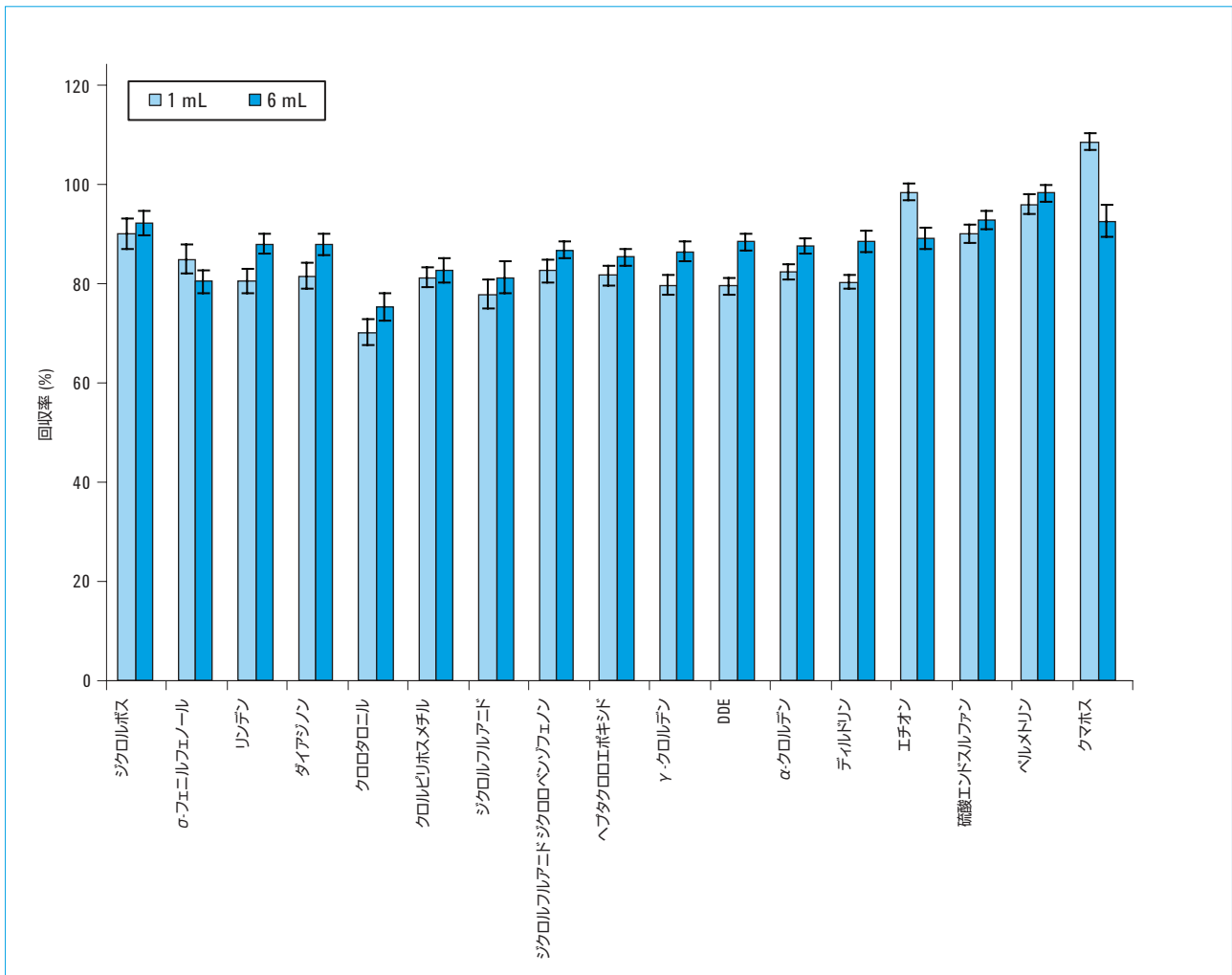


図 3. Agilent Bond Elut 分散 SPE の 2 mL と 15 mL のキットを使用した、サンプル抽出量が 1 mL と 6 mL の場合の回収率と精度

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-4073JAJP を検索してください。

Agilent Bond Elut QuEChERS EN キットを使用した LC/MS/MS による ホウレン草中の残留農薬分析 (文献番号 5990-4395JAJP)

はじめに

このアプリケーションでは、QuEChERS EN サンプル前処理アプローチを使用して、ホウレン草中のさまざまなクラスの農薬を代表する 13 種類の残留農薬を抽出し、クリーンアップする方法について説明します。ホウレン草は、色素を多く含みますので、グラファイトカーボンブラック (GCB) を 7.5 mg/mL 含む色素の多い果物と野菜用の EN 分散 SPE キットを選択し、ACN 抽出液をこのキットに追加します。ホウレン草抽出物に含まれる標的農薬を、ポジティブイオンマルチプルリアクションモニタリング (MRM) モードのエレクトロスプレーイオン化タンデム質量分析と組み合わせた液体クロマトグラフィ (LC-ESI-MS/MS) により定量しました。

機器条件

HPLC 条件

カラム:	Agilent ZORBAX ソルVENTセーバプラス Eclipse Plus フェニルヘキシルカラム、3.0 x 150 mm、3.5 μm (部品番号 959963-312)		
流量:	0.3 mL/min		
カラム温度:	30 °C		
注入量:	10 μL		
移動相:	A: 5 mM 酢酸アンモニウム、pH 5.0、20 : 80 MeOH : H ₂ O 中 B: 5 mM 酢酸アンモニウム、pH 5.0 ACN 中		
ニードル洗浄:	1:1:1:1 ACN/MeOH/IPA/H ₂ O、0.2 % ギ酸を含む		
グラジエント:	時間 (分)	% アセトニトリル	流量 (mL/min)
	0	20	0.3
	0.5	20	0.3
	8.0	100	0.3
	10.0	100	0.3
	13.0	終了	
ポストラン:	4 分		
合計サイクルタイム:	17 分		

MS 条件

ポジティブモード

ガス温度:	350 °C
ガス流量:	10 L/min
ネブライザ:	40 psi
キャピラリー:	4,000 V

QuEChERS 手順

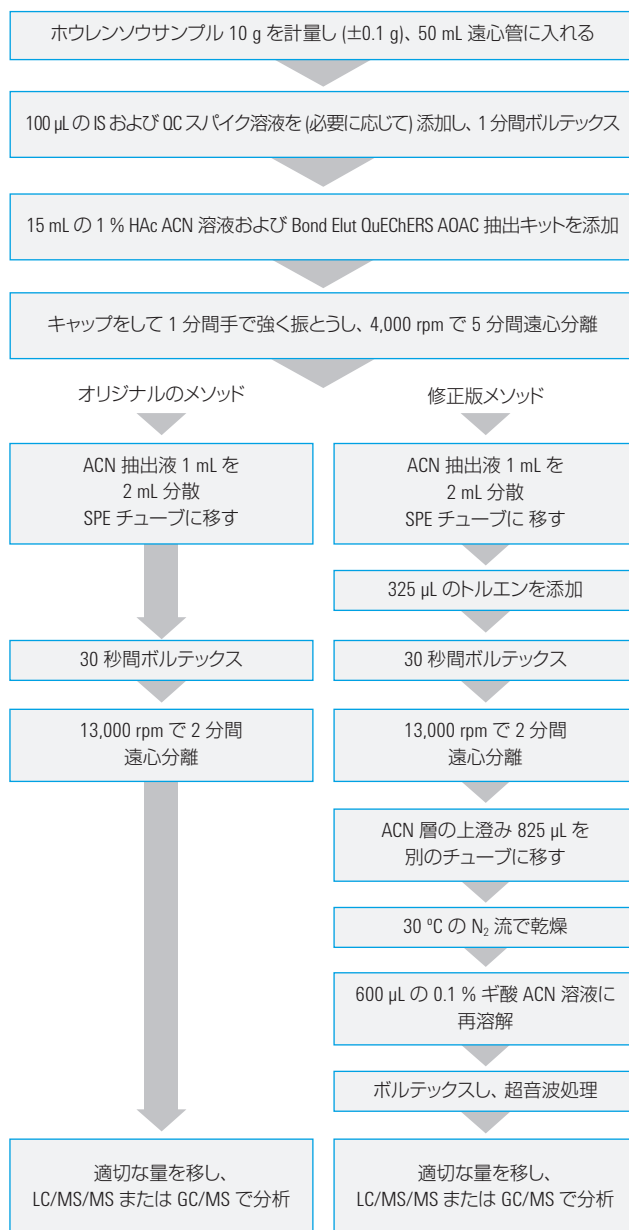


図 1. ホウレン草に含まれる残留農薬の QuEChERS EN 手順 (オリジナルの分散 SPE と修正版分散 SPE、2 mL サイズ)

結果

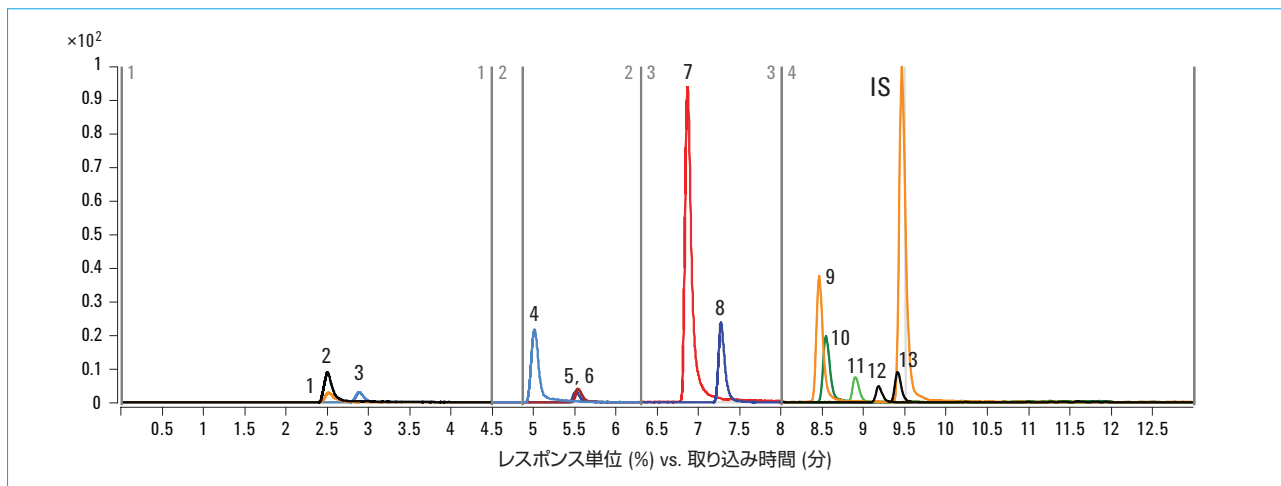


図 2. EN メソッドで処理したハウレン草マトリクスブランク (A) および 50 ng/g 添加したサンプル (B) の MRM クロマトグラム。ピーク番号 : 1.メタミドホス、2.アセフェート、3.ピメトロジン、4.カルベンダジム、5.イミダクロプリド、6.チアベンダゾール、7.プロボクスル、8.カルバリル、9.エトプロホス、10.イマザリル、11.ベンコナゾール、12.シプロジニル、13.クレンキシムメチル、IS : 内部標準、TPP。

表 1. 6 mL の分散 SPE チューブ (部品番号 5982-5356) による添加ハウレン草に含まれる農薬の回収率および再現性

対象化合物	10 ng/g 添加 QC		50 ng/g 添加 QC		200 ng/g 添加 QC	
	回収率	RSD (n=6)	回収率	RSD (n=6)	回収率	RSD (n=6)
メタミドホス	85.0	8.3	87.7	2.7	95.0	9.4
アセフェート	88.6	5.1	84.6	3.1	94.6	9.3
ピメトロジン*	68.7	3.7	65.7	1.5	71.9	10.8
カルベンダジム*	94.0	5.4	91.4	2.7	53.5	0.3
イミダクロプリド	102.0	8.9	85.4	6.1	100.1	7.7
チアベンダゾール*	77.2	4.4	77.6	2.4	79.2	9.7
プロボクスル	98.2	5.7	96.3	1.8	93.9	7.2
カルバリル	98.5	3.6	94.0	1.7	97.4	7.2
エトプロホス	102.3	6.0	95.3	1.7	91.0	6.8
イマザリル	88.8	6.4	86.8	2.8	93.5	7.7
ベンコナゾール	104.5	2.5	96.4	2.0	84.6	5.5
シプロジニル*	101.5	4.2	92.2	2.4	86.8	7.6
クレンキシムメチル	99.7	6.1	97.4	1.6	95.3	6.9

* 平面構造を持つ農薬

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 抽出キット、部品番号 5982-5650

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、色素を含む果物および野菜用、
部品番号 5982-5321 および 5982-5356

Agilent ZORBAX ソルベントセーバプラス Eclipse Plus フェニルヘキシル LC カラム、
3.0 x 150 mm、3.5 μm、部品番号 959963-312

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-4395JAJP を検索してください。

Agilent Bond Elut QuEChERS アクリルアミドキットおよび HPLC-DAD による 食用油中のアクリルアミドの測定 (文献番号 5990-5988EN)

はじめに

このアプリケーションでは、QuEChERS サンプル前処理アプローチを使用し、内部標準としてメタクリルアミドを用いて食用油中のアクリルアミドを分析する方法について説明します。アクリルアミドは、調理や加熱食品の副生成物として自然に生じます。アクリルアミドの回収率は 84 ~ 93.8 % です。

分析は、バイナリポンプと、210 nm に設定したダイオードアレイ検出器 (DAD) を備えた Agilent 1200 Infinity HPLC シリーズで行いました。

機器条件

HPLC 条件

カラム:	Agilent ZORBAX HILIC Plus, 4.6 × 50 mm, 3.5 μm
流量:	0.2 mL/min
カラム温度:	30 °C
注入量:	5 μL
移動相:	アイソクラティック溶離: A: 3 % 5 mM 酢酸 B: 97 % アセトニトリル
分析時間:	10 分
ポストタイム:	3 分
検出:	DAD (210 nm)

QuEChERS 手順

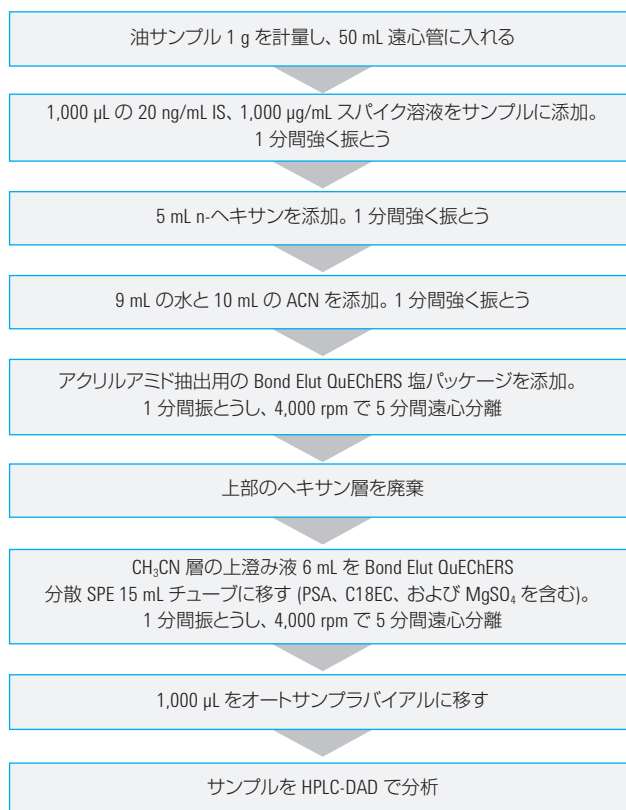


図 1. 食用油に含まれるアクリルアミドの QuEChERS サンプル前処理手順



結果

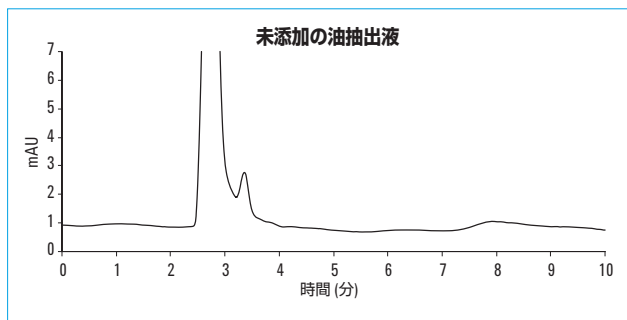


図 2. ブランクの油抽出液のクロマトグラム

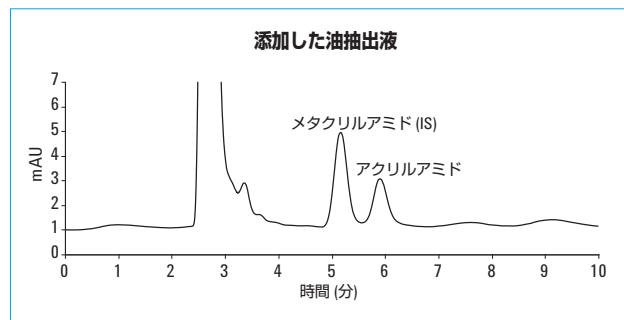


図 3. 添加した油抽出液のクロマトグラム

表 1. 油サンプル中のアクリルアミドの回収率と RSD (n=6)

濃度 (ng/mL)	% 回収率 (n=6)	%RSD (n=6)
500	84.0	3.2
1,000	93.8	2.2
2,000	92.2	1.5

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS 抽出キット、アクリルアミド用、部品番号 5982-5850

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 分散 SPE キット、部品番号 5982-5156

Agilent ZORBAX HILIC Plus カラム、4.6 × 50 mm、3.5 μm、部品番号 959943-901

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-5988EN を検索してください。

Agilent Bond Elut QuEChERS 抽出キットおよび

Agilent 5975T LTM GC/MSD による結実野菜中農薬の盲検試験

(文献番号 5990-6323JAJP)

はじめに

このアプリケーションでは、QuEChERS EN サンプル前処理アプローチを使用して、結実野菜に含まれる対象農薬を同定する方法について説明します。チェリートマトやキュウリを農薬マトリックスとして使用しました。分析は、Agilent 7693 オートサンプラを備えた Agilent 5975T LTM GC/MSD システムで行いました。RTL ソフトウェアは Agilent MSD ChemStation の機能です。

機器条件

機器

カラム:	Agilent J&W HP-5ms LTM、 30 m × 0.25 mm、0.25 μm
ガードカラム:	分析カラムと同じ相の 1 m カラムを注入口に接続
GCMS システム:	5975T LTM
注入口:	スプリット/スプリットレス
オートサンプラ:	Agilent 7693

実験条件

注入口温度:	280 °C
注入量:	1 μL
注入モード:	スプリットレス
キャリアガス:	ヘリウム
ヘッド圧力:	26.878 psi、定圧モード
メソッド:	クロルピリホスメチルを 16.593 分に RT ロック
LTM オープン温度:	70 °C (2 分間)、 25 °C/min で 70 ~ 150 °C (0 分間)、 3 °C/min で 150 ~ 200 °C (0 分間)、 8 °C/min で 200 ~ 280 °C (10 分間)
トランスファーライン温度:	270 °C
MSD インタフェース:	270 °C
イオン源:	230 °C
四重極温度:	150 °C
イオン化モード:	EI
スキャンモード:	フルスキャン、50 ~ 550 u
EMV モード:	ゲイン係数
ゲイン係数:	5.00
EM 電圧:	1129 V
溶媒待ち時間:	3 分

QuEChERS 手順

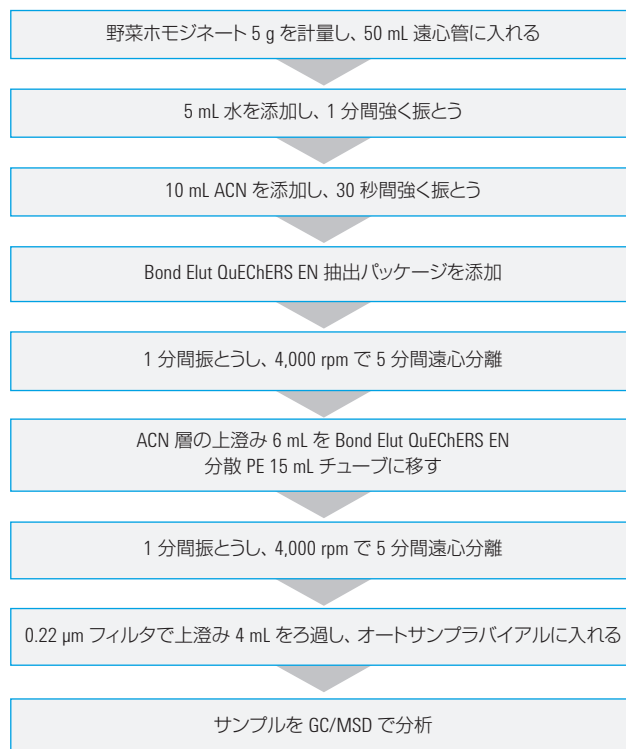


図 1. 結実野菜に含まれる農薬の QuEChERS EN 手順

結果

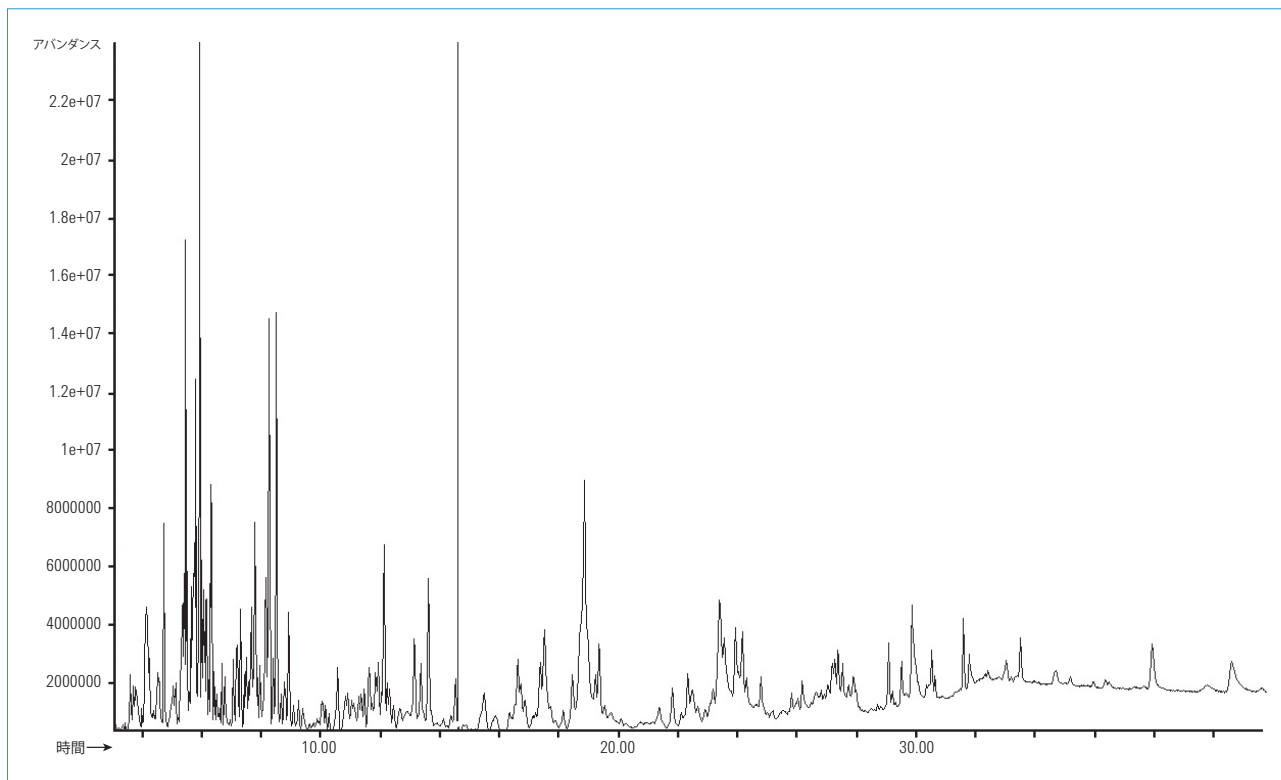


図 2. チェリートマトに添加した MA 0.2 ~ 1.0 µg/g の農薬。DRS ソフトウェアにより、すべてのターゲット農薬を 2 分以内で検出できました。



このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 抽出キット、部品番号 5982-5650

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 分散 SPE キット、部品番号 5982-5156

Agilent J&W HP-5ms LTM カラム、30 m x 0.25 mm、0.25 µm、部品番号 29091S-433LTM

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-6323JAJP を検索してください。

Agilent Bond Elut QuEChERS EN キットを使用した LC/MS/MS 検出による緑茶中の残留農薬の分析 (文献番号 5990-6400JAJP)

はじめに

このアプリケーションでは、QuEChERS EN サンプル前処理アプローチを使用して、緑茶中のさまざまなクラスの農薬を代表する 12 種類の残留農薬を抽出し、クリーンアップする方法について説明します。緑茶は高濃度のクロロフィルが含まれるため、色素含有量の多いサンプルと見なされます。対象農薬の有無の測定は、液体クロマトグラフィと、MRM モードで動作するエレクトロスプレーイオン化を使用した Agilent 6410 トリプル四重極 MS システムに結合された 1200 Infinity シリーズを使用して行いました。平均回収率は 87 ~ 108 % でした (平均で 93.5 %)。

機器条件

HPLC 条件

カラム:	Agilent Poroshell 120 EC-C18、 2.1 × 100 mm、2.7 μm、 (部品番号 695775-902)	
流量:	0.4 mL/min	
カラム温度:	30 °C	
注入量:	10 μL	
移動相:	A : 5 mM ギ酸 水溶液 B : 5 mM ギ酸 ACN 溶液	
ニードル洗浄:	1:1:1:1 ACN/MeOH/IPA/H ₂ O、0.2 % ギ酸を含む	
グラジエント:	時間 (分)	% アセトニトリル
	0	5
	1	5
	3	50
	7	90
	8	90
	8.2	5
	9	5

ポストラン: 2 分
合計サイクルタイム: 11 分

MS 条件

ポジティブモード

ガス温度:	350 °C
ガス流量:	10 L/min
ネブライザ:	40 psi
キャピラリー:	3,500 V

QuEChERS 手順

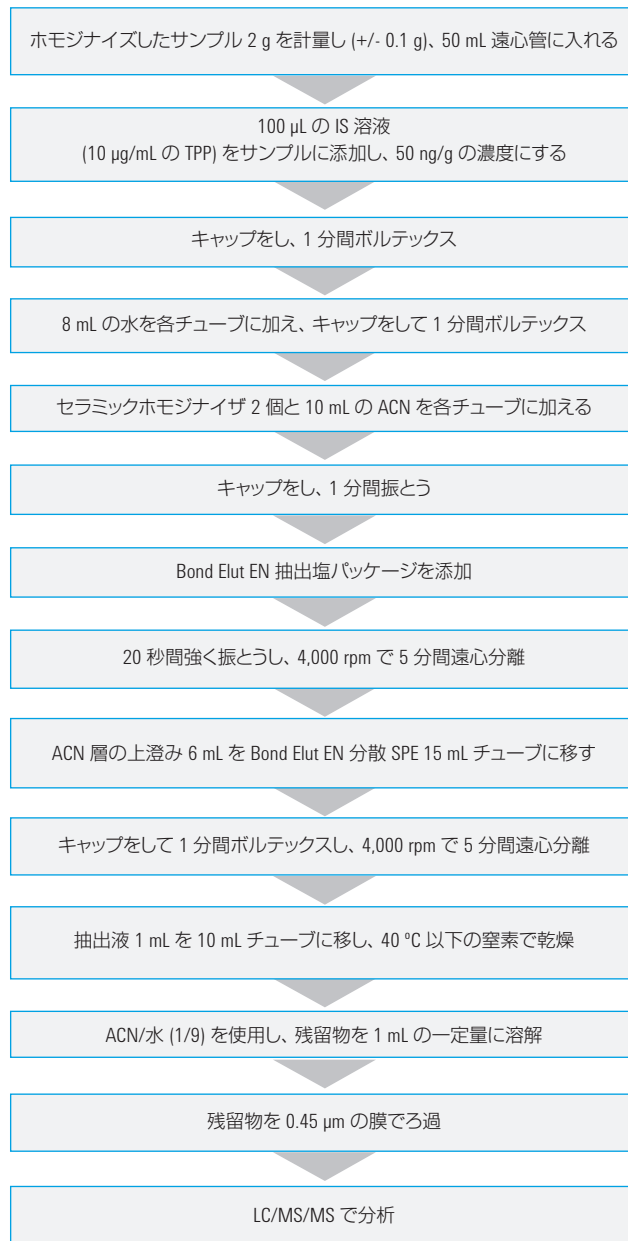


図 1 緑茶に含まれる農薬の QuEChERS EN 手順

結果

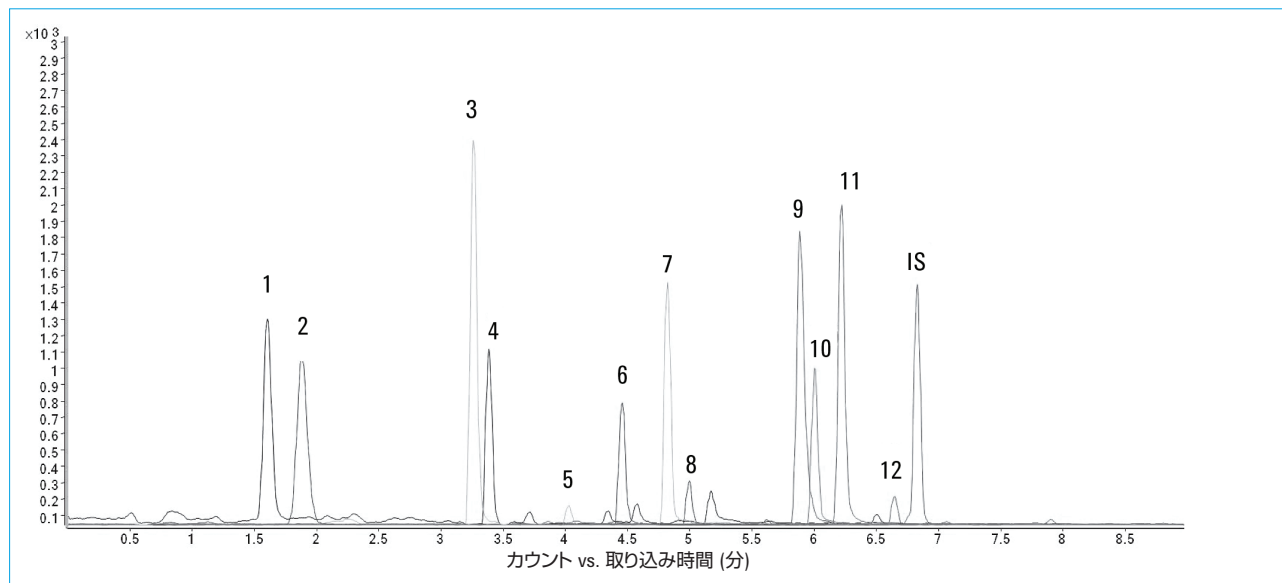


図 2.E N メソッドにより処理された 50 ng/g 添加サンプルの MRM クロマトグラムピーク番号 : 1.アセフェート, 2.ピメトロジン, 3.カルベンダジム, 4.チアベンダゾール, 5.イミダクロプリド, 6.イマザリル, 7.プロボクスル, 8.カルバリル, 9.シプロジニル, 10.エトプロホス, 11.ベンコナゾール, 12.クレソキシムメチル, IS : TPP

表 1. Agilent Bond Elut QuEChERS を使用した添加済み緑茶中の農薬の回収率と再現性

対象化合物	10 ng/g 添加 QC		50 ng/g 添加 QC		200 ng/g 添加 QC	
	回収率	RSD (n=6)	回収率	RSD (n=6)	回収率	RSD (n=6)
アセフェート	80.5 %	5.4 %	91.7%	2.9 %	88.9 %	8.2 %
ピメトロジン	43.1 %	3.0 %	42.2 %	3.4 %	43.4 %	9.8 %
カルベンダジム	114.6 %	11.6 %	97.6 %	2.0 %	105.0 %	6.2 %
チアベンダゾール	98.1 %	6.9 %	90.4 %	2.4 %	81.7 %	5.8 %
イミダクロプリド	104.3 %	11.7 %	108.6 %	2.5 %	93.9 %	7.9 %
イマザリル	97.5 %	4.4 %	87.8 %	5.6 %	92.4 %	4.6 %
プロボスキル	98.1 %	2.4 %	110.2 %	1.7 %	107.8 %	3.9 %
カルバリル	89.7 %	11.4 %	104.9 %	3.3 %	108.1 %	5.2 %
シプロジニル	84.9 %	2.1 %	92.5 %	3.7 %	93.9 %	5.5 %
エトプロホス	103.4 %	3.1 %	111.2 %	3.2 %	104.9 %	5.7 %
ベンコナゾール	108.7 %	2.9 %	94.3 %	4.5 %	89.8 %	3.3 %
クレソキシムメチル	105.7 %	12.4 %	96.4 %	2.5 %	99.2 %	5.5 %

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 抽出キット、部品番号 5982-5650

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、色素を含む果物および野菜用、部品番号 5982-5356

Agilent Poroshell 120 EC-C18 カラム、2.1 x 100 mm、2.7 μm、部品番号 695775-902

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-6400JAJP を検索してください。

Agilent Poroshell 120 LC カラムを使用した Agilent 1290 Infinity LC と、サンプル前処理用の Agilent Bond Elut QuEChERS によるエビ中のホルモンの測定 (文献番号 5990-6589EN)

はじめに

このアプリケーションでは、QuEChERS EN サンプル前処理アプローチを使用して、エビに含まれる 13 種類のホルモンを抽出する方法について説明します。エビに含まれるホルモンの測定メソッドは、Agilent Poroshell 120 EC-C18 カラムを使用した Agilent 1290 Infinity LC で開発しました。メソッドの回収率は 91.6 ~ 107.2 % です。

機器条件

HPLC 条件

カラム:	Agilent Poroshell 120 EC-C18, 3.0 x 100 mm, 2.7 μ m (部品番号 695975-302)		
機器:	Agilent 1290 Infinity LC, DAD 検出器を使用		
流量:	0.8 mL/min		
カラム温度:	30 $^{\circ}$ C		
注入量:	10 μ L		
検出波長:	230 nm		
移動相:	水 - アセトニトリルグラジエント		
グラジエント:	時間 (分)	% 水	% アセトニトリル
	0	80	20
	6	50	50
	8	10	90

QuEChERS 手順

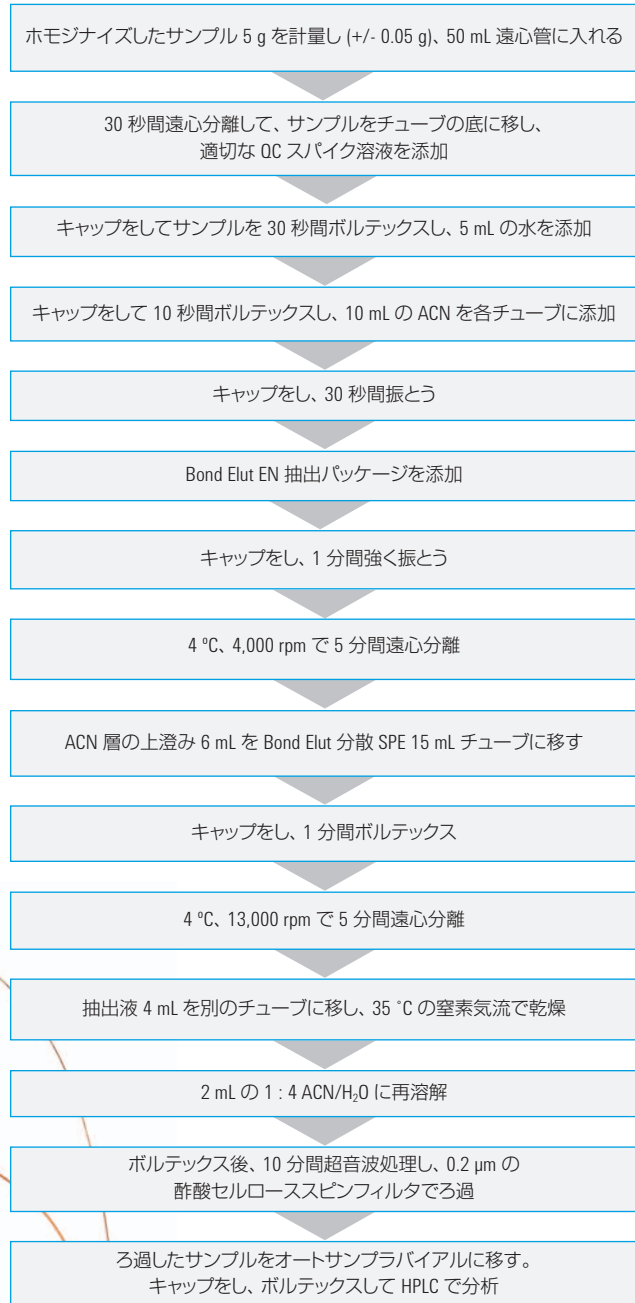


図 1. エビに含まれるホルモンの QuEChERS EN 手順

結果

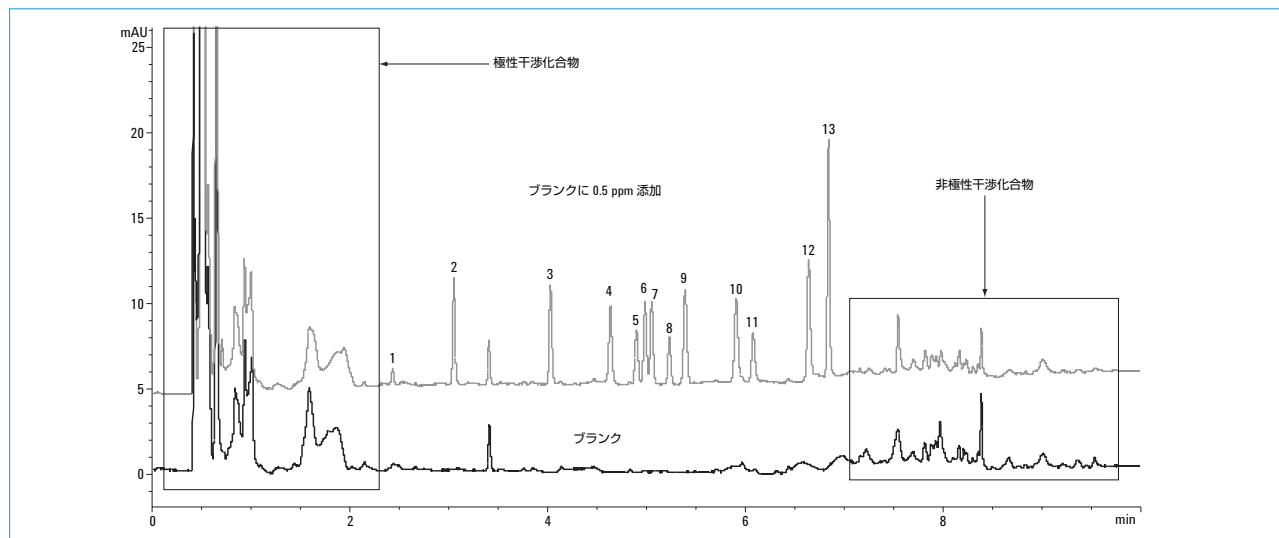


図 2. ブランクサンプルと 0.5 ppm 添加したブランクサンプルのクロマトグラム

表 1. エビに含まれるホルモンの測定用に開発した QuEChERS メソッドの回収率と再現性

対象化合物	濃度	回収率 (%)	% RSD (n=6)
エストリオール	0.5	107.2	3.5
	10	98.2	0.98
プレドニゾン	0.5	97.6	2.3
	10	101.7	0.58
デキサメタゾン	0.5	101.8	0.96
	10	96.1	1.2
ボルデノン	0.5	98.9	1.5
	10	96.2	1.8
ヒドロコルチゾン	0.5	103.5	1.5
	10	92.3	0.23
酢酸フルドコルチゾン	0.5	104.3	1.9
	10	91.8	0.17
メタンジエノン	0.5	100.0	1.4
	10	95.6	0.25
エストラジオール	0.5	99.4	1.3
	10	97.8	0.54
テストステロン	0.5	98.0	0.85
	10	98.2	0.15
メチルテストステロン	0.5	97.1	0.99
	10	92.1	0.63
エストロン	0.5	103.4	1.2
	10	92.5	0.68
ジエチルスチルベストール	0.5	100.9	1.9
	10	97.3	0.79
ヘキセストール	0.5	98.5	1.6
	10	91.6	0.81

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 抽出キット、部品番号 5982-5650

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、肉中の残留薬物用、15 mL、部品番号 5982-4956

Agilent Poroshell 120 EC-C18 カラム、3.0 x 100 mm、2.7 μm、部品番号 695975-302

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-6589EN を検索してください。

Bond Elut QuEChERS 抽出キットと

Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート GC カラムを用いた米中の 残留農薬の分析 (文献番号 5990-8108JAJP)

はじめに

このアプリケーションでは、QuEChERS EN サンプル前処理アプローチを使用して、米に含まれる、GC で測定可能なさまざまなクラスの 57 種類の残留農薬を抽出し、クリーンアップする方法について説明します。アジレントでは、962 種類の農薬、代謝物、および疑わしい内分泌かく乱物質を含む GC および GC/MS RTL データベース (部品番号 G1672AA) を開発しました。実験は、5975C 不活性 MSD と Agilent 7683 オートサンプラ (ALS) を備えた Agilent 7890 GC で行いました。化合物の分離は Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート GC カラムで行いました。ほとんどの回収率は 80 ~ 110 % でした。

機器条件

GC 条件

カラム:	Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート、 30 m × 0.25 mm、0.25 μm (部品番号 19091S-433UI)
注入口温度:	250 °C
キャリアガス:	ヘリウム、定圧モード
リテンションタイムロッキング:	クロルピリホスメチルを 16.596 分にロック
注入モード:	スプリットレス、0.75 分でパージ流量 50 mL/min
注入量:	1 μL
オープン:	70 °C (2 分間)、25 °C/min で 70 ~ 150 °C (0 分間)、3 °C/min で 150 ~ 200 °C、8 °C/min で 200 ~ 280 °C (10 分間)、ポストラン: 320 °C (5 分)

MS 条件

溶媒待ち時間:	4 分
MS 温度:	230 °C (イオン源)、150 °C (四重極)
トランスファーライン:	280 °C
MS ライブラリ:	Agilent RTL 農薬ライブラリ (G1672AA) および NIST08 質量分析ライブラリ
MS:	EI、SIM/スキャン
スキャンモード:	質量範囲 (50 ~ 550 amu)

QuEChERS 手順

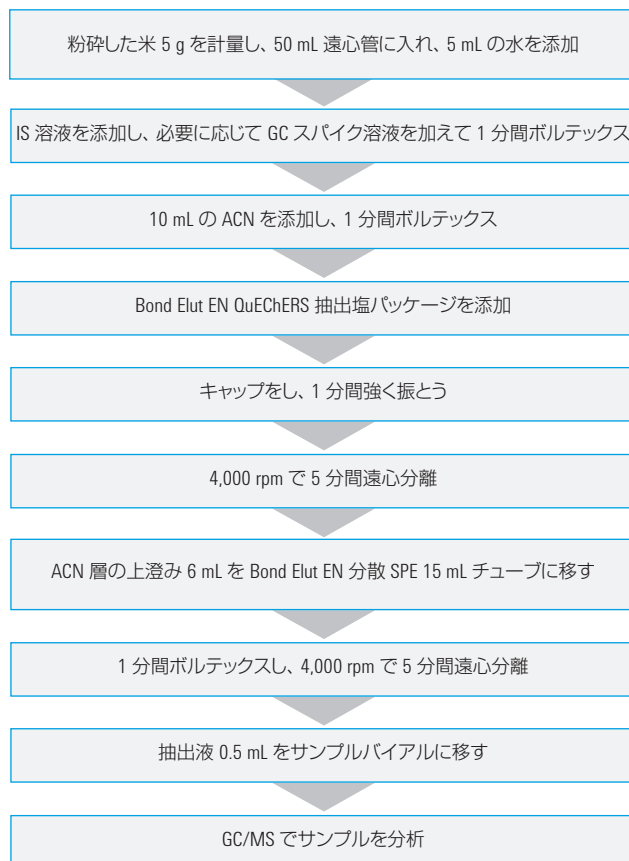


図 1. 米に含まれる農薬の Agilent Bond Elut QuEChERS EN 抽出手順

結果

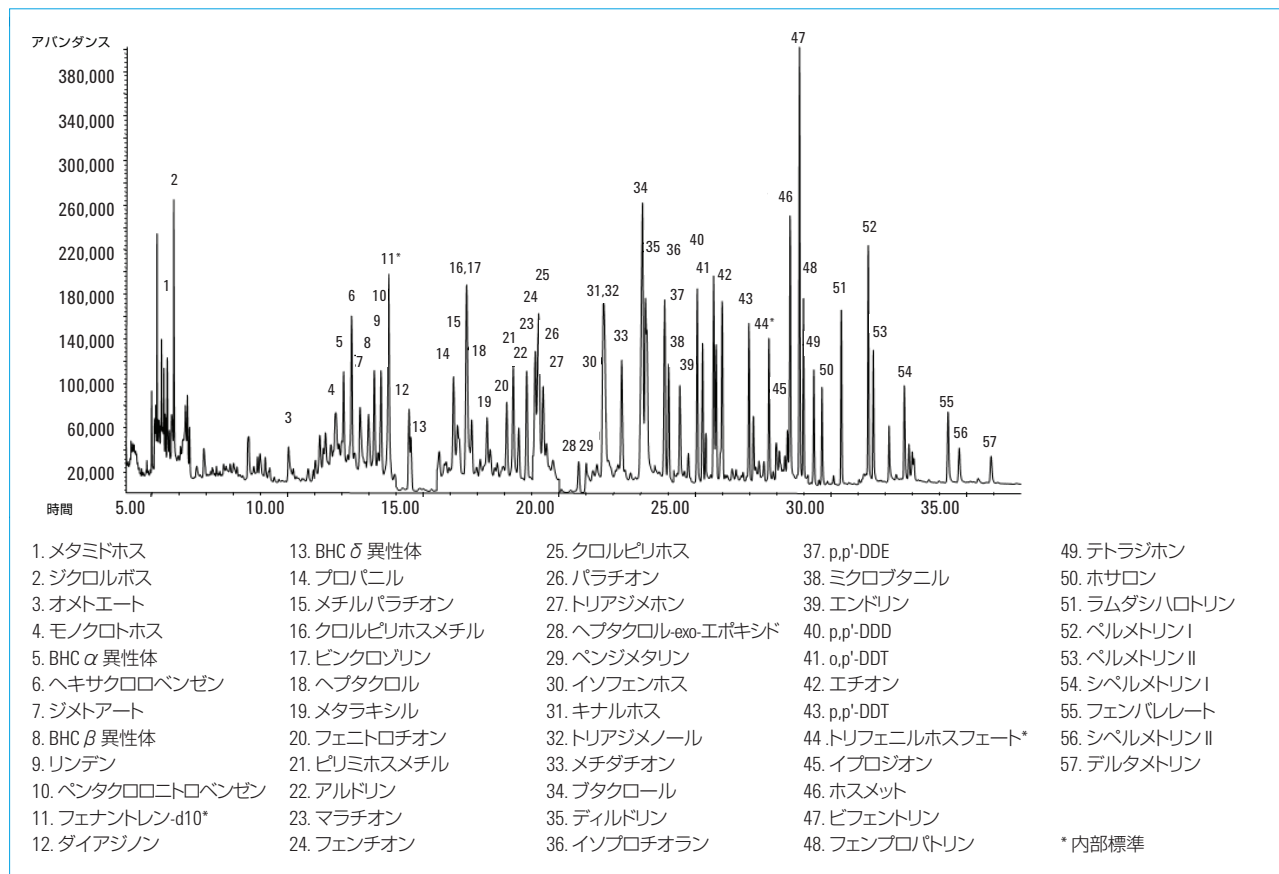


図 2. 200 ng/mL で米に含まれる農薬のトータルイオンクロマトグラム (TIC)



このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 抽出キット、部品番号 5982-5650

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、部品番号 5982-5156

Agilent J&W HP-5ms ウルトライナートカラム、30 m x 0.25 mm、0.25 μ m、部品番号 19091S-433UI

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-8108JAJP を検索してください。

AOAC メソッド

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC キットを用いた LC/MS/MS 検出によるリンゴ中残留農薬の分析 (文献番号 5990-3937EN)

はじめに

このアプリケーションノートでは、公認分析化学者協会 (AOAC) 公式メソッド 2007.01 で定められた QuEChERS サンプル前処理アプローチを用いて、リンゴに含まれる 16 種類の残留農薬を抽出および精製する手法を紹介しています。

本アプリケーションノートで得られた 5 ng/g というリンゴ中農薬の定量下限 (LOQ) は、最大残留限界値 (MRL) を大きく下回っています。回収実験の添加量は、10、50、200 ng/g でした。平均回収率は 76 ~ 117 % (平均 95.4 %) で、RSD は 15 % を下回りました (平均 4.3 %)。



機器条件

HPLC 条件

カラム:	Agilent ZORBAX ソルベントセーバプラス Eclipse Plus フェニルヘキシル LC カラム、 3.0 x 150 mm、3.5 μm (部品番号 959963-312)																								
流量:	0.3 または 0.5 mL/min																								
カラム温度:	30 °C																								
注入量:	10 μL																								
移動相:	A : 5 mM NH ₄ OAc、pH 5.0、 20 : 80 MeOH/H ₂ O 中 B : 5 mM NH ₄ OAc、pH 5.0、ACN 中																								
ニードル洗浄:	1:1:1:1 ACN/MeOH/IPA/H ₂ O (0.2 % ギ酸)																								
グラジエント:	<table><thead><tr><th>時間 (分)</th><th>% B</th><th>流量 (mL/min)</th></tr></thead><tbody><tr><td>0</td><td>20</td><td>0.3</td></tr><tr><td>0.5</td><td>20</td><td>0.3</td></tr><tr><td>8.0</td><td>100</td><td>0.3</td></tr><tr><td>10.0</td><td>100</td><td>0.3</td></tr><tr><td>10.01</td><td>20</td><td>0.5</td></tr><tr><td>12.0</td><td>100</td><td>0.5</td></tr><tr><td>13.0</td><td>終了</td><td></td></tr></tbody></table>	時間 (分)	% B	流量 (mL/min)	0	20	0.3	0.5	20	0.3	8.0	100	0.3	10.0	100	0.3	10.01	20	0.5	12.0	100	0.5	13.0	終了	
時間 (分)	% B	流量 (mL/min)																							
0	20	0.3																							
0.5	20	0.3																							
8.0	100	0.3																							
10.0	100	0.3																							
10.01	20	0.5																							
12.0	100	0.5																							
13.0	終了																								
ポストラン:	4 分																								
合計サイクルタイム:	17 分																								

MS 条件

ポジティブモード

ガス温度:	350 °C
ガス流量:	10 L/min
ネブライザ:	40 psi
キャピラリ:	4,000 V

QuEChERS 手順

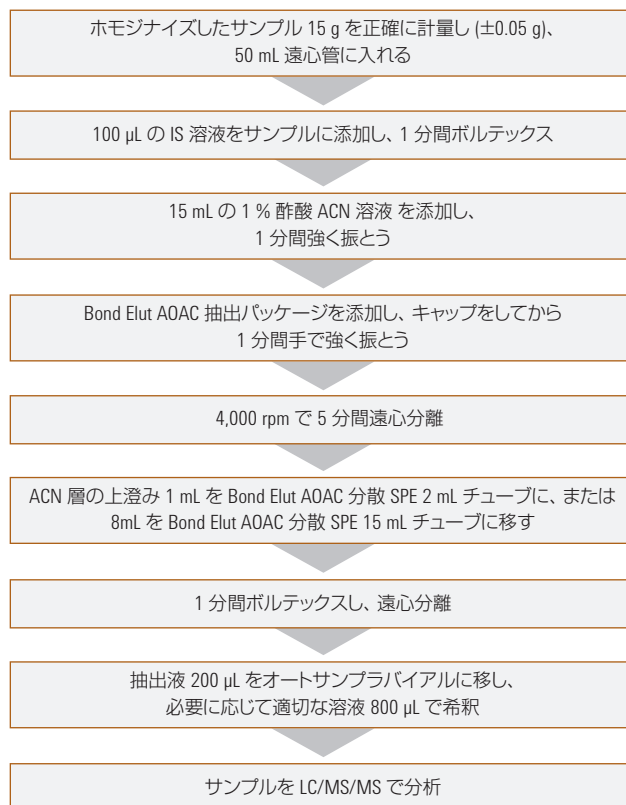


図 1. リンゴに含まれる農薬の QuEChERS AOAC サンプル前処理手順

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS バッファあり AOAC 抽出キット、部品番号 5982-5755

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、一般的な果物および野菜用、
2 mL、部品番号 5982-5022 または 15 mL、部品番号 5982-5058

Agilent ZORBAX ソルベントセーバプラス Eclipse Plus フェニルヘキシル LC カラム、
3.0 x 150 mm、3.5 μm、部品番号 959963-312

結果

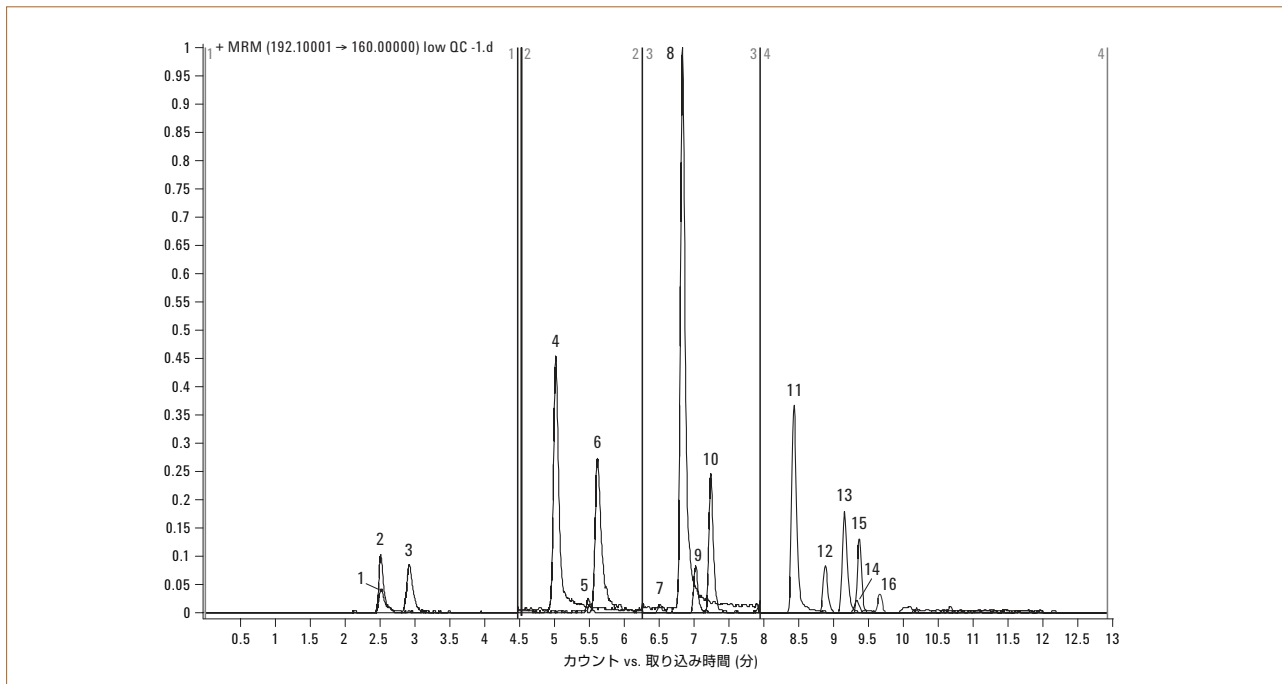


図 2. 10 ng/g 添加リンゴ抽出液のクロマトグラム。ピーク番号 : 1.メタミドホス、2.アセフェート、3.ピメトロジン、4.カルベンダジム、5.イミダクロプリド、6.チアベンダゾール、7.ジクロルボス、8.プロボスキル、9.チオファネートメチル、10.カルバリル、11.エトプロホス、12.ベンコナゾール、13.シプロジニル、14.ジクロフルアニド、15.クレンキシムメチル、16.トリフルアニド

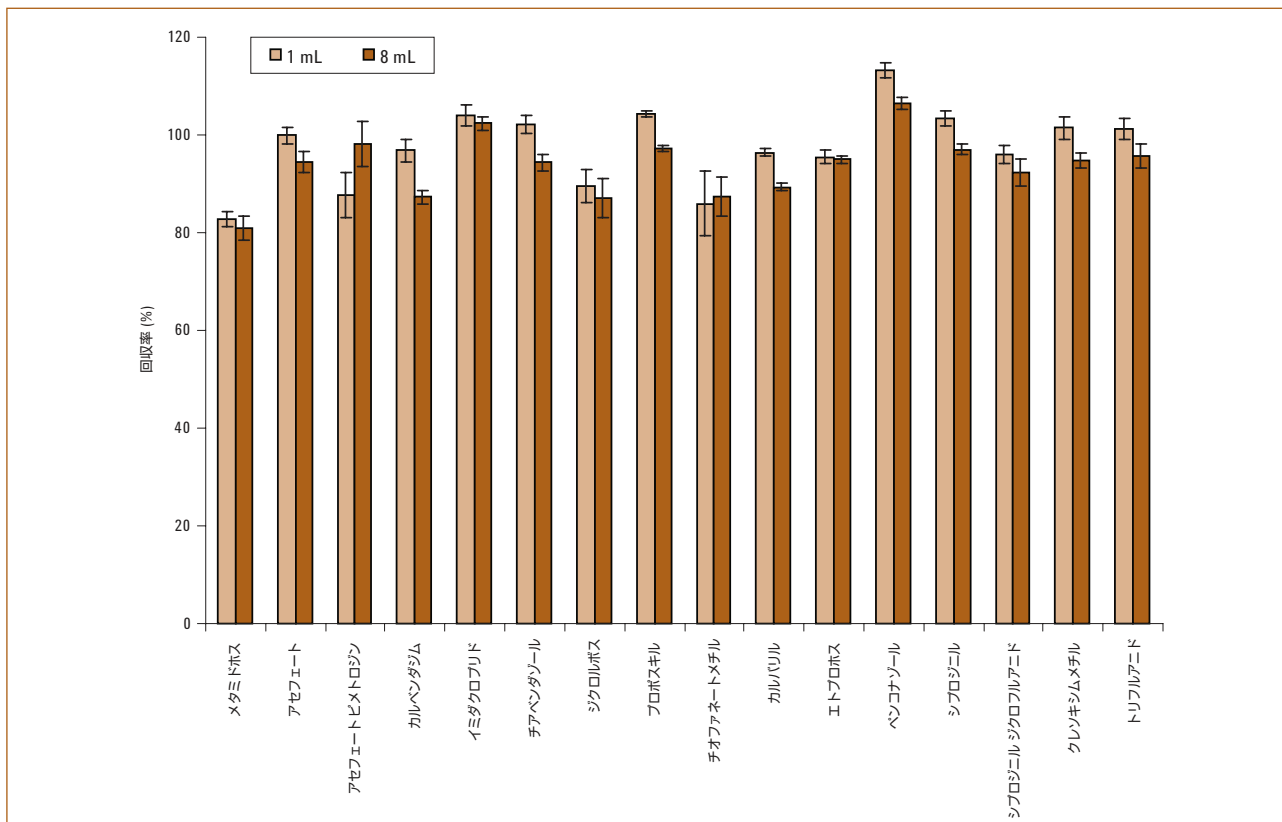


図 3. 1 mL 分散 SPE と 8 mL 分散 SPE の結果の比較

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-3937EN を検索してください。

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC キットを使用した GC/MS によるリンゴ中の残留農薬分析 (文献番号 5990-4068JAJP)

はじめに

このアプリケーションでは、QuEChERS サンプル前処理アプローチを使用して、リンゴに含まれる、GC で分析可能なさまざまなクラスの 17 種類の残留農薬を抽出し、クリーンアップする方法について説明します。リンゴ抽出液に含まれる目的の農薬の分析には、選択イオンモニタリング (SIM) モードのガスクロマトグラフィ / 質量分析法 (GC/MS) を使用しました。

機器条件

GC 条件

カラム:	Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート、 30 m x 0.25 mm、0.25 μ m (部品番号 19091S-433UI)
オートサンプラ:	Agilent 7683 オートサンプラ
注入口:	スプリットレス
キャリアガス:	ヘリウム、定圧
リテンションタイムロッキング:	クロルピリホスメチルを 16.596 分にロック (標準カラムヘッド圧力 = 22.0 psi)
オープン温度 プログラム:	70 $^{\circ}$ C (2 分間)、25 $^{\circ}$ C/min で 70 ~ 150 $^{\circ}$ C (0 分間)、 3 $^{\circ}$ C/min で 150 ~ 200 $^{\circ}$ C (0 分間)、8 $^{\circ}$ C/min で 200 ~ 280 $^{\circ}$ C (11.5 分間)
注入量:	1.0 μ L

MS 条件

チューニングファイル:	Atune.u
モード:	SIM (設定の詳細はアプリケーションノートの 表 2 を参照)
イオン源、四重極、 トランスファーライン温度:	それぞれ 230 $^{\circ}$ C、150 $^{\circ}$ C、280 $^{\circ}$ C
溶媒待ち時間:	3 分
マルチプライヤ電圧:	オートチューン電圧

QuEChERS 手順

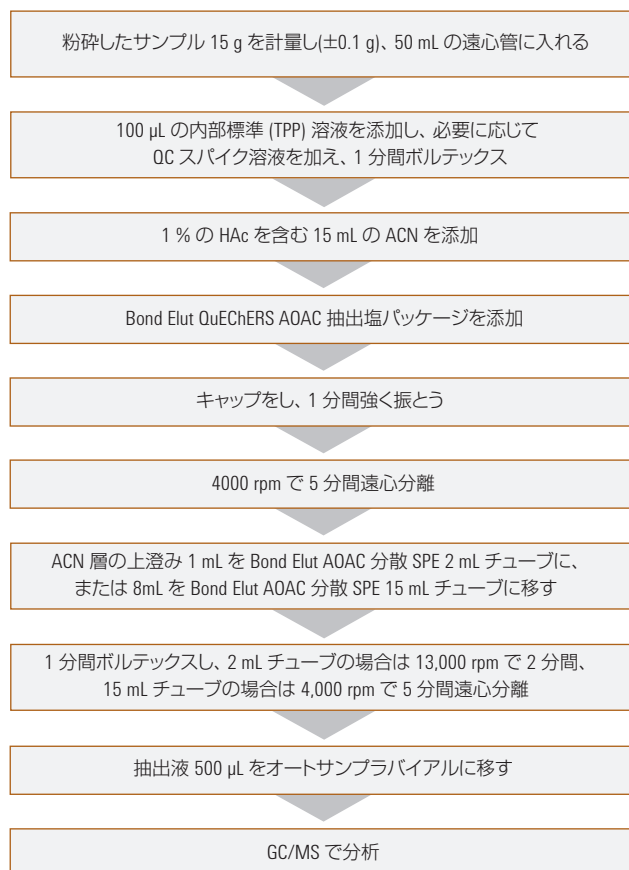


図 1. リンゴに含まれる残留農薬の Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 抽出手順

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS バッファあり AOAC 抽出キット、部品番号 5982-5755

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、一般的な果物および野菜用、
2 mL、部品番号 5982-5022 または 15 mL、部品番号 5982-5058

Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート GC カラム、30 m x 0.25 mm、0.25 μ m、部品番号 19091S-433UI

結果

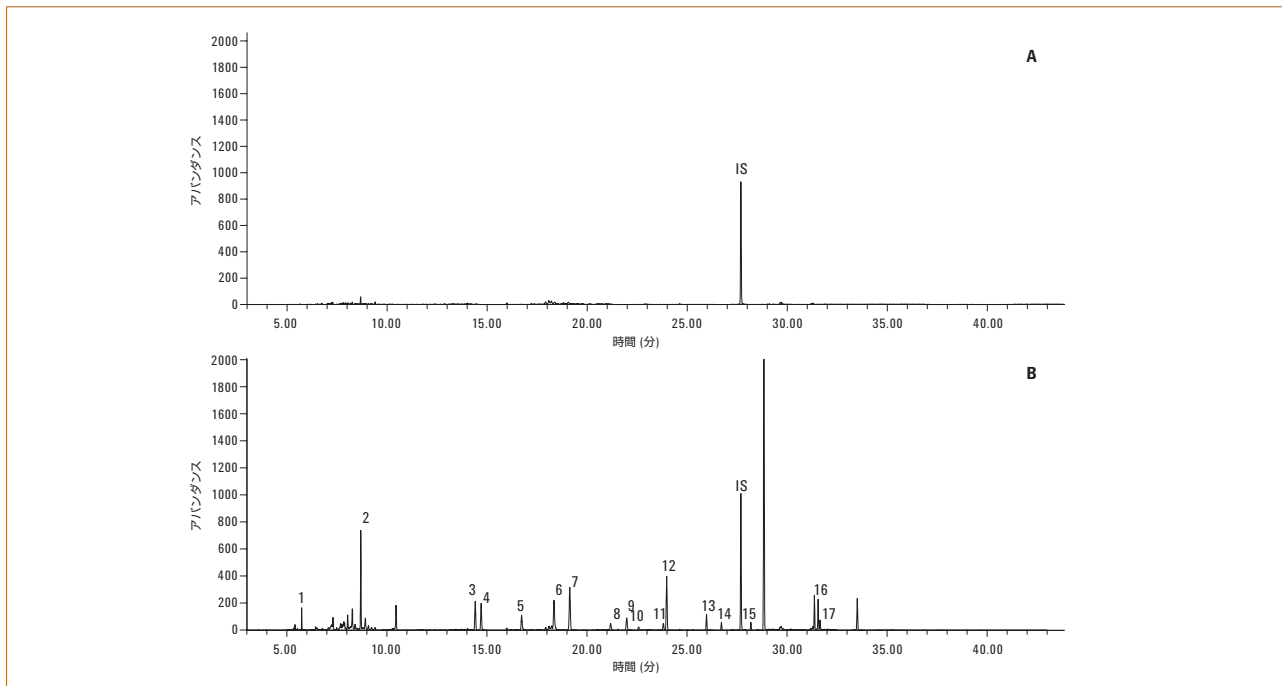


図 2. リンゴ抽出液の GC/MS クロマトグラム。(A) リンゴ抽出液のブランク、(B) 50 ng/g 添加リンゴ抽出液。ピーク番号：1.ジクロロボス、2.o-フェニルフェノール、3.ダイアジノン、4.クロロタロニル、5.カルバリル、6.ジクロフルアニド、7.ジクロロベンゾフェノン、8.フォルベット、9.α-クルルデン、10.エンドスルファン、11.ディルドリン、12.DDE、13.エチオン、14.硫酸エンドスルファン、15.エンドリンケトン、16.ペルメトリン、17.クマホス。IS：リン酸トリフェニル (TPP)

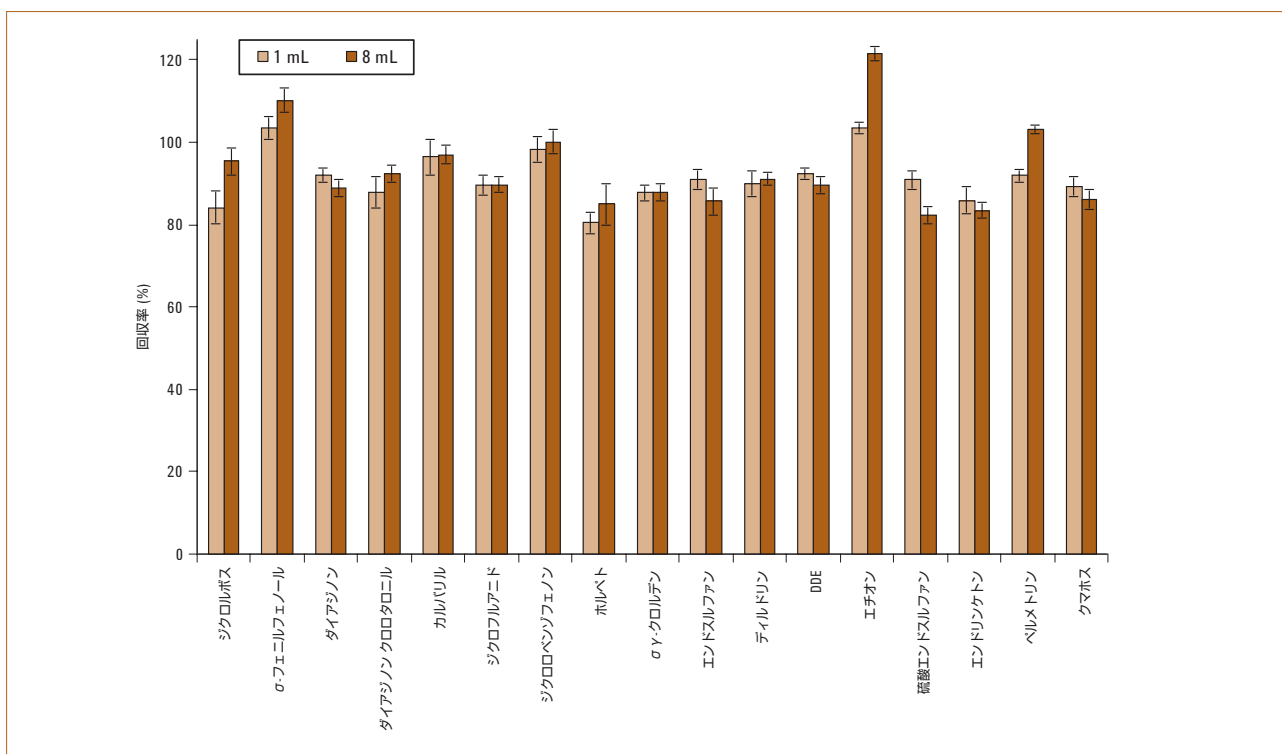


図 3. Agilent Bond Elut 分散 SPE の 2 mL と 15 mL のキットを使用した、サンプル抽出量が 1 mL と 8 mL の場合の優れた回収率と精度

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-4068JAJp を検索してください。

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC キットを使用した GC/MS による ホウレン草中の残留農薬分析 (文献番号 5990-4305JAJP)

はじめに

このアプリケーションでは、QuEChERS AOAC サンプル前処理アプローチを使用して、ホウレン草に含まれる、GC で測定可能なさまざまなクラスの 18 種類の残留農薬を抽出し、クリーンアップする方法について説明します。分散 SPE に含まれるグラファイトカーボンブラック (GCB) により、平面構造を持つ農薬が著しく失われる問題に対処するために、トルエンを添加した修正版メソッドを使用しました。ホウレン草抽出液に含まれる目的の農薬の分析には、選択イオンモニタリング (SIM) モードのガスクロマトグラフィ/質量分析法 (GC/MS) を使用し、回収率および再現性に関して、このメソッドを検証しました。

機器条件

GC 条件

カラム:	Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート、 15 m x 0.25 mm、0.25 μm (部品番号 19091S-431UI)
注入口:	スプリットレス
注入口ライナ:	ヘリックスダブルテーパー、不活性処理済み (部品番号 5188-5398)
キャリアガス:	ヘリウム
注入口圧力:	分析時 19.6 psi (定圧モード)、 バックフラッシュ時 1.0 psi
注入口温度:	250 °C
注入量:	1.0 μL
スプリットベントへのパージ流量:	0.75 分で 30 mL/min
オープン温度プログラム:	70 °C (1 分間)、50 °C/min で 70 ~ 150 °C (0 分間)、 6 °C/min で 150 ~ 200 °C (0 分間)、16 °C/min で 200 ~ 280 °C (6 分間)
ポストラン:	3 分
キャピラリーフローテクノロジー:	パージ付き Ultimate ユニオン (部品番号 G3186B) – 分析カラムと注入口の バックフラッシュに使用
Aux EPC ガス:	パージ付き Ultimate ユニオンに配管された ヘリウム
Aux EPC 圧力:	分析時 4.0 psi、バックフラッシュ時 80.0 psi
接続部:	注入口とパージ付き Ultimate ユニオンの間 (部品番号 G3186B)
リストリクタ:	65 cm x 0.15 mm、0.15 μm DB-5ms ウルトラライナート
接続部:	パージ付き Ultimate ユニオンと MSD の間

MS 条件

チューニングファイル	Atune.u
モード	SIM
イオン源、四重極、 トランスファーライン温度:	それぞれ、230 °C、150 °C、280 °C
溶媒待ち時間	2.30 分
マルチプライヤ電圧	オートチューン電圧

QuEChERS 手順

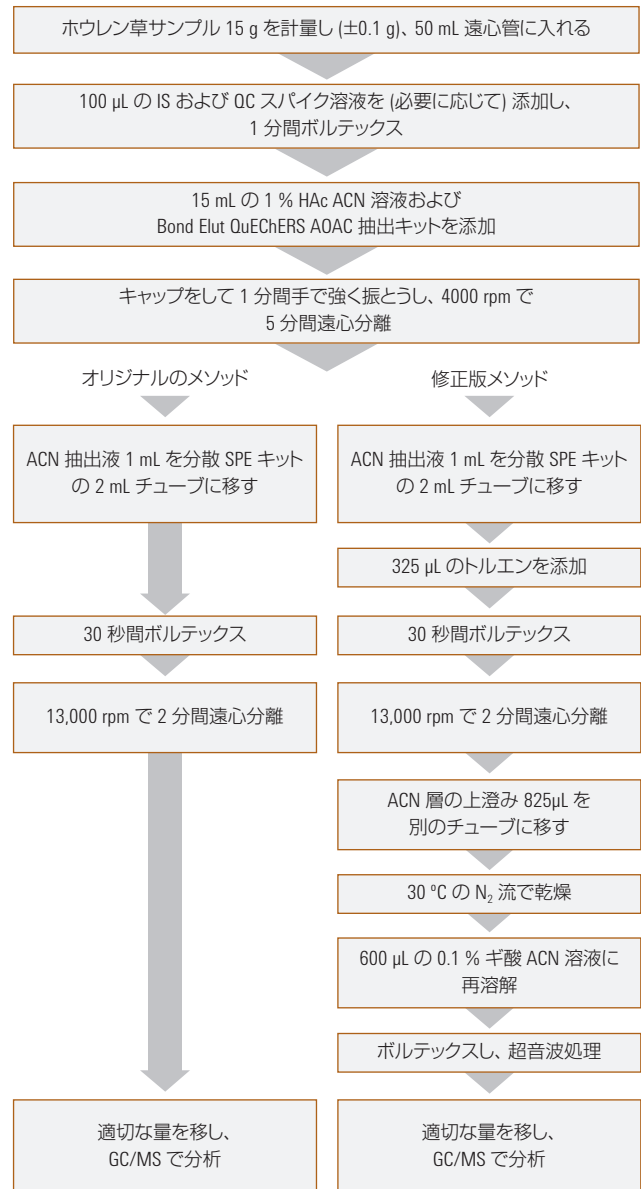


図 1. ホウレン草サンプルの QuEChERS AOAC 抽出手順 (オリジナルの分散 SPE および修正版分散 SPE、2 mL サイズ)

結果

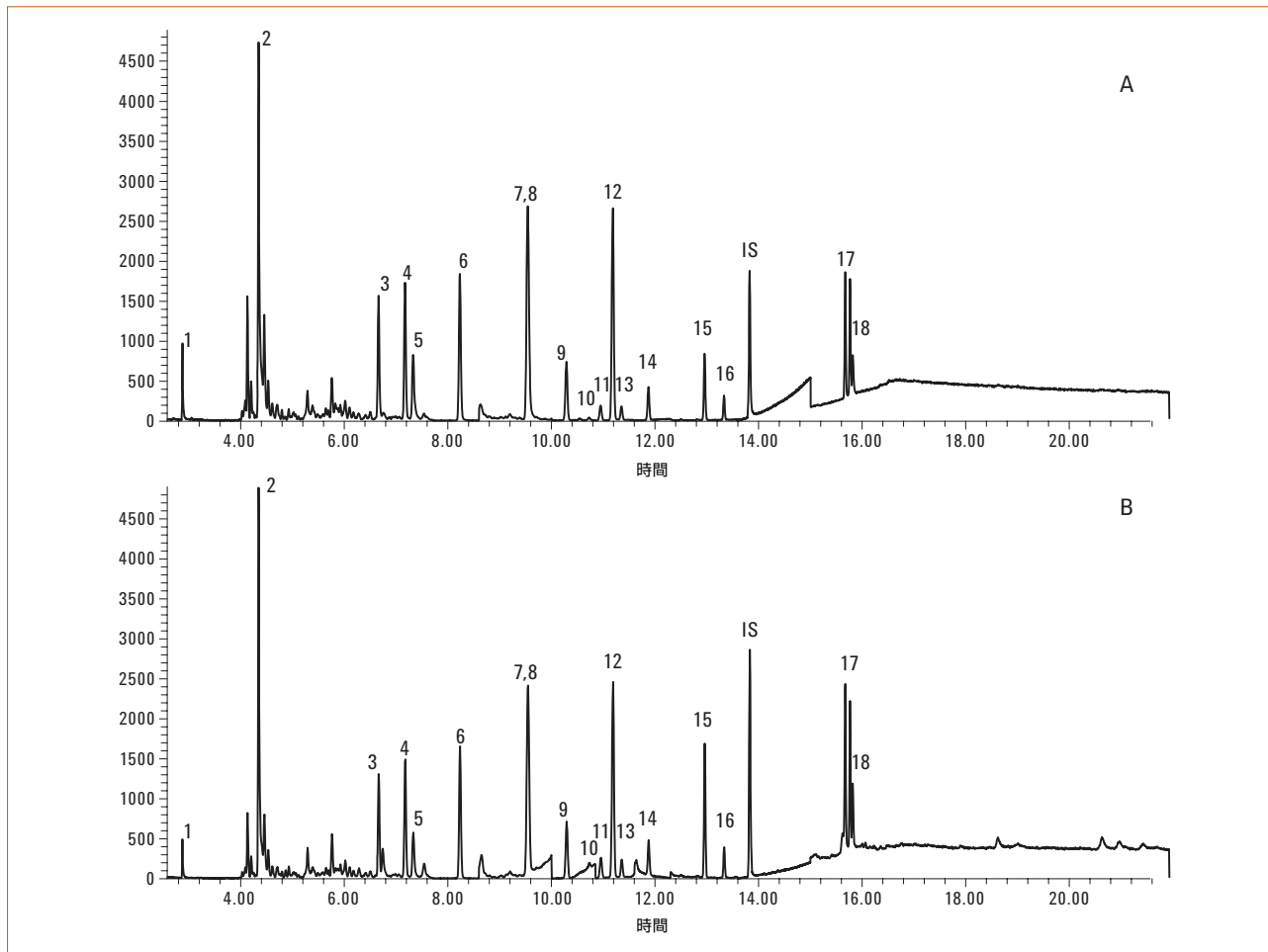


図 2. オリジナルの分散 SPE メソッド (A) および修正版分散 SPEメソッド (B) により処理した 50 ng/g 添加したホウレン草サンプル抽出液の GC/MS クロマトグラム。ピーク番号 : 1.ジクロロボス、2.o-フェニルフェノール、3.リンデン、4.ダイアジノン、5.クロロタロニル、6.クロルピリホスメチル、7.ジクロロベンゾフェノン、8.クロルピリホス、9.ヘプタクロルエポキシド、10.フォルバット、11.α-クロルデン、12.DDE、13.g-クロルデン、14.ディルドリン、15.エチオン、16.硫酸エンドスルファン、17.ペルメトリン、18.クマホス。IS : 内部標準、TPP。

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS バッファあり AOAC 抽出キット、部品番号 5982-5755

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、色素を含む果実および野菜用、
2 mL、部品番号 5982-5222 または 15 mL、部品番号 5982-5258

Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート GC カラム、15 m x 0.25 mm、0.25 μm、部品番号 19091S-431UI

表 1. AOAC 分散 SPE を使用したホウレン草の分析、1 mL のサンプル量と 2 mL のチューブを使用したときの LC/MS/MS の結果

農薬	低い QC 濃度 (10 ng/g)		中程度の QC 濃度 (50 ng/g)		高い QC 濃度 (200 ng/g)	
	回収率	RSD	回収率	RSD	回収率	RSD
ジクロロボス	94.0	3.0	91.7	10.5	80.9	4.6
<i>o</i> -フェニルフェノール	95.0	2.2	92.0	7.9	78.7	3.8
リンデン	83.7	3.1	93.9	12.2	91.8	3.3
ダイアジノン	97.3	4.3	95.6	9.9	91.8	3.3
クロロタロニル*	47.5	6.8	44.9	6.6	49.4	4.3
クロルピリフォスメチル	74.1	4.6	71.7	4.5	72.2	5.8
ジクロロベンゾフェノン*	97.5	7.6	66.8	3.9	68.8	6.8
クロルピリホス	88.3	3.0	79.6	3.5	77.0	3.5
ヘプタクロロエポキシド	74.9	1.9	81.6	11.7	78.2	3.9
ホルベト*	NA	NA	98.8	6.0	77.7	6.7
γ -クロルデン	106.0	4.9	112.2	3.3	93.6	5.3
DDE	80.3	2.2	86.8	9.6	75.4	3.5
α -クロルデン	107.6	4.2	108.4	3.5	91.6	3.7
ディルドリン	99.7	2.6	93.7	9.6	78.9	3.4
エチオン	91.4	3.4	100.0	5.0	107.4	7.6
硫酸エンドスルファン	93.7	4.8	97.3	8.8	89.8	4.3
ベルメトリン	84.7	5.7	74.8	9.9	84.6	6.0
クマホス*	98.4	5.5	84.2	9.5	81.2	3.2

* 修正版分散 SPE メソッドの結果



このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-4305JAJP を検索してください。

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC キットを使用した LC/MS/MS 検出によるホウレン草中の残留農薬分析 (文献番号 5990-4248JAJP)

はじめに

このアプリケーションでは、QuEChERS AOAC サンプル前処理アプローチを使用して、ホウレン草中のさまざまなクラスの農薬を代表する 13 種類の残留農薬を抽出し、クリーンアップする方法について説明します。分散 SPE に含まれるグラファイトカーボンブラック (GCB) により、平面構造を持つ農薬が著しく失われる問題に対処するために、トルエンを添加した修正版メソッドを使用しました。オリジナルの分散 SPE メソッドと修正版分散 SPE メソッドを組み合わせて、対象化合物すべての回収率と再現性からメソッドを検証しました。

機器条件

HPLC 条件

カラム:	Agilent ZORBAX ソルベントセーバプラス Eclipse Plus フェニルヘキシルカラム、3.0 x 150 mm、3.5 μm (部品番号 959963-312)		
流量:	0.3 または 0.5 mL/min		
カラム温度:	30 °C		
注入量:	10 μL		
移動相:	A: 5 mM NH ₄ OAc、pH 5.0、20 : 80 MeOH/H ₂ O 中 B: 5 mM NH ₄ OAc、pH 5.0、ACN 中		
ニードル洗浄:	1:1:1:1 ACN/MeOH/インプロピルアルコール (IPA)/H ₂ O、0.2 % ギ酸を含む		
グラジエント:	時間 (分)	% B	流量 (mL/min)
	0	20	0.3
	0.5	20	0.3
	8.0	100	0.3
	10.0	100	0.3
	10.01	20	0.5
	13.0	終了	
ポストラン:	4 分		
合計サイクルタイム:	17 分		

MS 条件

ポジティブモード

ガス温度:	350 °C
ガス流量:	10 L/min
ネブライザ:	40 psi
キャピラリ:	4,000 V

QuEChERS 手順

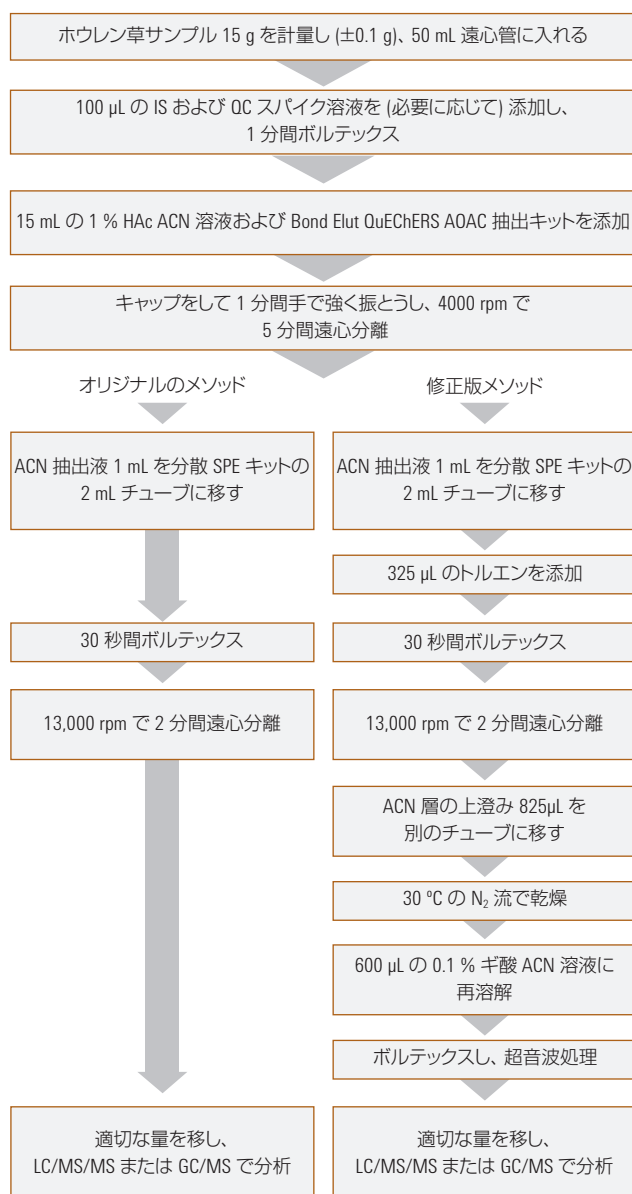


図 1. ホウレン草サンプルの QuEChERS AOAC 抽出手順 (オリジナルの分散 SPE および修正版分散 SPE、2 mL サイズ)

結果

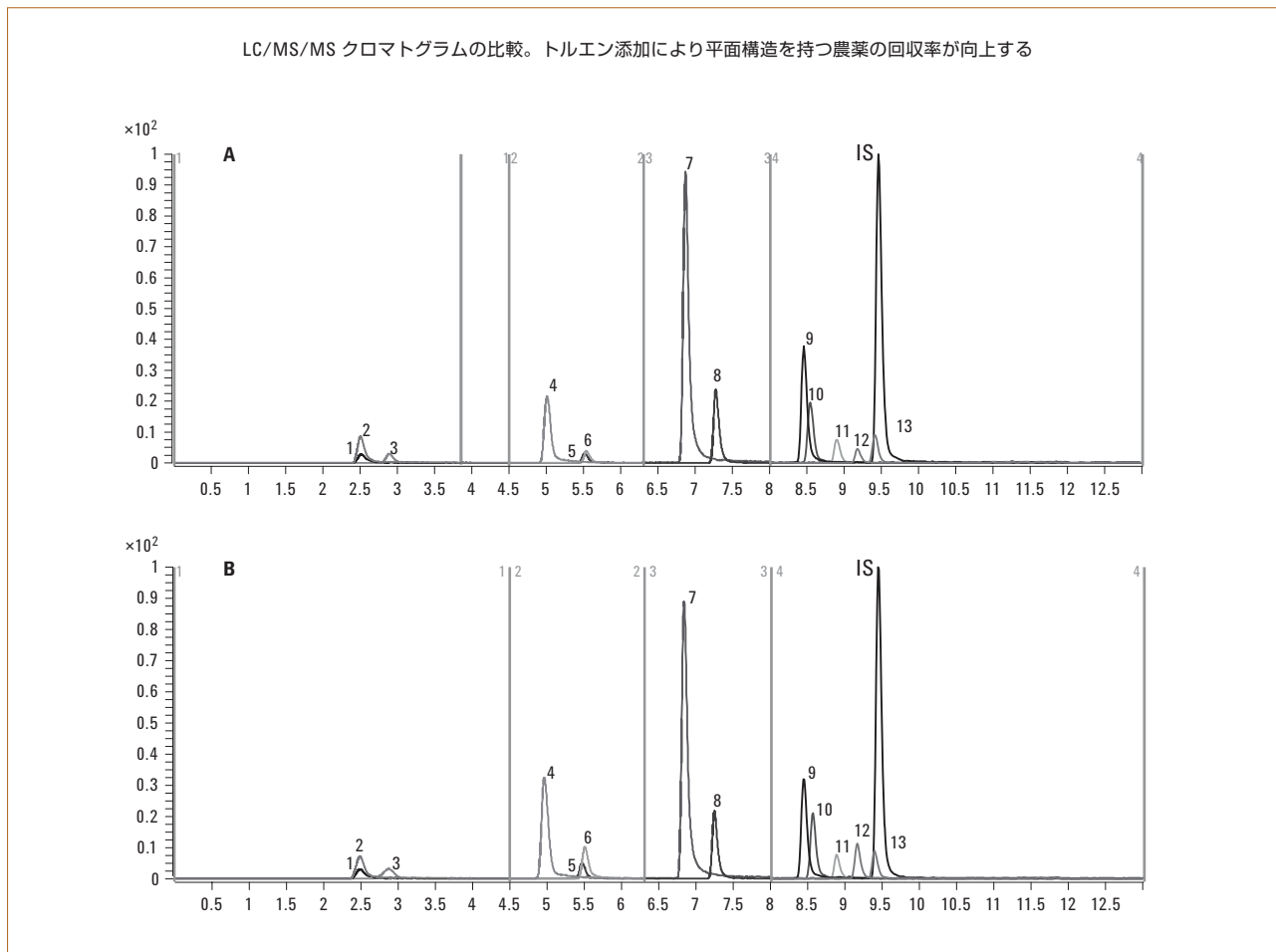


図2. オリジナルの分散 SPE (A) および修正版分散 SPE (B) により処理した 50 ng/g 添加したホウレン草サンプル抽出液の LC/MS/MS クロマトグラム。
ピーク番号：1.メタミドホス、2.アセフェート、3.ピメトロジン、4.カルベンダジム、5.イミダクロプリド、6.チアベンダゾール、7.プロボクスル、8.カルバリル、9.エトプロホス、10.イマザリル、11.ベンコナゾール、12.シプロジニル、13.クレンキシムメチル、IS：内部標準、TPP。

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS バッファあり AOAC 抽出キット、部品番号 5982-5755

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、色素を含む果物および野菜用、
2 mL、部品番号 5982-5222 または 15 mL、部品番号 5982-5258

Agilent ZORBAX ソルベントセーバプラス Eclipse Plus フェニルヘキシル LC カラム、
3.0 x 150 mm、3.5 μm、部品番号 959963-312

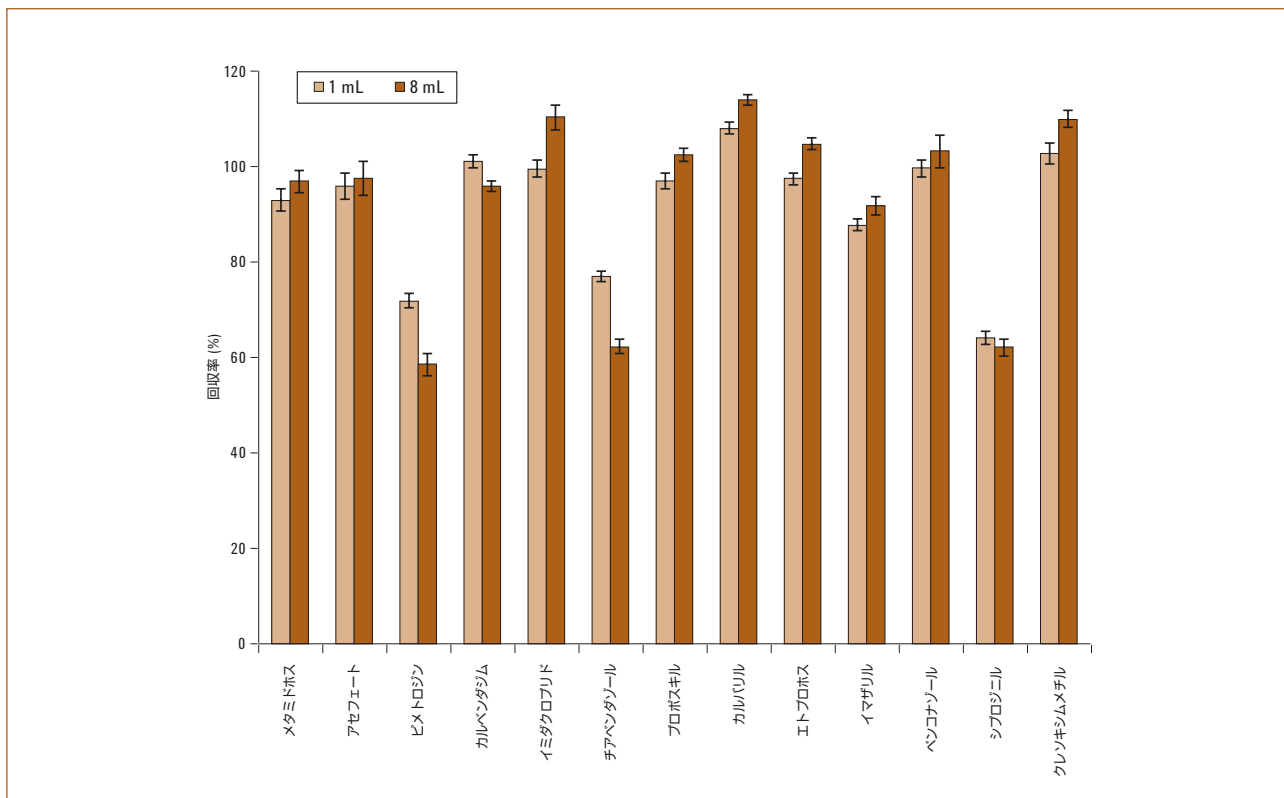


図 3. 1 mL 分散 SPE と 8 mL 分散 SPE の回収率および精度



このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-4248JAJP を検索してください。

グラファイトカーボンを含む Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC キット およびトルエンを用いたハウレン草中の平面構造を持つ農薬回収率の 最適化 (文献番号 5990-4247JAJP)

はじめに

本アプリケーションノートでは、色素のある果物および野菜用の Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC キットを使用して、ハウレン草中の農薬分析の分散固相抽出 (SPE) の手順でトルエン添加を行った場合の影響について解説します。修正版 AOAC メソッドを使用すると、8 種類の農薬の回収率は 50 ~ 100 % に、RSD は 10 % 未満にそれぞれ大きく向上しました。GC/MS および LC/MS/MS を使用することで、このメソッドは、色素含有率の高い食品に含まれる分析が困難な農薬の新しい抽出プロセスを提供します。

QuEChERS 手順

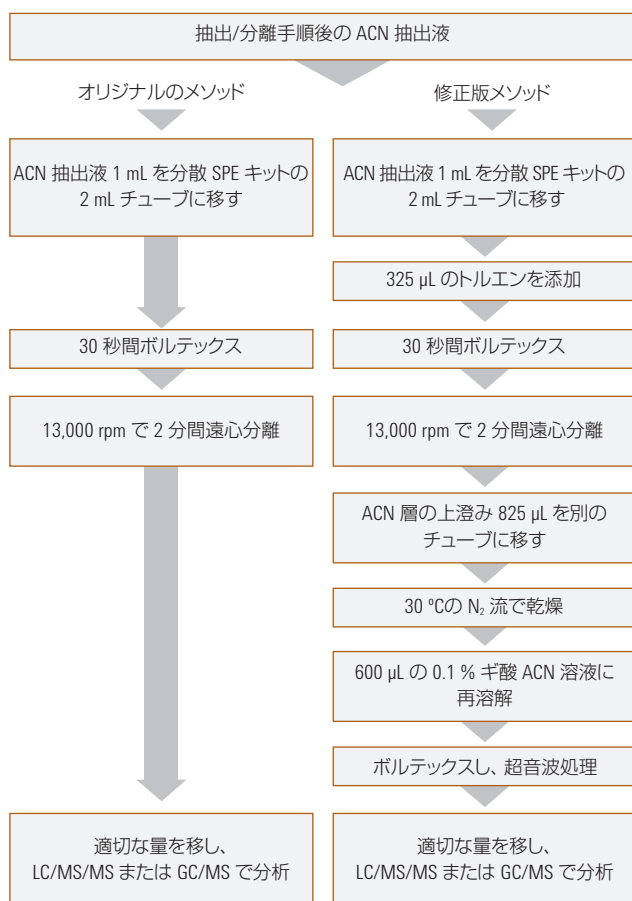


図 1. オリジナルのメソッド (トルエンなし) および修正版メソッド (トルエンあり) の分散 SPE 手順

機器条件

HPLC 条件

カラム:	Agilent ZORBAX ソルベントセーバプラス Eclipse Plus フェニルヘキシルカラム、3.0 x 150 mm、3.5 µm (部品番号 959963-312)		
流量:	0.3 または 0.5 mL/min		
カラム温度:	30 °C		
注入量:	10 µL		
移動相:	A: 5 mM 酢酸アンモニウム、pH 5.0 20 : 80 MeOH/H ₂ O 中 B: 5 mM 酢酸アンモニウム、pH 5.0、ACN 中		
ニードル洗浄:	1:1:1 ACN/MeOH/IPA/H ₂ O、0.2 % 酢酸を含む		
グラジエント:	時間 (分)	% B	流量 (mL/min)
	0	20	0.3
	0.5	20	0.3
	8.0	100	0.3
	10.0	100	0.3
	10.01	20	0.5
	13.0	終了	
ポストラン:	4 分		
合計サイクルタイム:	17 分		

GC 条件

カラム:	Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート GC、15 m x 0.25 mm、0.25 µm (部品番号 19091S-431UI)		
注入口:	スプリットレス		
注入口ライナ:	ヘリックスダブルテーパー、不活性処理済み (部品番号 5188-5398)		
キャリアガス:	ヘリウム		
注入口圧力:	分析時 19.6 psi (定圧モード)、バックフラッシュ時 1.0 psi		
注入口温度:	250 °C		
注入量:	1.0 µL		
スプリットベントへのパージ流量:	0.75 分で 30 mL/min		
オープン温度プログラム:	70 °C (1 分間)、50 °C/min で 70 ~ 150 °C (0 分間)、6 °C/min で 150 ~ 200 °C (0 分間)、16 °C/min で 200 ~ 280 °C (6 分間)		
ポストラン:	3 分		
キャピラリー・フロー・テクノロジー:	パージ付き Ultimate ユニオン (部品番号 G3186B) – 分析カラムと注入口のバックフラッシュに使用		
Aux EPC ガス:	パージ付き Ultimate ユニオンに配管されたヘリウム		
Aux EPC 圧力:	分析時 4.0 psi、バックフラッシュ時 80.0 psi		
接続部:	注入口とパージ付き Ultimate ユニオンの間 (部品番号 G3186B)		
リストリクタ:	65 cm x 0.15 mm、0.15 µm DB-5ms ウルトライナート		
接続部:	パージ付き Ultimate ユニオンと MSD の間		

結果

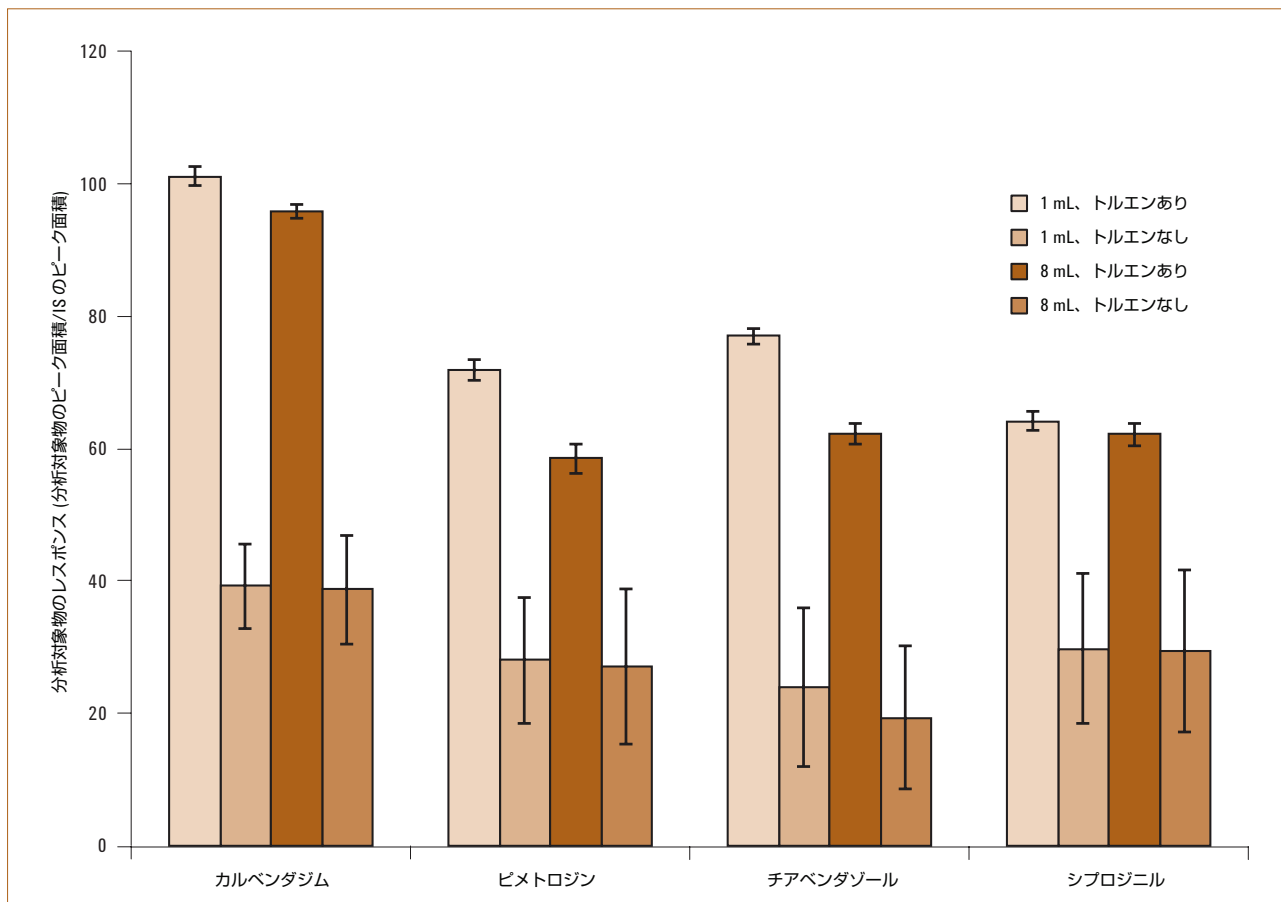


図 2. 修正版メソッド (トルエンあり) およびオリジナルのメソッド (トルエンなし) の場合の 1 mL および 8 mL の分散 SPE の結果の比較

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS バッファあり AOC 抽出キット、部品番号 5982-5755

Agilent Bond Elut QuEChERS AOC 分散 SPE キット、色素を含む果物および野菜用、
2 mL、部品番号 5982-5222 または 15 mL、部品番号 5982-5258

Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート GC カラム、15 m x 0.25 mm、0.25 μ m、部品番号 19091S-431UI

Agilent ZORBAX ソルVENTセーバプラス Eclipse Plus フェニルヘキシル LC カラム、
3.0 x 150 mm、3.5 μ m、部品番号 959963-312

表 1. トルエンを添加した修正版分散 SPE クリーンアップを使用したときの特定の農薬への影響

対象化合物	オリジナルのメソッド (トルエンなし)		修正版メソッド (トルエンあり)		修正版メソッドによる影響	検出方法
	回収率	RSD (n=6)	回収率	RSD (n=6)		
カルベンダジム	38.9	14.6	98.5	2.5	ポジティブ	LC/MS/MS
チアベンダゾール	21.8	19.7	69.7	2.7	ポジティブ	LC/MS/MS
ピメトロジン	27.6	21.2	65.2	3.7	ポジティブ	LC/MS/MS
シプロジニル	29.6	23.4	63.1	3.2	ポジティブ	LC/MS/MS
クロロタロニル	21.1	16.4	47.3	5.9	ポジティブ	GC/MS
クマホス	30.1	24.0	87.9	6.1	ポジティブ	GC/MS
ジクロロベンゾフェノン	53.7	4.5	77.7	6.1	ポジティブ	GC/MS
ホルベト	62.0	14.6	88.2	6.3	ポジティブ	GC/MS
ジクロルボス	88.8	6.0	20.4	89.8	非常にネガティブ	GC/MS
<i>o</i> -フェニルフェノール	88.6	4.6	73.7	7.4	わずかにネガティブ	GC/MS
ダイアジノン	94.9	5.9	81.3	4.0	わずかにネガティブ	GC/MS
クオルデン	103.9	4.5	101.3	4.5	なし	GC/MS
ベルメトリン	81.4	7.2	83.3	5.1	なし	GC/MS
アセフェート	95.5	5.6	99.8	4.7	なし	LC/MS/MS
カルバリル	108.0	2.5	109.1	1.9	なし	LC/MS/MS
プロボスキル	97.0	3.19	6.7	2.5	なし	LC/MS/MS



このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-4247JAJP を検索してください。

Agilent 1290 Infinity LC および Agilent 6460 トリプル四重極 LC/MS を使用した UHPLC/MS/MS によるベビーフード中の農薬の測定 (文献番号 5990-5028EN)

はじめに

このアプリケーションでは、QuEChERS サンプル前処理アプローチを使用して、EC 規制 396/2005 で指定された最大残留レベル (MRL) (10 µg/kg、果物または野菜) 未満のレベルでベビーフードに含まれる 40 種類の農薬を抽出し、クリーンアップする方法について説明します。UHPLC およびトリプル四重極 MS を使用したベビーフードマトリックスに含まれる微量農薬の定性および定量分析を示しました。

再現性、直線性、および感度の観点からメソッドおよび抽出性能を評価しました。さらに、追加の分散 SPE クリーンアップの影響についても調べました。検出下限は 500 ~ 10 ng/kg (ppt) でした。これは、欧州連合が規定した 10 µg/kg (ppb) の MRL を大幅に下回る値です。

機器条件

メソッドパラメータ:

カラム:	Agilent ZORBAX Eclipse Plus RRHD C18, 2.1 x 150 mm, 1.8 µm
移動相:	A: 0.05 % (w/v) ギ酸アンモニウム + 0.01 % (v/v) ギ酸水溶液 B: メタノール
流量:	0.5 mL/min
グラジエント:	時間 (分) % B 0 ~ 5 10 ~ 65 5 ~ 6.5 65 ~ 95 6.5 ~ 8.5 95 8.5 ~ 10 10
温度:	45 °C
注入量:	2 µL、ニードル洗浄を使用 (フラッシュポート、5 秒、水/メタノール 1/1)
検出:	MS/MS
イオン化:	エレクトロスプレー、ポジティブイオン化

Jet Stream パラメータ

乾燥ガス温度:	250 °C
乾燥ガス流量:	10 L/min
ネブライザ圧力:	30 psig
シースガス温度:	340 °C
シースガス流量:	11 L/min
キャピラリ電圧:	4500 V
ノズル電圧:	500 V

取り込み

ダイナミック MRM:	アプリケーションノートの表 1 を参照
デルタ EMV:	50
サイクル時間:	200 ms

QuEChERS 手順

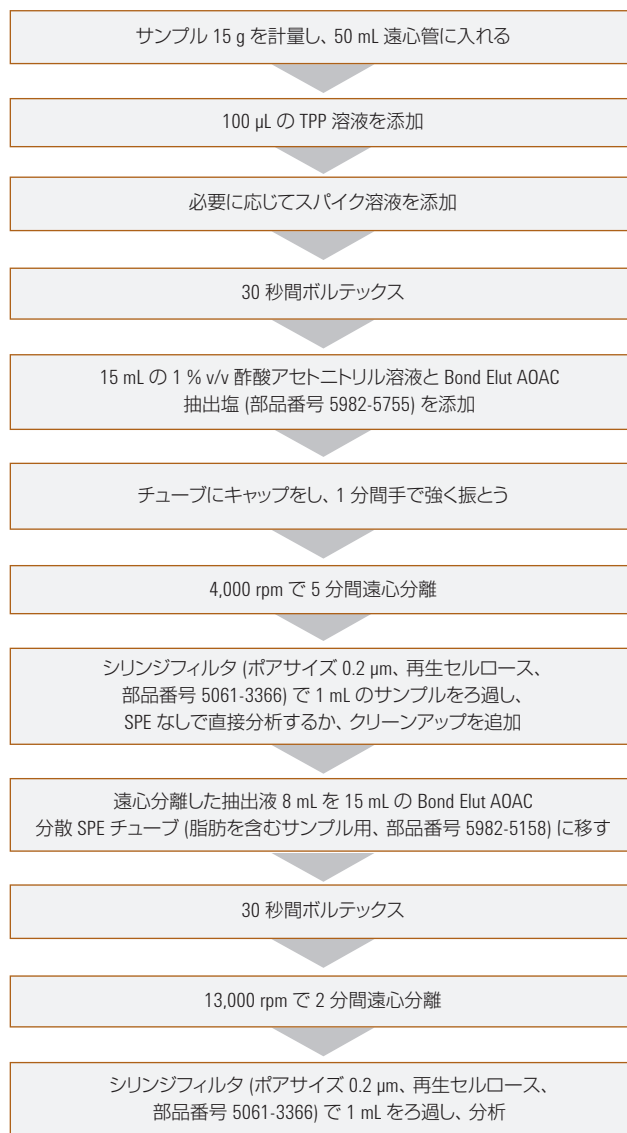


図 1. ベビーフードに含まれる農薬の Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 抽出手順

結果

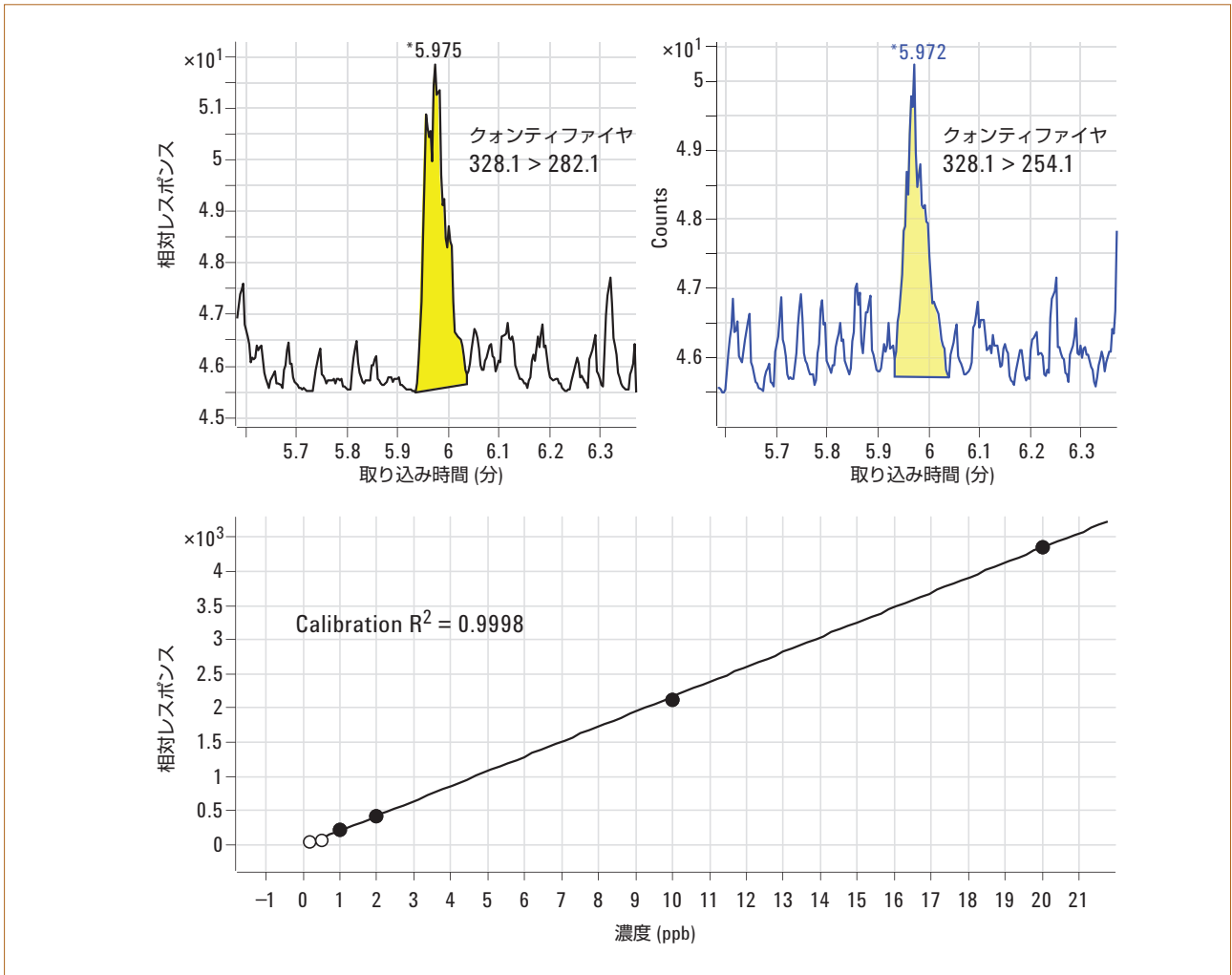


図 2. LOD (0.5 ppb 標準溶液) における 2 つのトランジションのイオンレスおよびベビーフードに含まれるフルアジホップの検量線



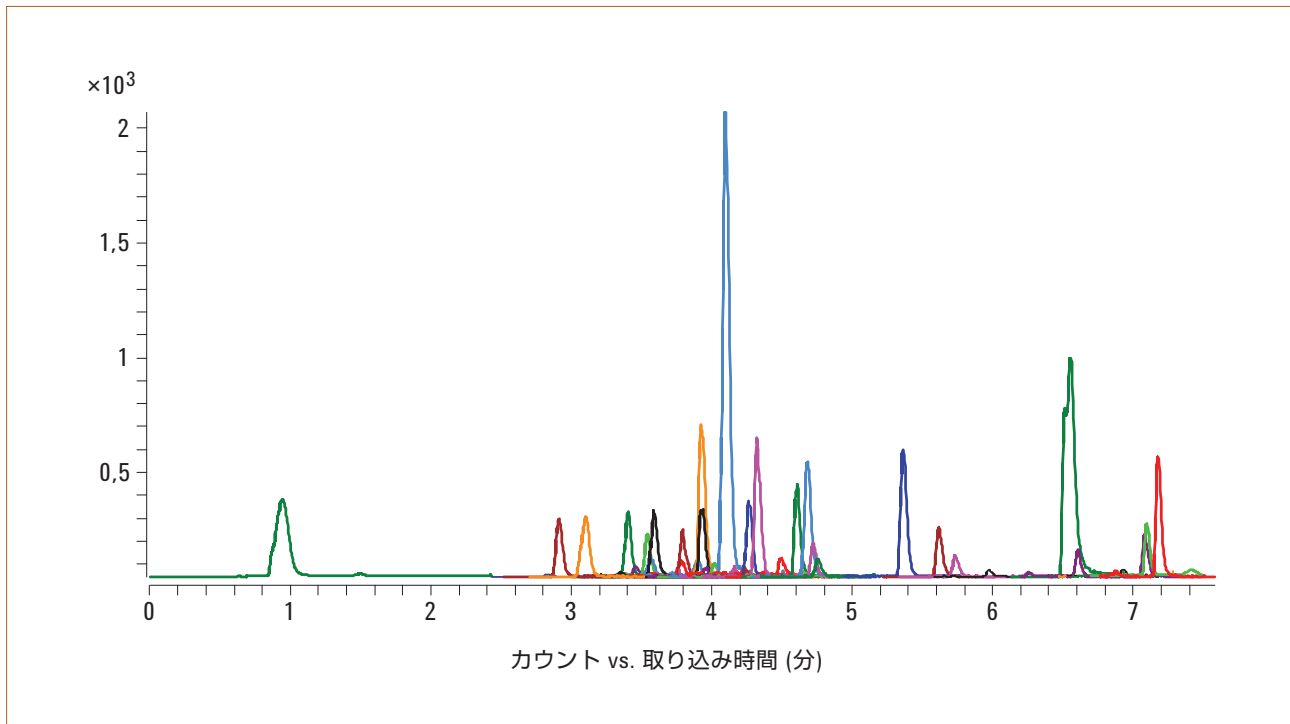


図 3. 1 ppb で添加したベビーフードサンプル 2 の抽出液の MRM (クオンティファイヤ遷移だけを表示)。このサンプルでは分散 SPE を実行していません。内部標準のトランジションは示していません。

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS バッファあり AOAC 抽出キット、部品番号 5982-5755

Agilent Bond Elut AOAC 分散 SPE チューブ、脂肪を含むサンプル用、部品番号 5982-5158

Agilent ZORBAX Eclipse Plus RRHD C18 カラム、2.1 x 150 mm、1.8 μm 、部品番号 959759-902

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-5028EN を検索してください。

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC キットおよび HPLC-FLD を使用した 鶏筋肉中の残留スルホンアミドの測定 (文献番号 5990-5395EN)

はじめに

このアプリケーションでは、QuEChERS サンプル前処理アプローチを使用して、フルオレスカミンによるプレカラム誘導体化後に HPLC - FLD によって鶏筋肉中のスルホンアミド薬物を測定する方法について説明します。回収率は 76.8 ~ 95.2 % でした。HPLC - 蛍光検出 (FLD) メソッドを開発し、9 種類のスルホンアミドについてバリデーションを行いました。

分析は、バイナリポンプを備えた Agilent 1200 Infinity シリーズと、 $\lambda_{ex} = 405 \text{ nm}$ および $\lambda_{em} = 495 \text{ nm}$ に設定された蛍光検出器 (FLD) を使用して行いました。化合物の分離は Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 カラムで行いました。データは HPLC 2D ChemStation ソフトウェアによって処理しました。

機器条件

HPLC 条件

カラム:	Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18, 4.6 × 75 mm, 3.5 μm	
流量:	1 mL/min	
カラム温度:	25 °C	
注入量:	5 μL	
移動相:	A : 0.05 M 酢酸ナトリウム, pH 4.5 B : MeOH	
グラジエント:	時間 (分)	% B
	0	35
	35	41
	50	55
検出:	Ex = 405 nm, Em = 495 nm	

QuEChERS 手順

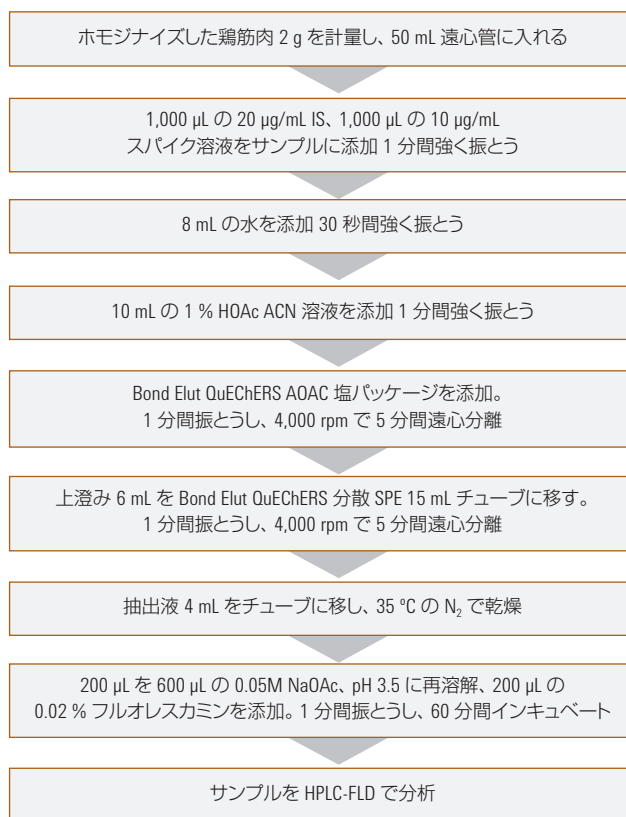


図 1. 鶏に含まれるスルホンアミドの QuEChERS AOAC サンプル前処理手順

結果

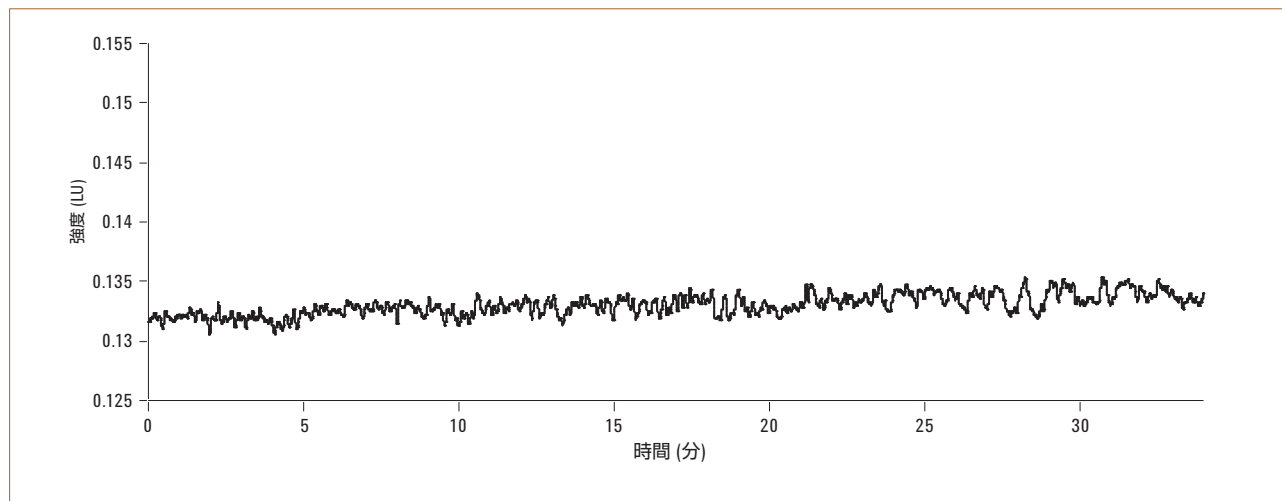


図 2. ブランクの鶏筋肉抽出液のクロマトグラム

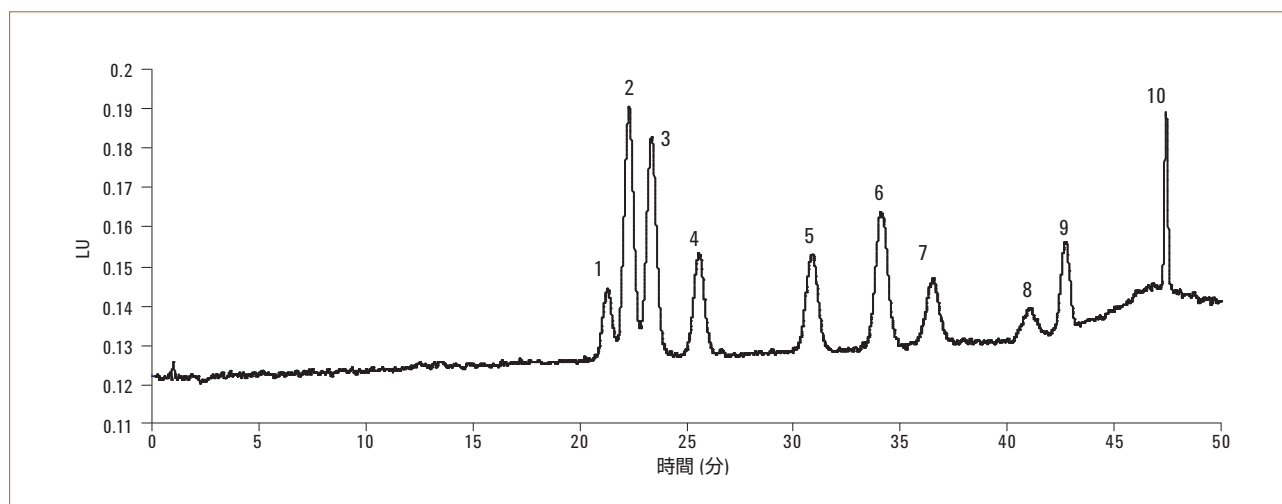


図 3. 50 ng/g レベルで添加した鶏筋肉抽出液のクロマトグラム。1.スルファジアジン、2.スルファチアゾール、3.スルファピリジン (IS)、4.スルファメラジン、5.スルファメタジン、6.スルファメチゾール、7.スルファメトキシピリダジン、8.スルファクロピリダジン、9.スルファメキサゾール、10.スルファジメキシシ

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS バッファあり AOAC 抽出キット、部品番号 5982-5755

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、部品番号 5982-5158

Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 カラム、4.6 x 75 mm、3.5 μ m、部品番号 959933-902

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-5395EN を検索してください。

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC キットおよび HPLC-FLD を使用した魚中の多環芳香族炭化水素の分析 (文献番号 5990-5441EN)

はじめに

このアプリケーションでは、QuEChERS AOAC サンプル前処理アプローチを使用して、魚の切り身に含まれる 16 種類の多環芳香族炭化水素 (PAH) を測定する方法について説明します。この分析の回収率は 83.4 ~ 101 % で、相対標準偏差は、3つの異なる添加レベルで 0.6 ~ 1.9 % でした。

分析は、バイナリポンプを備えた Agilent 1200 Infinity シリーズと蛍光検出器 (FLD) を使用して行い、データは HPLC 2D ChemStation ソフトウェアで処理しました。高い回収率と優れた精度が得られました。したがって、このメソッドは、実際のサンプルに含まれる PAH の品質管理試験に適しています。

機器条件

HPLC 条件

カラム:	Agilent ZORBAX Eclipse PAH C18, 4.6 × 50 mm, 1.8 μm	
流量:	0.8 mL/min	
カラム温度:	18 °C	
注入量:	5 μL	
移動相:	A: 脱イオン水 B: CH ₃ CN	
グラジエント:	時間 (分)	% B
	0	60
	1.5	60
	7	90
	13	100
検出:	230 nm (Acy) での UV、また蛍光励起 (Ex) および発光 (Em) 波長をさまざまに変化	
波長:		

時間 (分)	Ex/Em 波長 (nm)	PAH 検出
0 ~ 5 (濃青)	260/352	Nap, Ace, Flu, Phe, Chr
0 ~ 14 (赤)	260/420	Ant, Pyr, BeP, DahA, BghiP
0 ~ 14 (淡青)	260/460	Flu, 1,2-BaA, BeA, BkF, InP

QuEChERS 手順

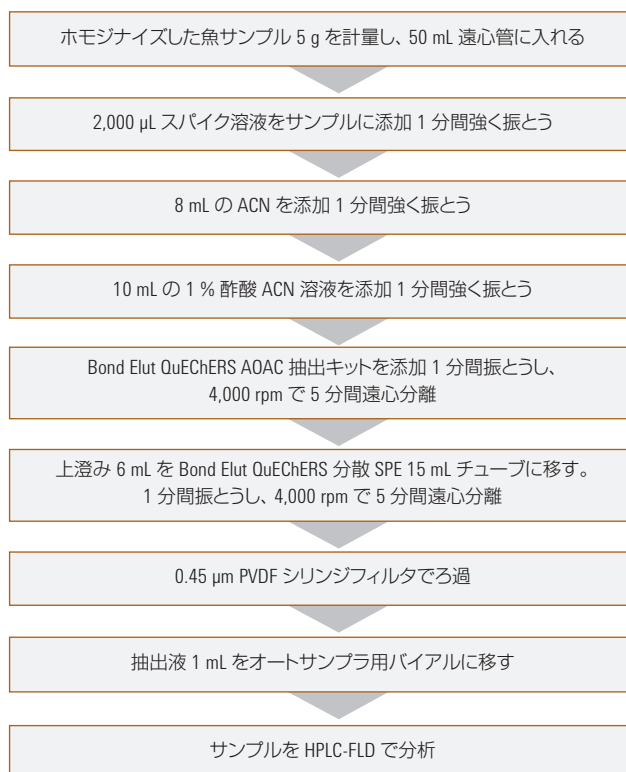


図 1. 魚に含まれる PAH の QuEChERS AOAC サンプル前処理手順

結果

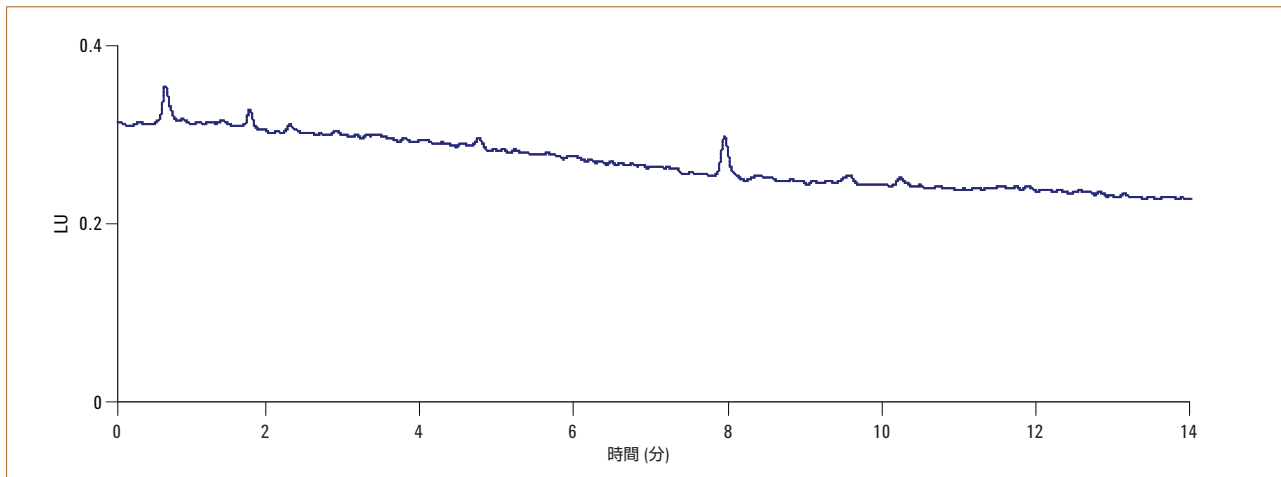


図 2. ブランクの魚抽出液のクロマトグラム。クロマトグラフの条件は前ページにあります。ベースラインクロマトグラムでは、260 nm/352 nm の励起/蛍光波長を使用しました。他の励起/蛍光条件ではこれ以外の干渉を示しません。

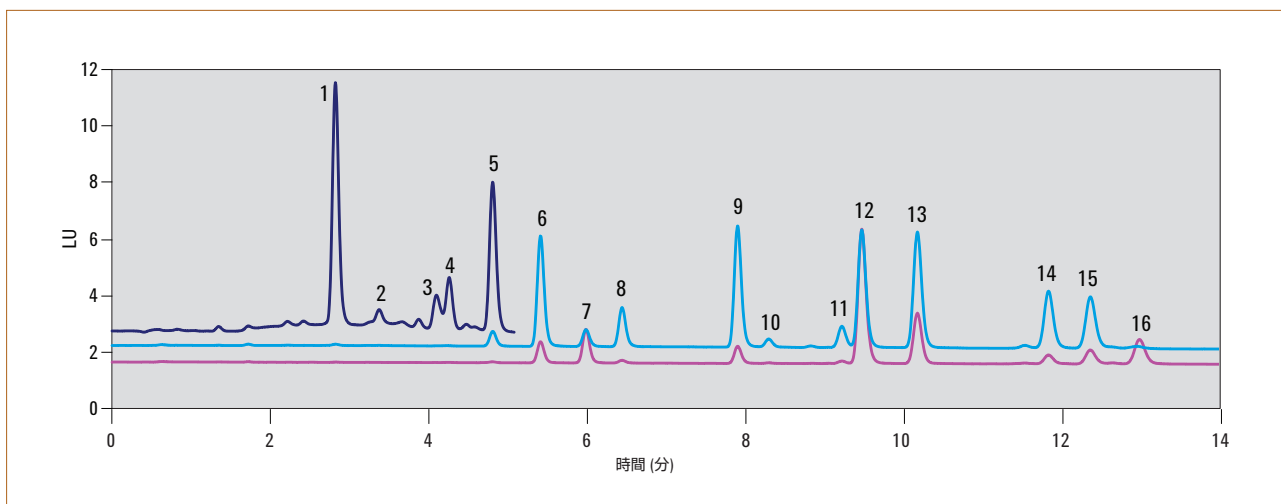


図 3. 次を含む添加した魚サンプルの HPLC – FLD クロマトグラムの重ね表示。1.Nap、2.Acy、3.Ace、4.Flu、5.Phe、6.Ant、7.Flн、8.Pyr、9.BaA、10.Chr、11.BeP、12.BeA、13.BkF、14.DahA、15.BghiP、16.InP。このサンプルの添加レベル (アプリケーションノートの表 3 を参照)。クロマトグラムの青い部分では、260 nm/352 nm の励起/蛍光波長を使用し、赤い部分では260 nm/420 nm を、淡青色の部分では260 nm/440 nm を使用しました。アセナフチレンでは、230 nm における UV 検出を使用しました。

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS バッファあり AOAC 抽出キット、部品番号 5982-5755

Agilent Bond Elut AOAC 分散 SPE キット、脂肪を含むサンプル用、15 mL、部品番号 5982-5158

Agilent ZORBAX Eclipse PAH C18 カラム、4.6 × 50 mm、1.8 μm、部品番号 959941-918

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-5441EN を検索してください。

Agilent Bond Elut QuEChERS および LC/MS/MS を使用した フライドポテト中のアクリルアミドの分析 (文献番号 5990-5940EN)

はじめに

このアプリケーションでは、QuEChERS アクリルアミド抽出手順を AOAC dSPE クリーンアップサンプル前処理アプローチと組み合わせて使用し、LC/MS/MS を検出に、 $^{13}\text{C}_3$ -アクリルアミドを内部標準に用いてフライドポテト中のアクリルアミドを分析する方法について説明します。アクリルアミドの回収率は 97 ~ 116 % です。この分析には Agilent 6460 トリプル四重極 LC/MS を備えた Agilent 1200 Infinity シリーズを使用しました。

アクリルアミド用 Agilent Bond Elut QuEChERS による抽出とクリーンアップおよび LC/MS/MS 分析によるシンプルで迅速な方法により高い抽出量と優れた精度が得られるメソッドを開発しました。

機器条件

LC/MS/MS 条件

カラム:	逆相 C18, 2.1 × 150 mm, 3 μm
カラム温度:	30 °C
アイソクラティックモード (% B):	2.5 % メタノール/97.5 % 0.1 % ギ酸
流量:	0.2 mL/min
注入量:	10 μL
分析時間:	7 分
ポストラン時間:	3 分
質量分析装置:	ポジティブエレクトロスプレーイオン化モード、 Jet Stream 技術を使用
キャピラリー電圧:	4,000
ノズル電圧:	500 V
シースガス温度:	325 °C, 5 L/min
乾燥ガス温度:	350 °C, 11 L/min

QuEChERS 手順

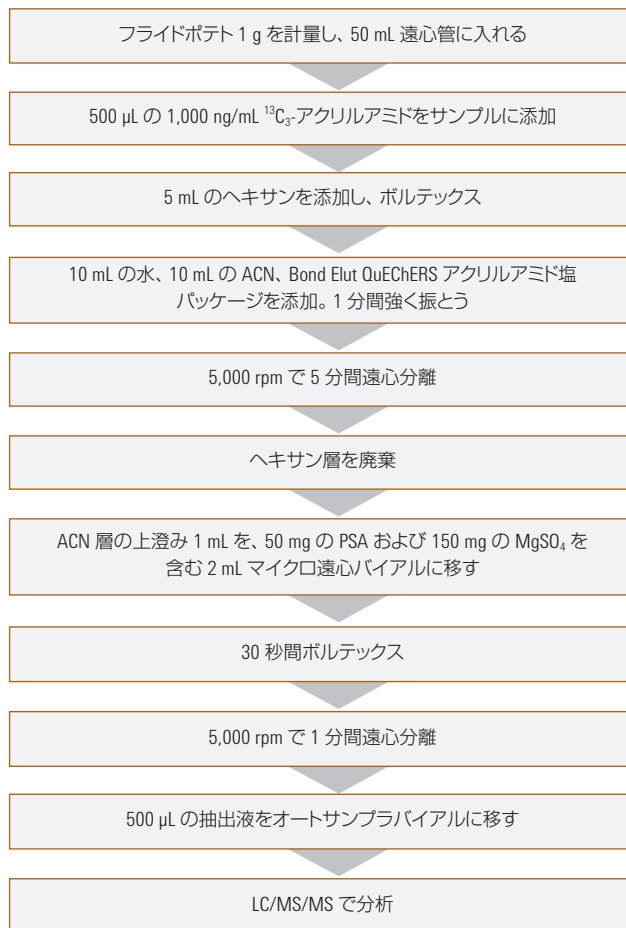
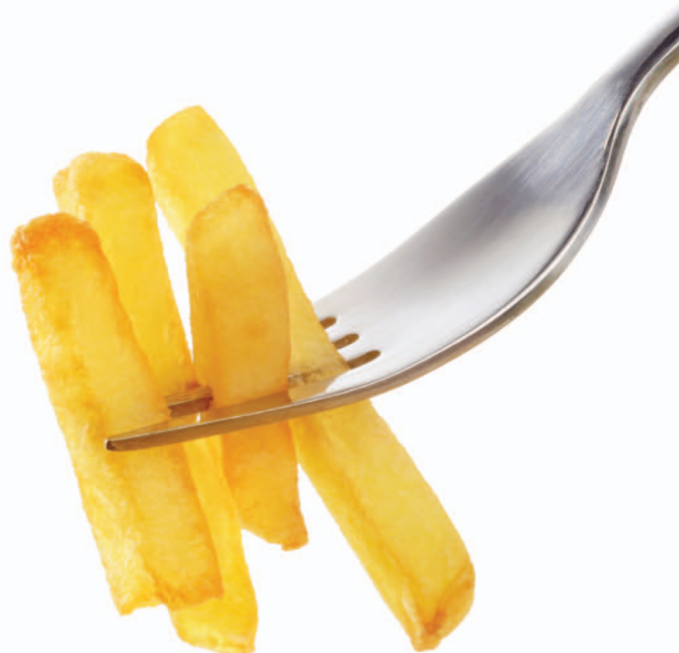


図 1. フライドポテトに含まれるアクリルアミドの QuEChERS サンプル前処理手順



結果

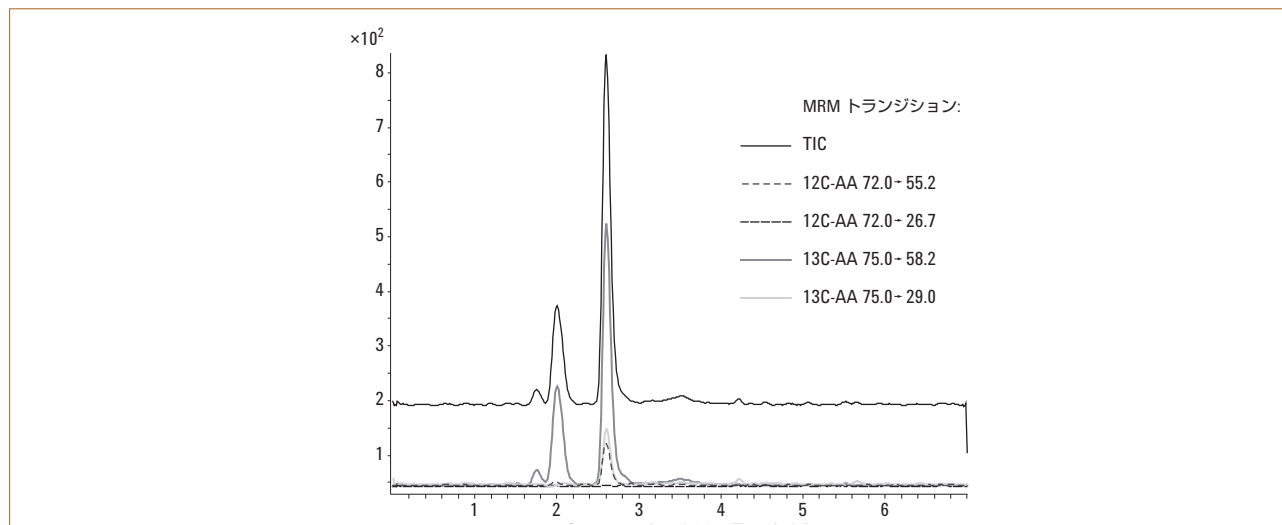


図 2. 10 ng/mL アクリルアミド標準および 500 ng/m 内部標準¹³C₃-アクリルアミドのクロマトグラム

表 1. 添加したフライドポテトおよび 1:1 水:アセトニトリル (n=3) サンプルに含まれるアクリルアミドの回収率と RSD

マトリックス	アクリルアミド添加濃度 (ng/mL)	% 回収率 (n=3)	%RSD (n=3)
1:1 水:ACN	50	116.6	4.07
1:1 水:ACN	100	114.06	4.85
フライドポテト	100	97.14 (ブランク補正後)	5.04
フライドポテト	200	97.50 (ブランク補正後)	2.55

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS 抽出キット、アクリルアミド用、部品番号 5982-5850

Agilent Bond Elut AOAC 分散 SPE キット、2 mL、部品番号 5982-5022

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-5940EN を検索してください。

Agilent J&W DB-35ms および DB-XLB GC カラムを使用した魚組織の PCB の GC/ μ ECD 分析および確認 (文献番号 5990-6236EN)

はじめに

このアプリケーションでは、QuEChERS サンプル前処理アプローチを使用して、魚組織に含まれる 19 種類の PCB (ポリ塩化ビフェニル) を抽出し、クリーンアップする方法について説明します。添加回収率は 72 ~ 116 % でした。デュアル μ ECD 検出器およびデュアルキャピラリー GC カラムを備えた Agilent 7890A GC システムを使用することで、1 回の注入で同定と確認を同時に実施できました。また、GC をパージなし 2 方向スプリッタキャピラリー・フロー・テクノロジー (CFT) デバイスに接続しました。

QuEChERS 手順



図 1. 魚用の修正版 Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 抽出手順

機器条件

GC 条件

カラム 1 :	Agilent J&W DB-35 ms, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μ m (部品番号 122-3832)
カラム 2 :	Agilent J&W DB-XLB, 30 m × 0.25 mm, 0.50 μ m (部品番号 122-1236)
GC :	デュアル μ ECD 検出器を備えた Agilent 7890A
サンブラ :	Agilent 7873B 5.0 μ L シリンジ (部品番号 5181-1273)
CFT デバイス :	パージなし 2 方向スプリッタキャピラリー・ フロー・テクノロジー (部品番号 G3181B)
キャリア :	水素 85 cm/s、定流量 3.5 mL/min
注入量 :	1.0 μ L スプリットレス、250 °C、 0.3 分でパージ流量 50 mL/min 2 分でガスセーバ 50 mL/min
オープン :	110 °C (0.1 分間)、25 °C/min で 110 ~ 200 °C (0.5 分間)、10 °C/min で 200 ~ 240 °C (0.5 分間)、 30 °C/min で 240 ~ 325 °C (1.5 分間)
注入量 :	1 μ L、250 °C スプリットレス、 0.3 分でパージ 50 mL/min 2 分でガスセーバ 50 mL/min オン
デュアル μ ECD :	350 °C、N ₂ メークアップ、 定流量カラム + メークアップ = 30 mL/min

使用した消耗品

バイアル :	茶色スクリュートップガラスバイアル (部品番号 5183-2072)
バイアルキャップ :	スクリューキャップ、青 (部品番号 5182-0717)
バイアルインサート :	100 μ L ガラス/樹脂製の脚 (部品番号 5181-8872)
シリンジ :	5 μ L (部品番号 5181-1273)
セプタム :	アドバンストグリーン (部品番号 5183-4759)
注入口シール :	金メッキ注入口シール (部品番号 5188-5367)
注入口ライナ :	不活性処理済み、デュアルターバ直接接続 (部品番号 G1544-80700)
フェラル :	内径 0.4 mm、ショート、 85/15 ベスベル/グラファイト (部品番号 5181-3323)
CFT フィッティング :	内部ナット (部品番号 G2855-20530)
CFT フェラル :	SilTite フェラル、内径 0.25 mm (部品番号 5188-5361)
20 倍拡大鏡 :	20 倍拡大鏡ルーペ (部品番号 430-1020)

結果

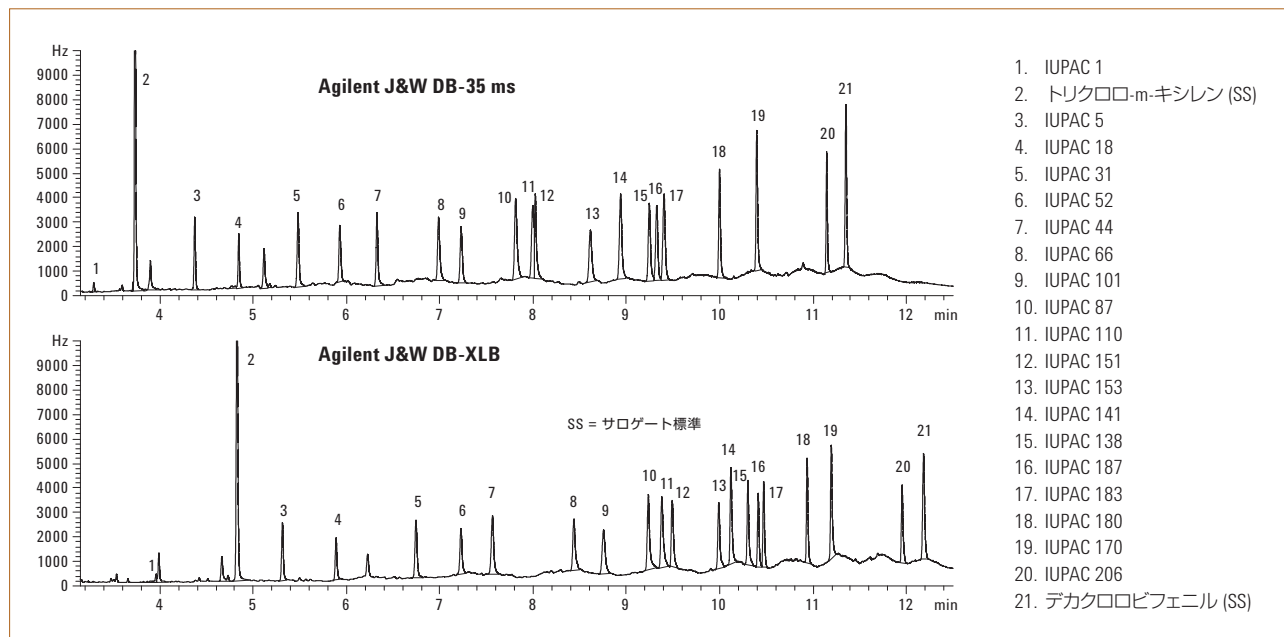


図 2. Agilent J&W DB-35ms および DB-XLB GC カラムで分析した 50 ng/mL 添加魚抽出液の GC/ μ ECD クロマトグラム。クロマトグラフィの条件は前ページに記載されています。

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS バッファあり AOAC 抽出キット、部品番号 5982-5755

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散 SPE、脂肪を含むサンプル用、
2 mL チューブ、部品番号 5982-5122 または 15 mL チューブ、部品番号 5982-5158

Agilent J&W DB-35ms カラム、30 m x 0.25 mm、0.25 μ m、部品番号 122-3832

Agilent J&W DB-XLB カラム、30 m x 0.25 mm、0.50 μ m、部品番号 122-1236

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-6236EN を検索してください。

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 抽出キットと汎用分散 SPE を使用した レタスおよびリンゴサンプル中の農薬の分析 (文献番号 5990-6558EN)

はじめに

このアプリケーションでは、pH 調整済みの AOAC 抽出メソッドに続けて汎用分散 SPE メソッドを使用し、GC/MS による残留分析用にレタスおよびリンゴサンプルを前処理する方法について説明します。さまざまなクラスの 26 種類の農薬を調べました。分析は、Agilent 7890 GC システムと選択イオンモニタリング (SIM) モードを用いた Agilent 5975C シリーズ GC/MSD を使用して行いました。すべての化合物には干渉物質がなく、優れた直線性を示しました。

機器条件

GC 条件

カラム:	Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート、 30 m x 0.25 mm、0.25 μ m (部品番号 190915-433UI)
注入ソース:	Agilent 7683 オートサンブラ、 100 検体用のサンプルトレイ付き
注入口:	スプリットレス
キャリアガス:	ヘリウム、定流量モード
オープン温度プログラム:	70 °C (2 分間)、25 °C/min で 70 ~ 150 °C (0 分間)、 3 °C/min で 150 ~ 200 °C (0 分間)、 8 °C/min で 200 ~ 280 °C (7 分間)
注入量:	1 μ L

MS 条件

チューニングファイル:	Atune.u
モード:	SIM
イオン源、四重極、 トランスファーライン温度:	それぞれ 230 °C、150 °C、280 °C
溶媒待ち時間:	4 分
マルチプライヤ電圧:	オートチューン電圧

QuEChERS 手順

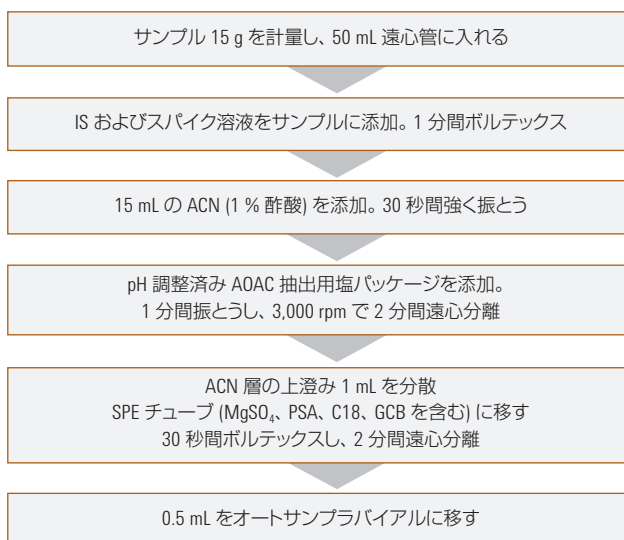


図 1. レタスおよびリンゴに含まれる農薬の QuEChERS サンプル前処理手順



結果

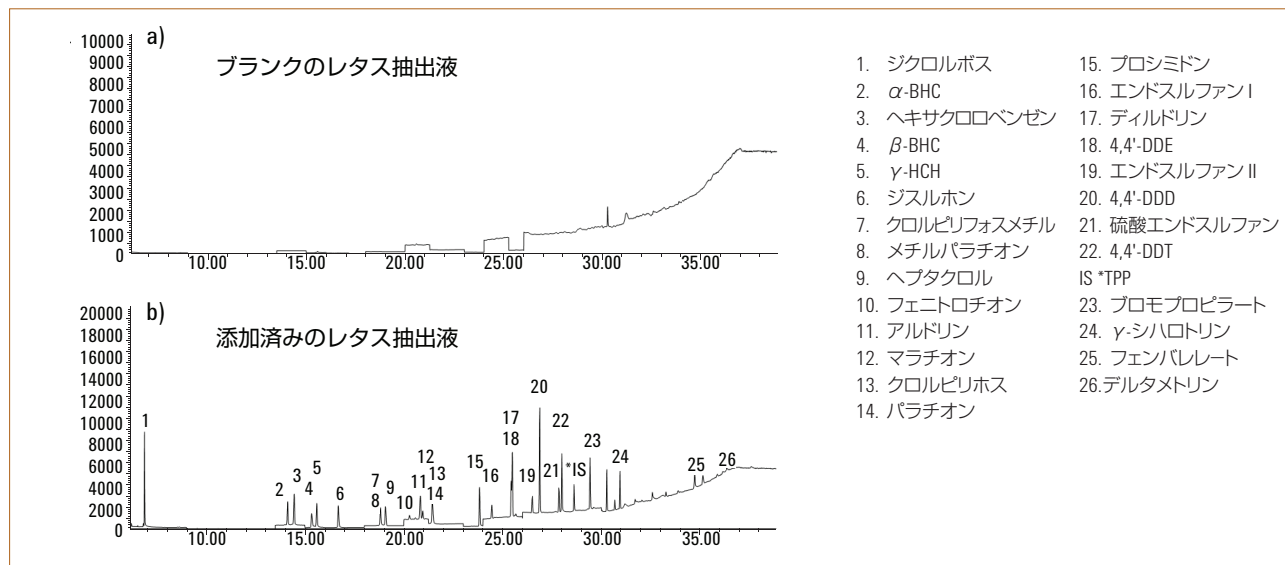


図2. レタス抽出液のGC/MS。(a) ブランクのレタス抽出液、および (b) QuEChERS サンプル前処理後に添加したレタス抽出液

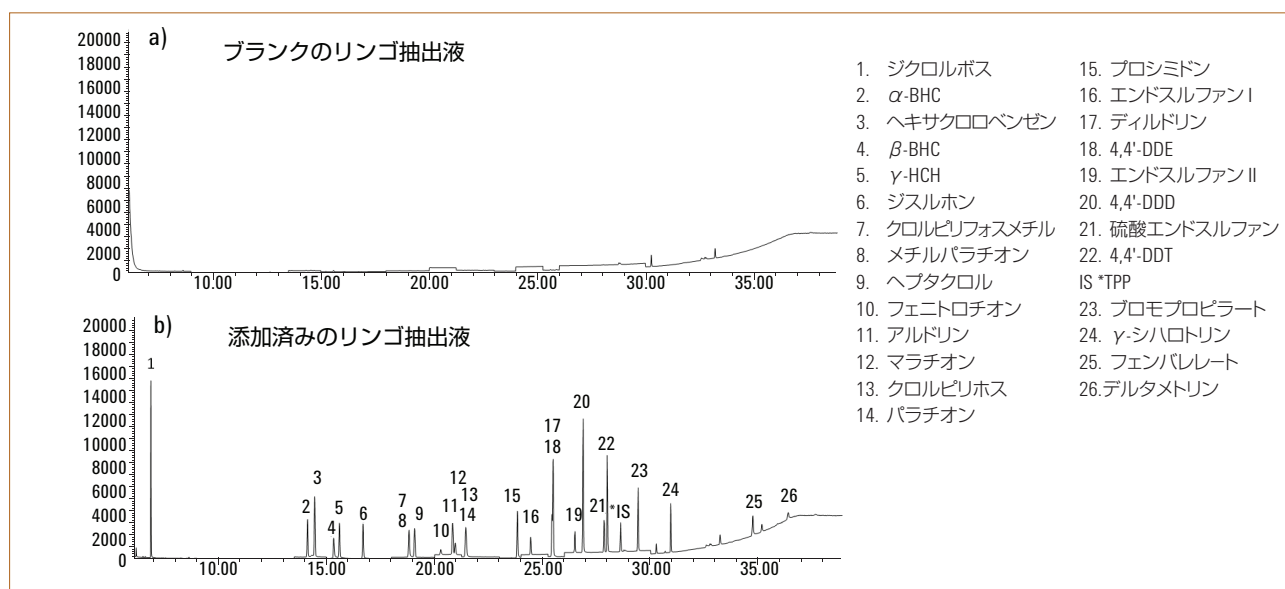


図3. リンゴ抽出液のGC/MS。(a) ブランクのリンゴ抽出液、(b) QuEChERS サンプル前処理後の添加リンゴ抽出液

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS バッファあり AOAC 抽出キット、部品番号 5982-5755

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散キット、すべての食品タイプ用、部品番号 5982-0029

Agilent J&W HP-5ms ウルトライナートカラム、30 m x 0.25 mm、0.25 μ m、部品番号 190915-433UI

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-6558EN を検索してください。

Agilent J&W DB-35ms ウルトライナート GC カラムを用いた GC/MS/FPD によるリンゴ中有機リン系残留農薬の分析 (文献番号 5990-7165JAJP)

はじめに

このアプリケーションでは、リンゴ抽出液中の低 ppm および微量有機リン (OP) 系残留農薬を迅速かつ効果的に測定するためのメソッドについて詳細に説明します。ウルトライナート中極性 GC カラム、バックフラッシュを使用した不活性流路、QuEChERS サンプルクリーンアップを使用することで、より極性の高い OP 農薬についても優れた結果が得られました。この一連の実験には、Agilent 7890 GC と、炎光光度検出器および Agilent 7683B オートサンブラを備えた Agilent 5975C MSD を使用しました。

QuEChERS 手順

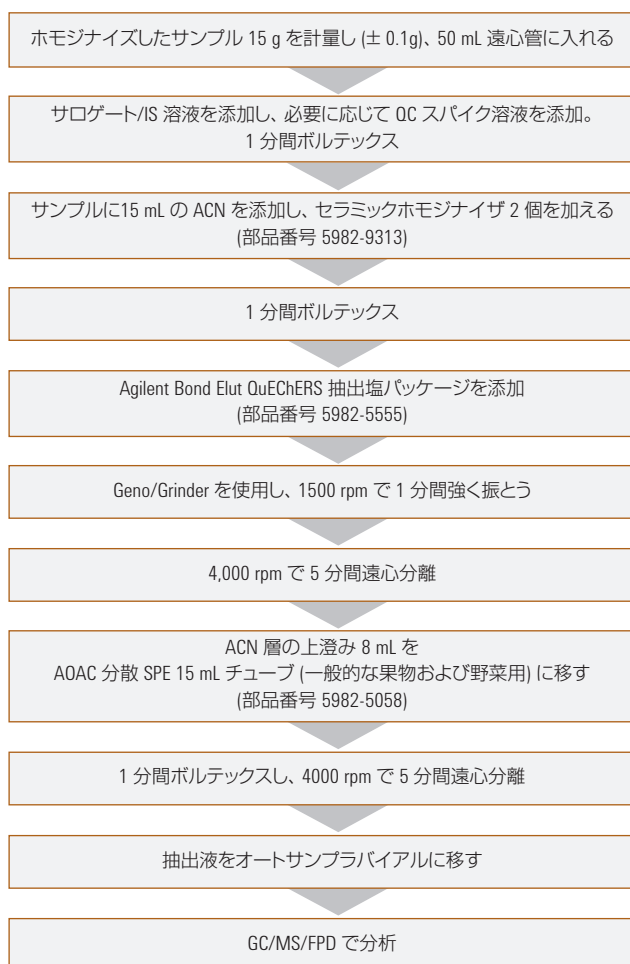


図 1. リンゴサンプルの Agilent QuEChERS 抽出手順

機器条件

GC 条件

カラム:	Agilent J&W DB-35ms ウルトライナート、 20 m × 0.18 mm、0.18 μm (部品番号 121-3822UI)
GC/MSD:	Agilent 7890 GC/Agilent 5975C シリーズ GC/MSD
サンブラ:	Agilent 7683B オートサンブラ、 5.0 μL シリンジ (部品番号 5181-1273)
CFT デバイス:	パーズポ2 ウェイスプリッタ (部品番号 G3180B) スプリット比 3:1 MSD:FPD
MSD リストリクタ:	1.2 m × 内径 0.15 mm 不活性フューズド シリカチューブ
FPD リストリクタ:	1.4 m × 内径 0.15 mm 不活性フューズド シリカチューブ
PCM 1:	3.8 psi 定圧
注入口:	1 μL スプリットレス、250 °C、パーズ流量 0.25 分で 60 mL/min、ガスセーバーオン、 2 分で 20 mL/min
キャリア:	ヘリウム、定圧 43.5 psi、95 °C
オープン:	95 °C (1.3 分間)、15 °C/min で 95 ~ 125 °C、 5 °C/min で 125 ~ 165 °C、2.5 °C/min で 165 ~ 195 °C、20 °C/min で 195 ~ 280 °C (3.75 分間)
ポストランバックフラッシュ:	280 °C で 5 分間、バックフラッシュ中の PCM 1 圧力 70 psi、バックフラッシュ中の 注入口圧力 2 psi
MSD:	トランスファーライン 310 °C、 イオン源 310 °C、四重極 150 °C

使用した消耗品

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 ガラス/樹脂製の脚 (部品番号 5181-8872)
シリンジ:	5 μL (部品番号 5181-1273)
セプタム:	アドバンストグリーン (部品番号 5183-4759)
注入口ライナ:	不活性デュアルテーパーヘリックスライナ (部品番号 5188-5398)
フェエラル:	内径 0.4 mm、ショート、85/15 ベスベル/ グラフアイト (部品番号 5181-3323)
PCT フィッティング:	内部ナット (部品番号 G2855-20530)
PCT フェエラル:	SilTite フェエラル、内径 0.25 mm (部品番号 5188-5361)
20 倍拡大鏡:	20 倍拡大鏡ルーベ (部品番号 430-1020)

結果

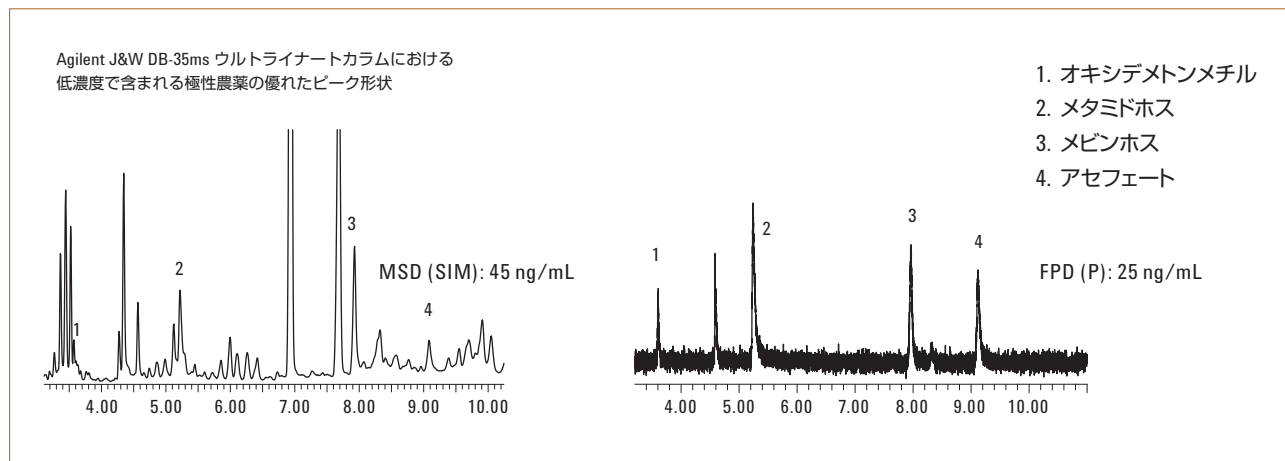


図 2. 分析困難な極性農薬の GC/MS/SIM および FPD クロマトグラムの部分拡大図。Agilent J&W DB-35ms UI キャピラリカラムで分析。前ページに記載のクロマトグラフィ条件を使用。カラム流のスプリット比は MSD : FPD = 3:1



このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS 抽出塩パッケージ、部品番号 5982-5555

Agilent Bond Elut QuEChERS 分散 SPE、一般的な果物および野菜用、15 mL チューブ、部品番号 5982-5058

Agilent J&W DB-35ms ウルトライナートカラム、20 m x 0.18 mm、0.18 μ m、部品番号 121-3822UI

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-7165JAJP を検索してください。

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC キットを用いた LC-MS/MS 検出による米中残留農薬の分析 (文献番号 5990-8034JAJP)

はじめに

このアプリケーションでは、QuEChERS AOAC サンプル前処理アプローチを使用して、米に含まれるさまざまなクラスの農薬を代表する 12 種類の残留農薬を抽出し、クリーンアップする方法について説明します。分析は、Agilent 1200 Infinity シリーズと、エレクトロスプレーイオン化を使用した Agilent 6460 トリプル四重極 LC/MS で行いました。平均回収率は 76 ~ 108 % でした (平均で 97.8 %)。

機器条件

HPLC 条件

カラム:	Agilent Poroshell 120 EC-C18、 2.1 × 100 mm、2.7 μm (部品番号 695775-902)
流量:	0.4 mL/min
カラム温度:	30 °C
注入量:	5 μL
移動相:	A: 0.1 % 酢酸水溶液 B: 0.1 % 酢酸 ACN 溶液
グラジエント:	時間 (分) %B
	0 5
	1 5
	3 50
	7 90
	8 90
	8.2 5
	9 5
ポストラン:	2 分
合計サイクルタイム:	11 分

MS 条件

ポジティブモード

ガス温度:	350 °C
ガス流量:	10 L/min
ネブライザ:	40 psi
キャピラリ:	3,500 V

QuEChERS 手順

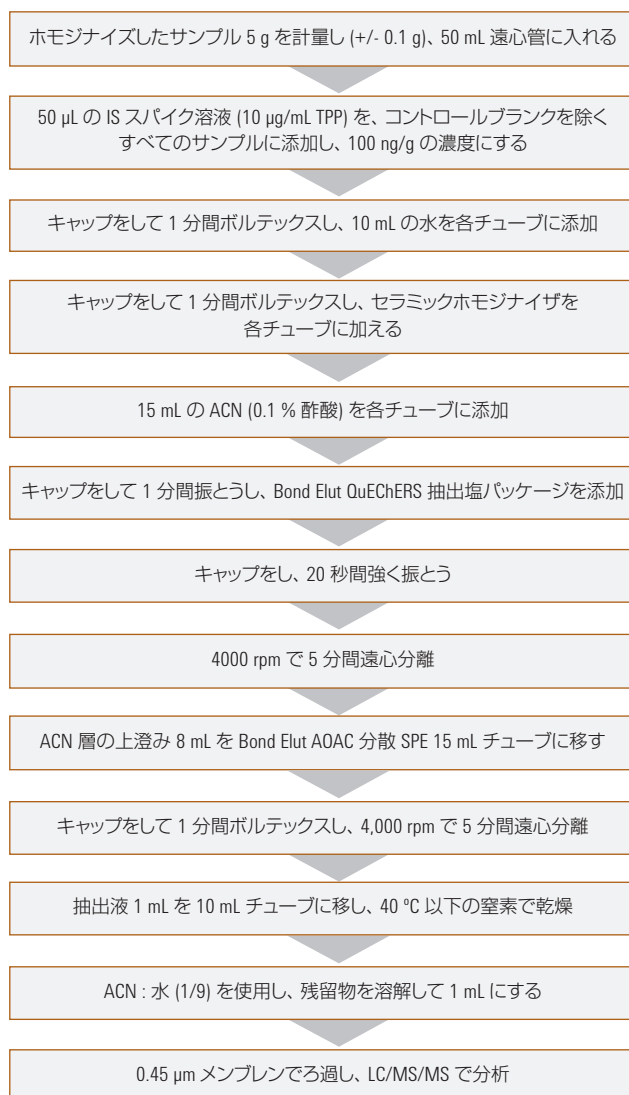


図 1. 米サンプルの Agilent QuEChERS 抽出手順

結果

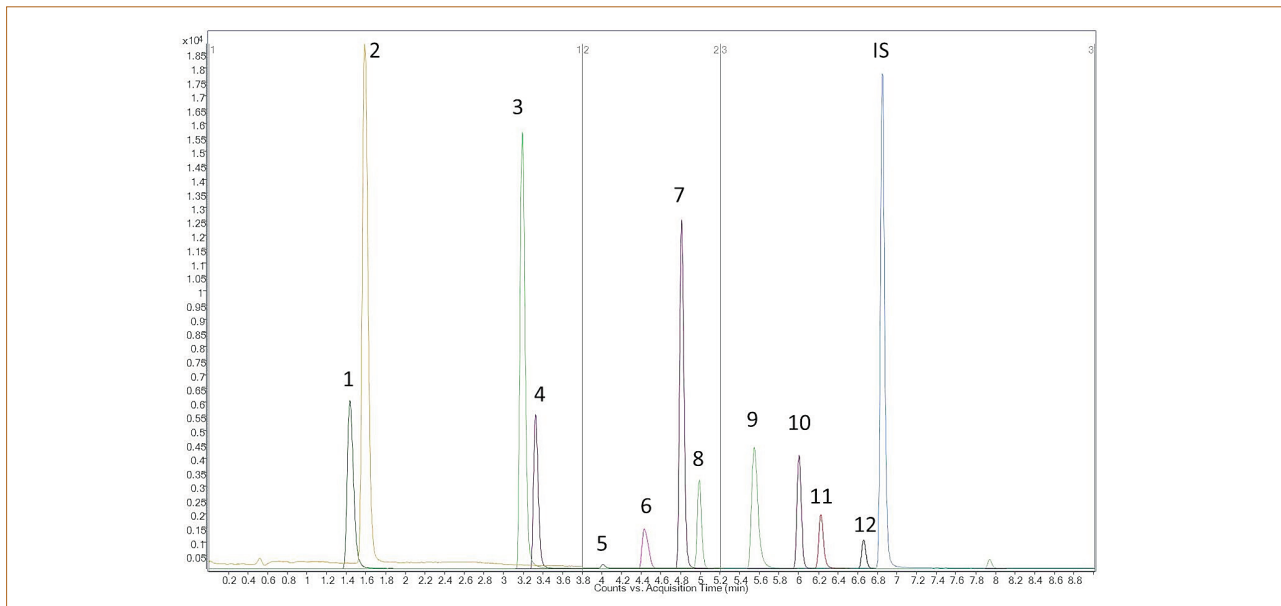


図 2. AOAC メソッドにより処理した米に 10 ng/g 添加したサンプルの MRM クロマトグラム。ピーク番号：1.ピメトロジン、2.アセフェート、3.カルベンダジム、4.チアベンダゾール、5.イミダクロプリド、6.イマザリル、7.プロボクスル、8.カルバリル、9.シプロジニル、10.エトプロホス、11.ペンコナゾール、12.クレンキシムメチル、IS：TPP

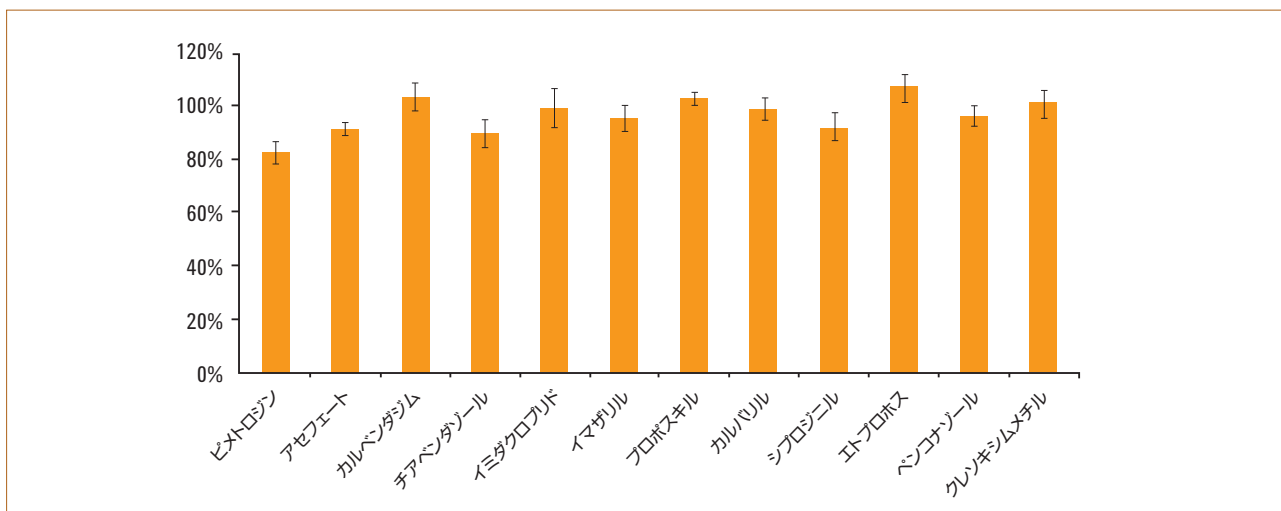


図 3. 米に含まれる 12 種類の農薬の回収率と精度

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS バッファあり AOAC 抽出キット、部品番号 5982-5755

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、脂質および蠟を含む果物および野菜用、
部品番号 5982-5158

Agilent セラミックホモジナイザ、50 mL チューブ、部品番号 5982-9313

Agilent Poroshell 120 EC-C18 カラム、2.1 × 100 mm、2.7 μm、部品番号 695775-902

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-8034JAJP を検索してください。

農作物および穀物に含まれる微量レベルの農薬の GC/MS/MS による 定量および繰り返し精度 (文献番号 5990-9317JAJP)

はじめに

このアプリケーションでは、QuEChERS サンプル前処理アプローチを使用して、6 種類の異なる農作物および穀類 (洋ナシ、オレンジ、イチゴ、小麦粉、コショウ、およびホウレン草) に含まれる代表的な 33 種類の農薬を抽出する方法について説明します。この分析は、Agilent 7890 GC と、農薬および環境汚染物質 MRM データベースを備えた Agilent 7000 トリプル四重極 GC/MS/MS アナライザで行いました。

QuEChERS 手順

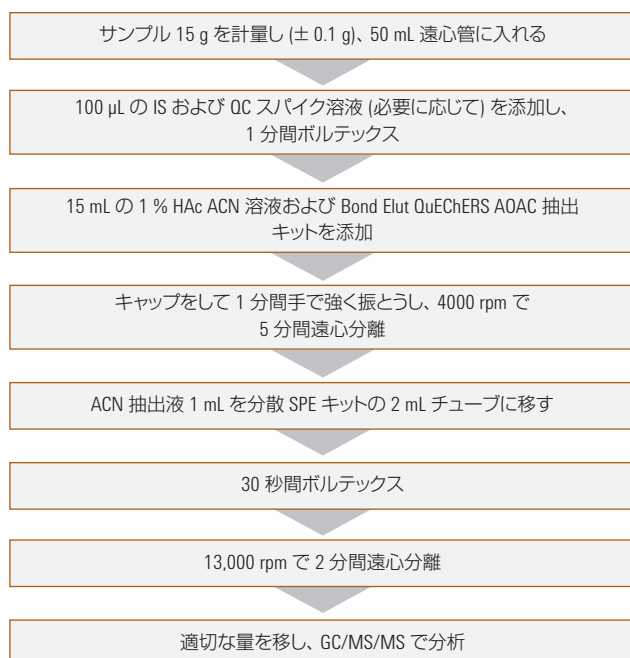


図 1. 農作物および穀物の QuEChERS AOAC 抽出手順

機器条件

GC 条件

分析カラム:	Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート、 15 m x 0.25 mm、0.25 µm (部品番号 19091-431UI)
カラムの接続:	注入口と パージ付き Ultimate ユニオンの間 (部品番号 G3182-61580)
GC:	Agilent 7890 シリーズ GC
オートサンブラ:	Agilent 7693 オートサンブラおよびサンプルトレイ 5 µL シリンジ (部品番号 5181-5246)、 1 µL 注入 注入後溶媒 A (アセトン) による洗浄: 3 回 注入後溶媒 B (アセトニトリル) による洗浄: 3 回 サンプルポンピング: 3 回
キャリアガス:	ヘリウム、定圧
注入口:	マルチモード注入口 (MMI)
注入口温度:	280 °C
注入モード:	パルスドスプリットレスモード
注入パルス圧力:	36 psi、1 分まで
スプリットベントへのパージ流量:	1 分で 50 mL/min
注入口圧力:	分析時 18.35 psi (RT ロック)、 バックフラッシュ時 1.0 psi
RT ロッキング:	8.298 分、クロロピリホスメチル
オープンプロファイル:	100 °C (2 分間)、50 °C/min で 100 ~ 150 °C、 6 °C/min で 150 ~ 200 °C、16 °C/min で 200 ~ 280 °C (6 分間)
ポストラン:	280 °C で 2 分
キャピラリー・フロー・テクノロジー:	パージ付き Ultimate ユニオン (部品番号 G3182-61580) – 分析カラムと注入口のバックフラッシュに使用 Aux EPC ガス: パージ付き Ultimate ユニオンに ヘリウムを配管
ブリードライン:	外径 0.0625 インチ x 内径 0.010 インチ x 100 cm、 316 SS チューブ、オープンの上
Aux 圧力:	分析時 4 psi、バックフラッシュ時 75 psi
リストリクタ:	不活性フューズドシリカチューブ、 0.65 mm x 0.15 mm (部品番号 160-7625-5)
リストリクタの接続:	パージ付き Ultimate ユニオンと MS の間
MS:	Agilent 7000 トリプル四重極 GC/MS
モード:	MRM
データベース:	アジレント農薬および環境汚染物質データ ベース (部品番号 G9250AA)
トランスファーライン温度:	280 °C
イオン源温度:	300 °C
四重極温度:	Q1、Q2 とともに 150 °C
溶媒待ち時間:	2.3 分
コリジョンガスフロー:	ヘリウムクエンチガス 2.35 mL/min、 N ₂ コリジョンガス 1.5 mL/min
MS 分離能:	MS1 および MS2 = 1.2 amu (低分離能またはワイド設定)

結果

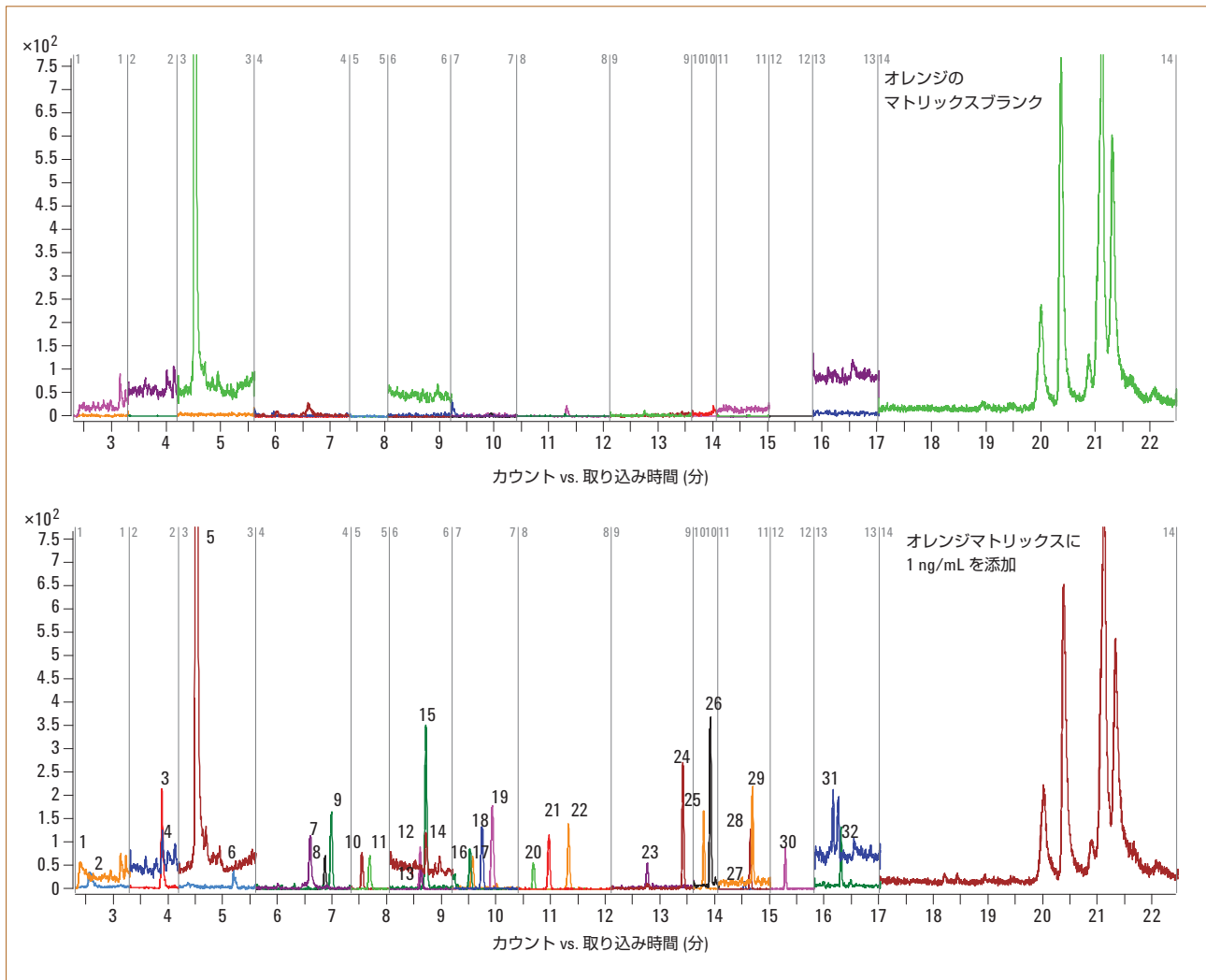


図2. オレンジのマトリクスブランクと、1 ng/mLの農薬を添加したオレンジマトリクスのGC/QQQ MRM クロマトグラム。ピーク番号についてはアプリケーションノート表3をご覧ください。オレンジマトリクスでは、デルタメトリン (33) はレスポンスが低いため 1 ng/mL では検出されませんでした。

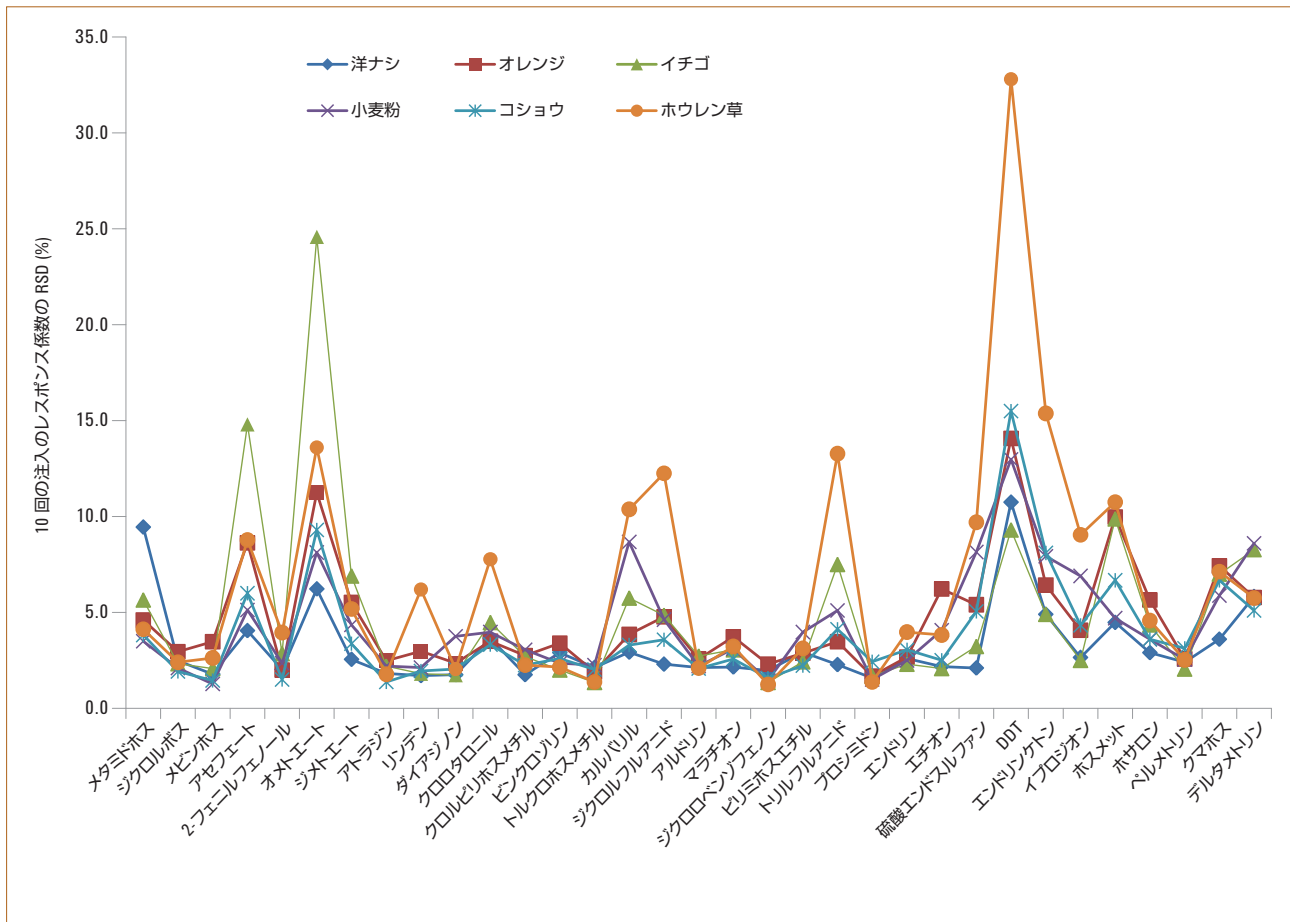


図3. さまざまなマトリックスに対する10回の注入の再現性 (レスポンス係数の% RSD)

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS バッファあり AOAC 抽出キット、部品番号 5982-5755

Agilent Bond Elut QuEChERS 汎用分散 SPE キット、部品番号 5982-5022

Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート GC カラム、15 m x 0.25 mm、0.25 μm、部品番号 19091-431UI

Agilent 農薬および環境汚染物質 MRM データベース、部品番号 G9250AA

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-9317JAJp を検索してください。

GC/MS メソッドと LC/MS メソッドの組み合わせによるジュース中の農薬の包括的な分析 (文献番号 5990-9924JAJP)

はじめに

このアプリケーションでは、QuEChERS サンプル前処理アプローチを使用し、野菜ジュースに含まれる 39 種類の残留農薬の包括的な分析に 3 種類の質量スペクトル技術 (GC/MS、GC/MS/MS、LC/MS/MS) を効果的に利用する方法について説明します。GC/MS の実験は、トリプルアクシスディテクタを備え、電子イオン化 (EI) モードで動作する Agilent 5975C シリーズ GC/MS イナート XL MSD に結合された Agilent 7890A シリーズ GC で行いました。GC/MS/MS の実験は、EI モードで動作する Agilent 7000B トリプル四重極 GC/MS に結合された Agilent 7890A シリーズ GC で行いました。LC/MS/MS の実験は、Jet Stream 技術を使用した Agilent 6460 シリーズトリプル四重極 LC/MS システムに結合された Agilent 1200 Infinity シリーズで行いました。この包括的なアプローチでは、野菜ジュースに含まれる 39 種類の農薬を高い信頼性でスクリーニングし、確認するために幅広い農薬クラスを網羅しています。

注：次の手順は、QuEChERS による抽出手順と dSPE によるクリーンアップ手順を使用した飲料からの抽出についての一般的なアプローチです。

QuEChERS 手順

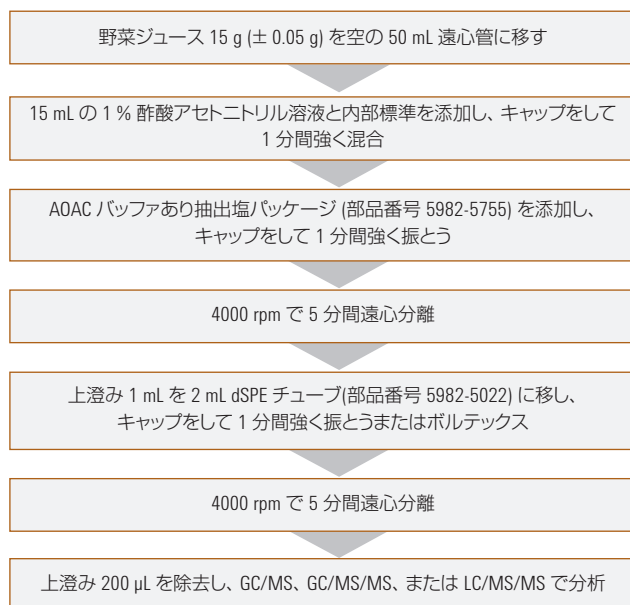


図 1. Agilent QuEChERS 抽出手順。注：この手順は、QuEChERS による抽出手順と分散 SPE によるクリーンアップ手順を使用した飲料からの抽出についての一般的なアプローチです。

GC/MS 条件

GC 条件

カラム： Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート、15 m × 0.25 mm、0.25 µm (部品番号 19091S-431UI)
 注入量： 1 µL
 注入モード： コールドスプリットレス (マルチモード注入口)
 注入口温度プログラム： 60 °C (0.35 分間)、900 °C/min で 60 ~ 280 °C (15 分間)、900 °C/min で 280 ~ 300 °C

オープンプログラム： **スキャンモード**
 70 °C (1 分間)
 50 °C/min で 70 ~ 150 °C
 6 °C/min で 150 ~ 200 °C
 16 °C/min で 200 ~ 280 °C、280 °C (5 分間)
 290 °C (4 分間、バックフラッシュ)

SIM モード

60 °C (1.5 分間)
 50 °C/min で 60 ~ 150 °C
 8 °C/min で 150 ~ 240 °C
 50 °C/min で 240 ~ 280 °C、280 °C (2.5 分間)
 100 °C/min で 280 ~ 290 °C、290 °C (2.05 分間)
 290 °C (4 分間、バックフラッシュ)

SIM の流量： 1 mL/min 定流量モード

スキャンの初期流量： 2.7 mL/min (公称値、定圧モード)

リテンションタイムロッキング： クロルピリホスメチルを 8.298 分にロック

リストリクタ： 0.7 m x 0.15 mm 不活性処理済み、(部品番号 160-7625-5)

トランスファーライン温度： 280 °C

バックフラッシュ構成： マルチモード注入口とパーズ付き Ultimate ユニオンの間に分析カラムを接続。パーズ付き Ultimate ユニオンと MSD の間に 0.7 m のリストリクタを接続。パーズ付き Ultimate ユニオンの圧力を、補助 EPC モジュールを使用して 4 psig に設定

MSD の条件

スキャンモード： スキャンと SIM は個別に実行

モード： 電子イオン化 (EI)

イオン源温度： 300 °C

四重極温度： 200 °C

GC/MS/MS 条件

GC 条件

カラム:	2本のAgilent J&W HP-5msウルトライナート、 15 m × 0.25 mm、0.25 μm (部品番号 19091S-431UI) カラムを パージ付き Ultimate ユニオンで結合
注入量:	1 μL
注入モード:	コールドスプリットレス (マルチモード注入口)
注入口温度プログラム:	60 °C (0.35 分間)、600 °C/min で 60 ~ 270 °C
オープンプログラム:	60 °C (1 分間) 40 °C/min で 60 ~ 170 °C 10 °C/min で 170 ~ 310 °C (1.25 分間)
流量:	1.224 mL/min (定流量)
溶媒待ち時間:	2.3 分
流量モード:	定流量、クオルピリホスメチルのリテンション タイムを 9.143 分にロック
トランスファーライン温度:	300 °C
分析時間:	19 分間
バックフラッシュ構成:	パージ付き Ultimate ユニオン (PUU) を 2本の 15 m 分析カラムの間に接続。分析の最後に、 GC オープンを 310 °C、注入口圧力を 1 psi、 PUU の圧力を 60 psi に保持して、カラム 1 を 4 分間バックフラッシュ

トリプル四重極 MS の条件

モード:	電子イオン化 (EI)、MRM
イオン源温度:	300 °C
四重極温度:	180 °C

LC/MS/MS 条件

LC 条件

カラム:	Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18、 2.1 × 100 mm、1.8 μm (部品番号 959758-902)
カラム温度:	40 °C
注入量:	5 μL
移動相:	A: 0.1 % ギ酸水溶液 B: 0.1 % ギ酸アセトニトリル溶液
分析時間:	15 分間
流量:	0.3 mL/min
グラジエント:	初期 5% B、10 分で 95% B、 その後の 5 分間で 100% B

トリプル四重極 MS の条件

モード:	ESI、ポジティブ、MRM
シースガス:	350 °C、11 L/min
乾燥ガス流量:	11 L/min
ネブライザ圧力:	40 psi
キャピラリ電圧:	4,000 V
ノズル電圧:	1,000 V



結果

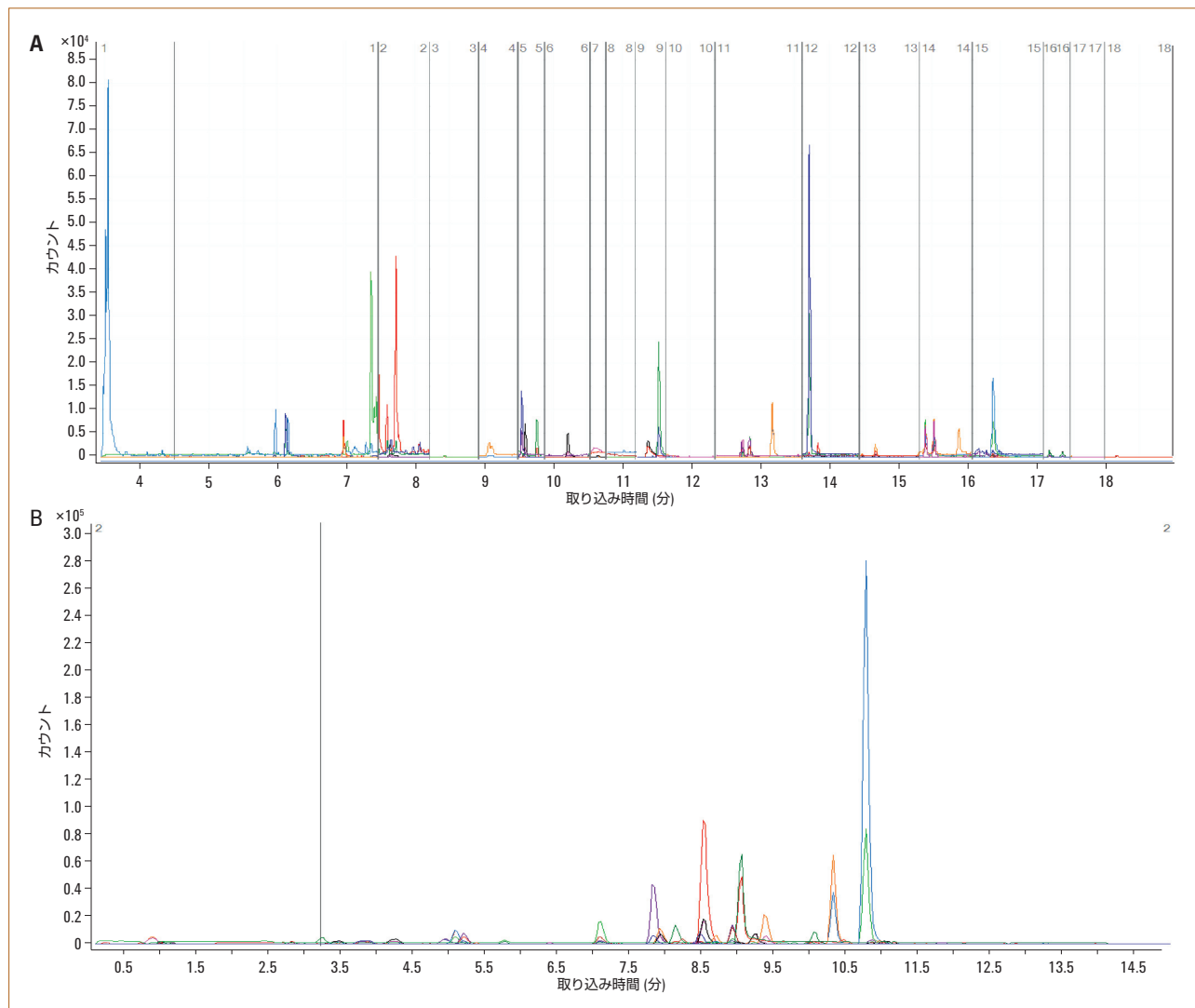


図 2. 10 ppb (ng/mL) で添加し、GC/MS/MS (図 2A) および LC/MS/MS (図 2B) を使用して野菜ジュースブレンドマトリックスで検出された農薬の MRM トランジション (重ね表示)

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS バッファあり AOAC 抽出キット、部品番号 5982-5755

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、果物および野菜用、部品番号 5982-5022

Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 カラム、2.1 x 100 mm、1.8 μ m、部品番号 959758-902

Agilent J&W HP-5ms ウルトライナートカラム、15 m x 0.25 mm、0.25 μ m、部品番号 19091S-431UI

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-9924JAJP を検索してください。

その他の食品用メソッド

Agilent Bond Elut QuEChERS キットを使用したウシ肝臓中キノロン系 抗生剤の LC/MS/MS による測定 (文献番号 5990-5085EN)

はじめに

ウシ肝臓に含まれる 11 種類のキノロン系抗生剤を測定するメソッドを次のように実施しました。

- Agilent Bond Elut QuEChERS キットを使用して、ウシ肝臓から対象化合物を抽出し、クリーンアップ
- 抽出には、Bond Elut EN 抽出キットと 5 % ギ酸アセトニトリル溶液を使用
- クリーンアップには、Bond Elut 分散 SPE キット (部品番号 5982-4921、25 mg C18 および 150 mg MgSO₄) を使用
- 抽出したサンプルを LC/MS/MS で分析
- 定量下限 (LOQ) は 5.0 ng/g
- 検量線は 5.0 ~ 400 ng/g の範囲で直線
- 事前に添加したサンプルの回収率は 62.0 ~ 113.1 %、RSD (n=6) 値は 2.2 ~ 13.4 %



機器条件

HPLC 条件

カラム:	Agilent ZORBAX ソルベントセーバプラス Eclipse Plus フェニルヘキシルカラム、 3.0 x 150 mm、3.5 μ m (部品番号 959963-312)		
流量:	0.3 mL/min		
カラム温度:	30 °C		
注入量:	10 μ L		
移動相:	A: 5 mM 酢酸アンモニウム水溶液、pH 3.0 B: 1:1 メタノール:アセトニトリル		
ポストタイム:	4 分		
グラジエント:	時間 (分)	% B	流量 (mL/min)
	0	15	0.3
	0.2	15	0.3
	8.0	75	0.3
	9.0	100	0.3
	11.5	終了	

MS 条件

極性:	ポジティブ
ガス温度:	325 °C
ガス流量:	8 L/min
ネプライザ:	50 psi
キャピラリ:	4,000 V

QuEChERS 手順

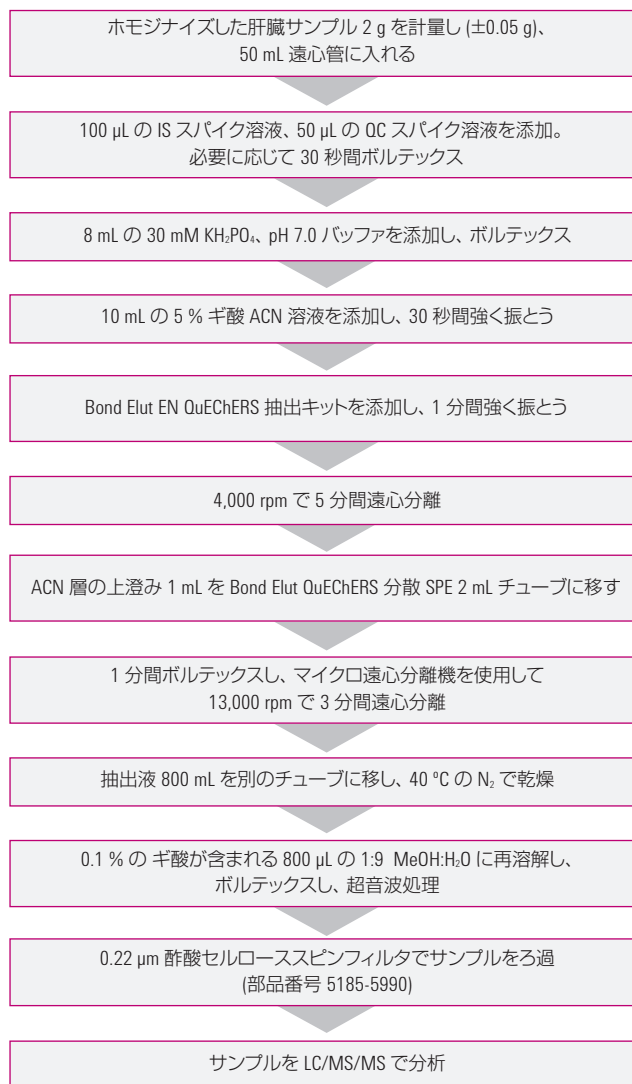


図 1. 抗生剤の Agilent QuEChERS 手順のフローチャート

結果

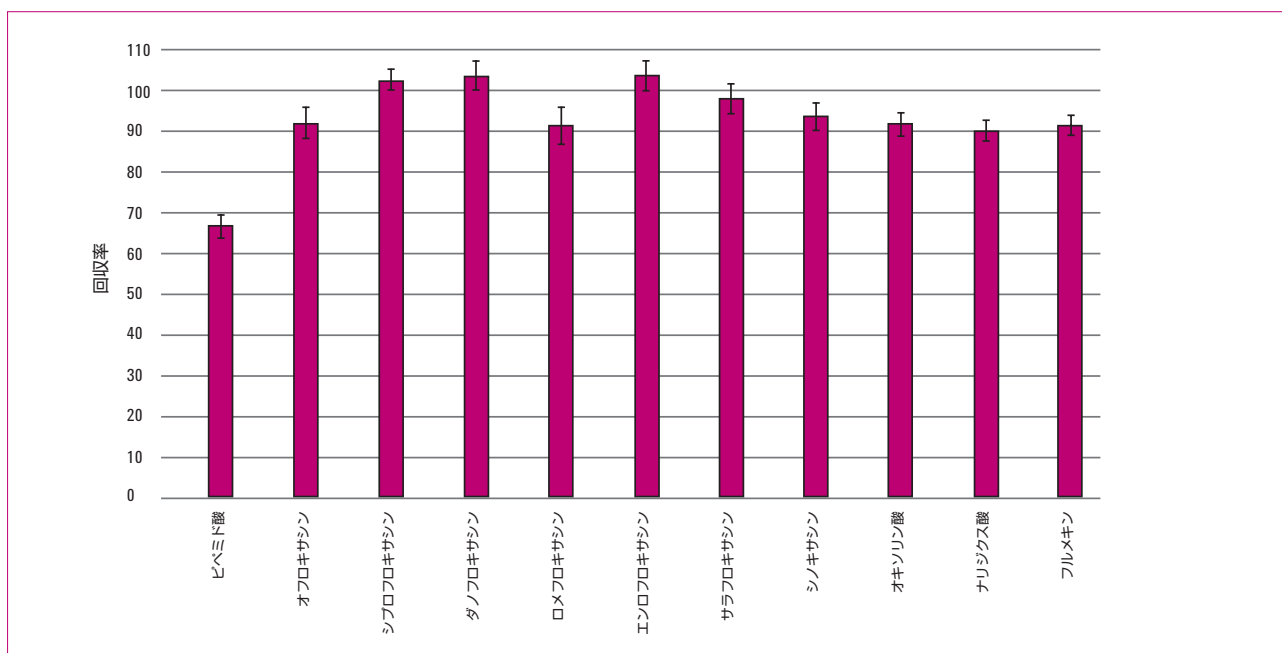


図 2. ウシ肝臓に含まれる 11 種類のキノロン系抗生剤の回収率と再現性

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 抽出キット、部品番号 5982-5650

Agilent Bond Elut QuEChERS 分散 SPE キット、2 mL、部品番号 5982-4921 または 15 mL、部品番号 5982-4956

Agilent ZORBAX ソルVENTセーバプラス Eclipse Plus フェニルヘキシル LC カラム、
3.0 x 150 mm、3.5 μm、部品番号 959963-312

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-5085EN を検索してください。

Agilent Bond Elut QuEChERS EN キットを使用したウシ肝臓中スルホンアミド系抗生剤の LC/MS/MS による測定 (文献番号 5990-5086EN)

はじめに

ウシ肝臓に含まれる 9 種類のスルホンアミド系抗生剤を測定するメソッドを次のように実施しました。

- Agilent Bond Elut QuEChERS キットを使用して、ウシ肝臓から対象化合物を抽出し、クリーンアップ
- 抽出には、Bond Elut EN 抽出キットと 1 % 酢酸 (AA) アセトニトリル溶液を使用
- クリーンアップには、脂肪を含むサンプル用の Bond Elut EN 分散 SPE キット、6 mL (150 mg PSA、150 mg C18、および 900 mg MgSO₄) を使用
- 抽出したサンプルを LC/MS/MS で分析
- 定量下限 (LOQ) は 2.0 ng/g
- 検量線は 2.0 ~ 400 ng/g の範囲で直線
- 添加回収試験の回収率は 53.0 ~ 92.8 %、RSD (n=6) 値は 2.1 ~ 16.8 %

機器条件

HPLC 条件

カラム:	Agilent ZORBAX Eclipse ラピッドレゾリューション HT Plus C18、3.0 x 50 mm、1.8 μm (部品番号 959941-302)
流量:	0.3 mL/min
カラム温度:	30 °C
注入量:	10 μL
移動相:	A: 5 mM 酢酸アンモニウム水溶液、pH 3.0 B: 1:1 メタノール:アセトニトリル
ポストタイム:	3.5 分
グラジエント:	時間 (分) % B 0 15 0.2 15 6.0 60 6.01 100 7.0 終了

MS 条件

極性:	ポジティブ
ガス温度:	325 °C
ガス流量:	8 L/min
ネブライザ:	50 psi
キャピラリー:	4,000 V

QuEChERS 手順

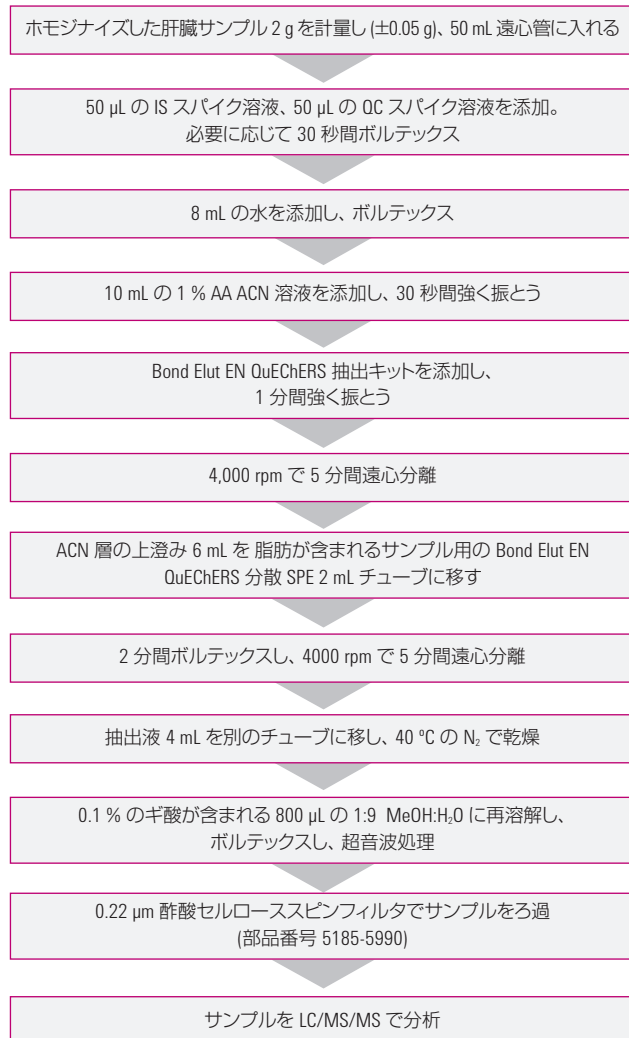


図 1. ウシ肝臓に含まれるスルホンアミド系抗生剤の Agilent QuEChERS 手順

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 抽出キット、
部品番号 5982-5650

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 分散 SPE キット、脂肪を含むサンプル用、部品番号 5982-5156

Agilent ZORBAX Eclipse ラピッドレゾリューション HT Plus C18 LC カラム、3.0 x 50 mm、1.8 μm、部品番号 959941-302

Agilent スピンフィルタ、0.22 μm 酢酸セルロース、
部品番号 5185-5990

結果

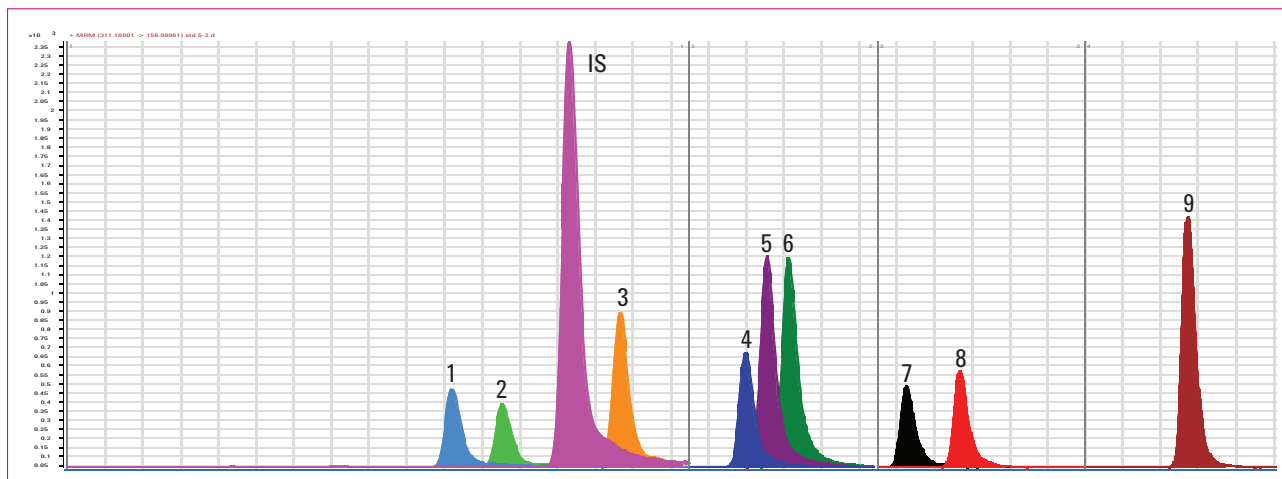


図 2. 100 ng/g 添加肝臓抽出液の LC/MS/MS クロマトグラム。ピーク番号：1.スルファジアジン、2.スルファチアゾール、3.スルファメラジン、4.スルファメチゾール、5.スルファメタジン、6.スルファメキシピリダジン、7.スルファクロロピリダジン、8.スルファメキサゾール、9.スルファジメキシニン、IS (内部標準)

表 1. 定量の結果 – 回収率と再現性 (n=6)

化合物	低い QC 濃度 (5 ng/g)		中程度の QC 濃度 (100 ng/g)		高い QC 濃度 (400 ng/g)	
	回収率	RSD	回収率	RSD	回収率	RSD
スルファジアジン	73.9	15.6	90.0	13.7	81.9	5.3
スルファチアゾール	62.9	16.8	75.3	8.4	67.9	5.8
スルファメラジン	77.6	11.5	92.8	6.6	82.0	4.2
スルファメチゾール	62.8	4.7	60.7	6.5	53.0	2.1
スルファメタジン	87.4	6.9	90.0	10.7	83.4	3.4
スルファメキシピリダジン	81.8	9.4	84.8	8.1	76.4	2.9
スルファクロロピリダジン	84.2	10.0	78.6	6.3	73.8	3.6
スルファメキサゾール	85.9	7.6	82.3	5.9	78.1	3.3
スルファジメキシニン	77.8	8.4	80.9	4.9	75.6	3.3

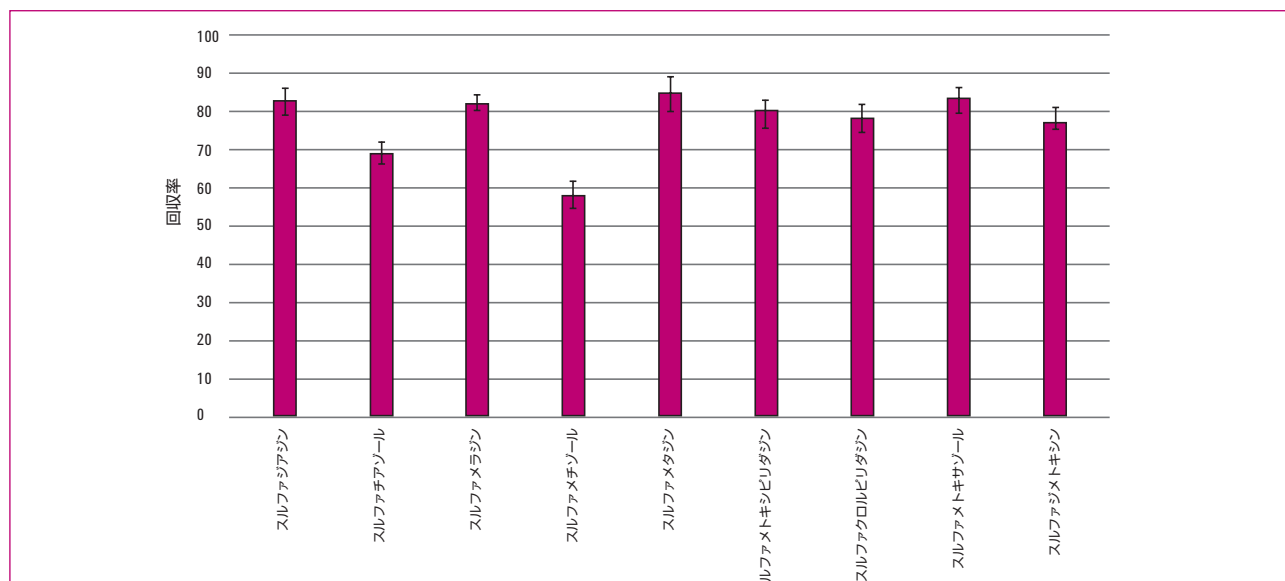


図 3. ウシ肝臓に含まれる 9 種類のスルホンアミドの回収率と再現性

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-5086EN を検索してください。

オリーブオイル中の受託ラボプログラム (CLP) 農薬の GC- μ ECD 分析 および確認 (文献番号 5990-5553EN)

はじめに

このアプリケーションでは、QuEChERS サンプル前処理アプローチを使用して、市販のオリーブオイルサンプルで 20 種類の受託ラボプログラム (CLP) 農薬を分析する方法について説明します。デュアル μ ECD およびデュアルキャピラリー GC カラムアプローチにより、オリーブサンプルに硫酸エンドスルファンとエンドスルファン 1 が含まれるときに 1 次分析と確認分析を同時に実行できました。ここでは、食品安全性の懸念に対応する、オリーブオイル中の CLP 農薬を監視するための堅牢で低コストの分析メソッドを示します。このメソッドは、オリーブオイルの日常的なスクリーニングにデュアルカラム μ ECD アプローチを GC/MS に代わる手段として使用できることを示しています。

QuEChERS 手順

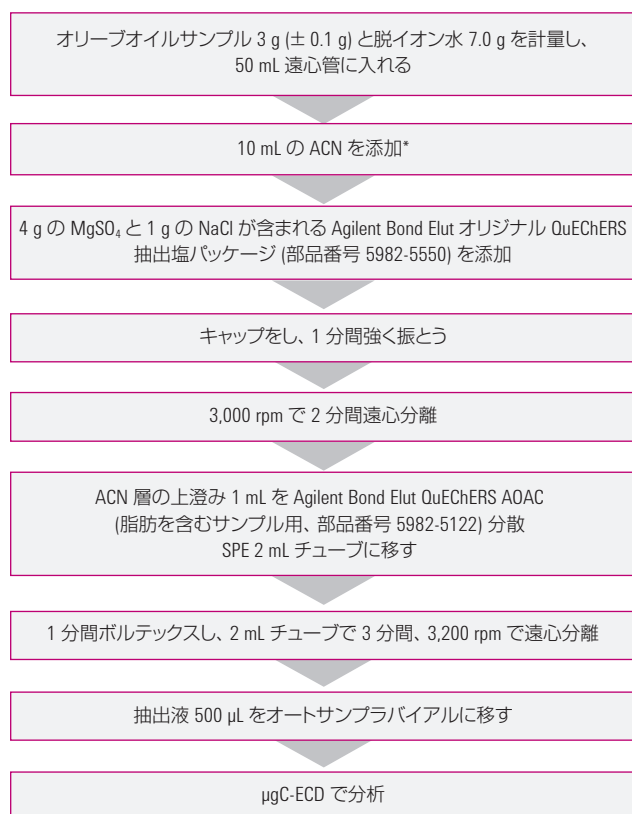


図 1. オリーブオイルに含まれる農薬の Agilent QuEChERS 手順。

* スパイク用標準物質はここで添加

機器条件

GC 条件

カラム 1:	Agilent J&W DB-35 ms 30 m \times 0.25 mm, 0.25 μ m (部品番号 122-3832)
カラム 2:	Agilent J&W DB-XLB 30 m \times 0.25 mm, 0.50 μ m (部品番号 122-1236)
GC/デュアル μ ECD:	デュアル μ ECD 検出および 7873B オートサンブラを備えた 7890A
CFT デバイス:	パージなし 2 方向スプリッタキャピラリー・ フロー・テクノロジー (部品番号 G3181B)
キャリアガス:	水素, 56 cm/sec
オープン:	110 $^{\circ}$ C (1.4 分間), 21 $^{\circ}$ C/min で 110 ~ 285 $^{\circ}$ C (1 分間), 30 $^{\circ}$ C/min で 285 ~ 300 $^{\circ}$ C (2 分間)
注入量:	1 μ L, 250 $^{\circ}$ C スプリットレス、 0.3 分でパージ 50 mL/min 2 分でガスセーブ 50 mL/min オン
デュアル μ -ECD:	350 $^{\circ}$ C, N ₂ メークアップ、 定流量カラム + メークアップ = 30 mL/min

使用した消耗品

バイアル:	茶色スクリーントップガラスバイアル (部品番号 5183-2072)
バイアルキャップ:	スクリューキャップ (部品番号 5182-0723)
バイアルインサート:	100 μ L ガラス/樹脂製の脚 (部品番号 5181-8872)
シリンジ:	5 μ L (部品番号 5183-4729)
セプタム:	アドバンスグリーン (部品番号 5183-4759)
注入口シール:	金メッキ注入口シール (部品番号 5188-5367)
注入口ライナ:	デュアルターナ直接接続ライナ (部品番号 G1544-80700)
フェラル:	内径 0.4 mm、ショート、85/15 ベスベル/ グラファイト (部品番号 5181-3323)
CFT フィッティング:	内部ナット (部品番号 G2855-20530)
CFT フェラル:	SilTite フェラル、内径 0.25 mm (部品番号 5188-5361)
20 倍拡大鏡:	20 倍拡大鏡ルーペ (部品番号 430-1020)

結果

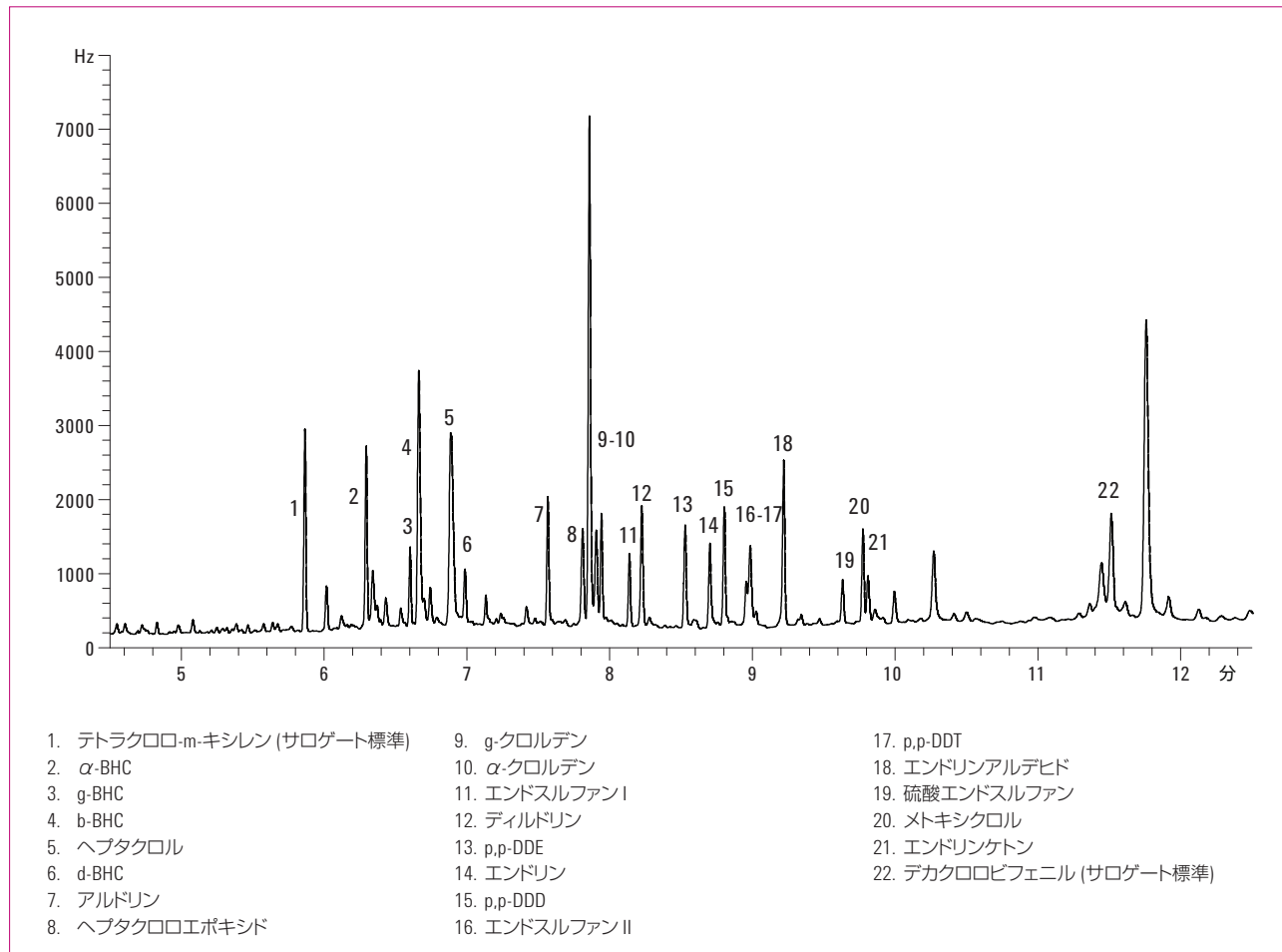


図2. 80 ng/mLのCLP農薬と20 ng/mLのサロゲート標準を添加したオリーブオイルサンプルのGC- μ ECDクロマトグラム



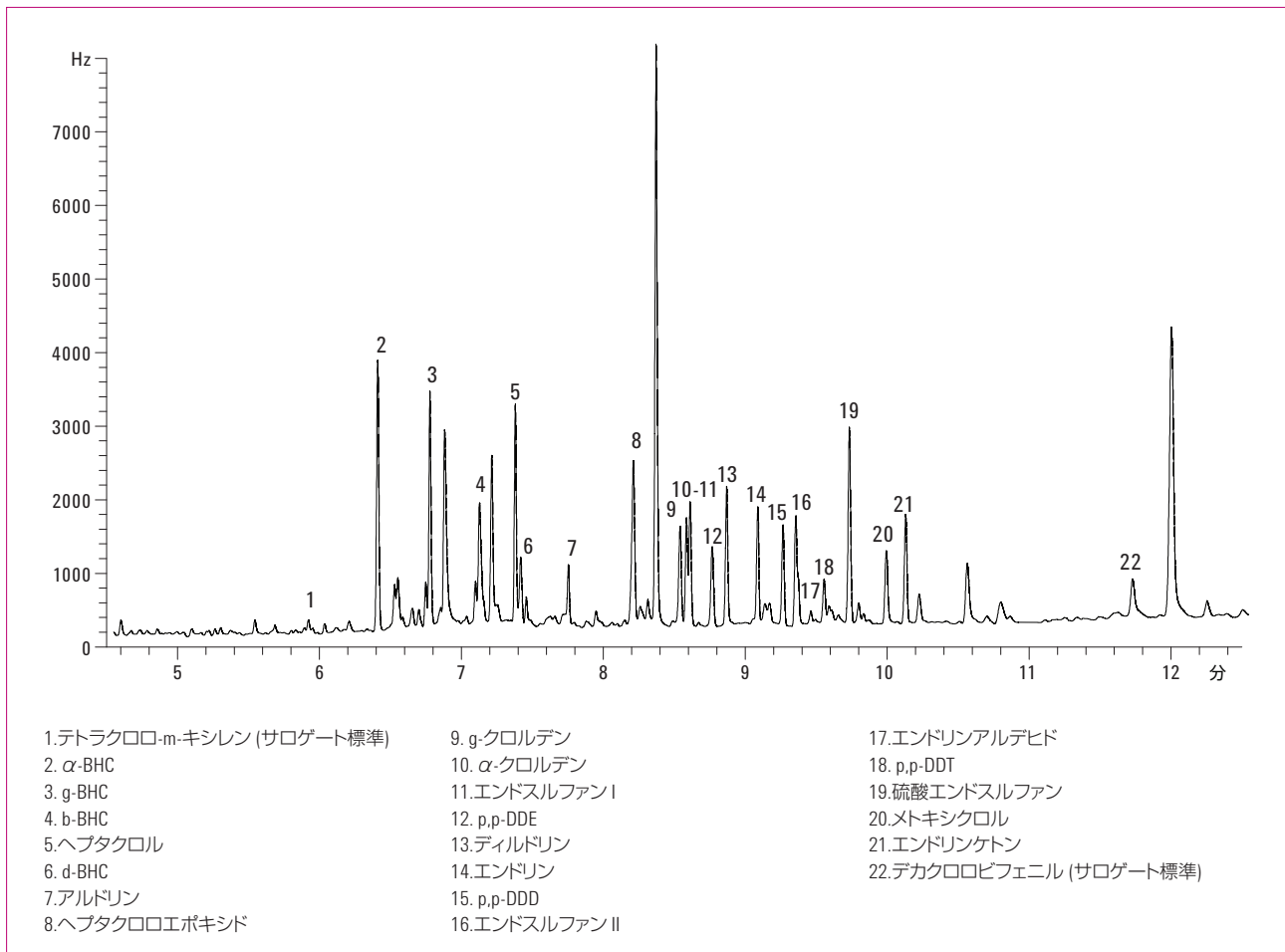


図3. 80 ng/mL の CLP 農業と 20 ng/mL のサロゲート標準を添加したオリーブオイルサンプルの GC-μECD クロマトグラム

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut オリジナル QuEChERS 抽出塩パッケージ、部品番号 5982-5550

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散 SPE、脂肪を含むサンプル用、2 mL チューブ、部品番号 5982-5122

Agilent J&W DB-35ms カラム、30 m x 0.25 mm、0.25 μm、部品番号 122-3832

Agilent J&W DB-XLB カラム、30 m x 0.25 mm、0.50 μm、部品番号 122-1236

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-5553EN を検索してください。

修正版 Agilent Bond Elut QuEChERS メソッドによるレモンオイル中の農薬の測定 (文献番号 5990-6432EN)

はじめに

このアプリケーションでは、Agilent Bond Elut QuEChERS による抽出と修正版分散 SPE を Agilent ガスクロマトグラフィおよび Agilent 5975C シリーズ GC/MSD と組み合わせて使用することで、レモンエッセンシャルオイルに含まれる残留農薬を測定する簡単で迅速な抽出手順について説明します。エッセンシャルオイルに含まれる農薬の抽出は、オイルマトリックスが複雑なため、困難であると考えられています。ここに示すアプローチでは、複数の分散 SPE 手順を最初の抽出手順のヘキサンとあわせて使用しているため、SIM を使用した GC/MS で分析可能なクリーンな抽出液が得られます。

機器条件

GC 条件

カラム:	Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート、 15 m × 0.25 mm、0.25 μm
注入口:	スプリットレス
注入口ライナ:	ヘリックスダブルテーパー、不活性処理済み (部品番号 5188-5398)
キャリアガス:	ヘリウム
注入口圧力:	19.6 psi (定圧モード)
注入口温度:	250 °C
注入量:	1.0 μL
スプリットベントへのパーセント流量:	0.75 分で 30 mL/min
オープン温度	
プログラム:	70 °C (1 分間) 50 °C/min で 70 ~ 150 °C (0 分間) 6 °C /min で 150 ~ 200 °C (0 分間) 16 °C/min で 200 ~ 280 °C (6 分間)

MS 条件

チューニングファイル:	Atune.u
モード:	SIM (設定の詳細はアプリケーションノートの 表 3 を参照)
イオン源、四重極、 トランスファー:	それぞれ 230 °C、150 °C、280 °C ライン温度
溶媒待ち時間:	2.30 分
マルチプライヤ電圧:	オートチューン電圧

QuEChERS 手順

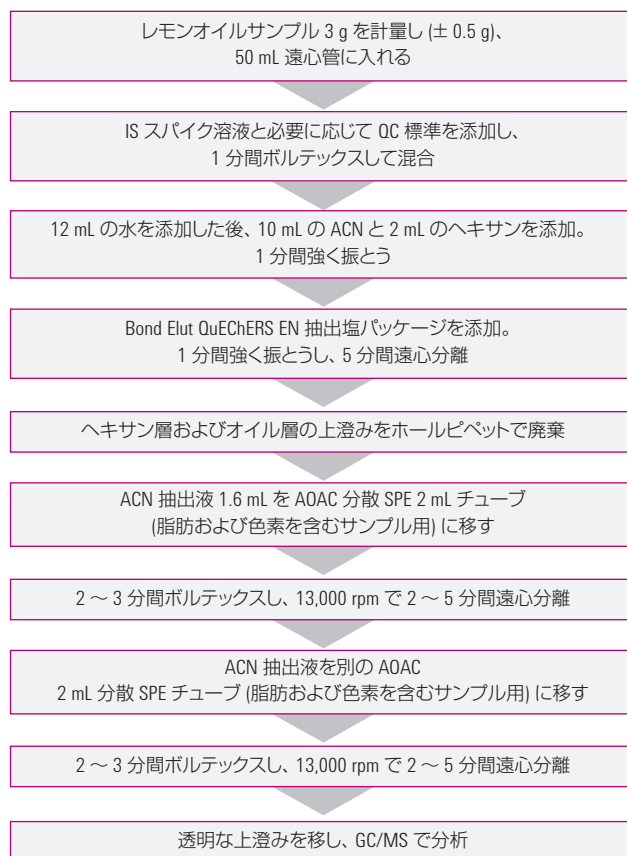


図 1. レモンオイルに含まれる農薬用の修正版 Agilent QuEChERS EN 抽出手順

結果

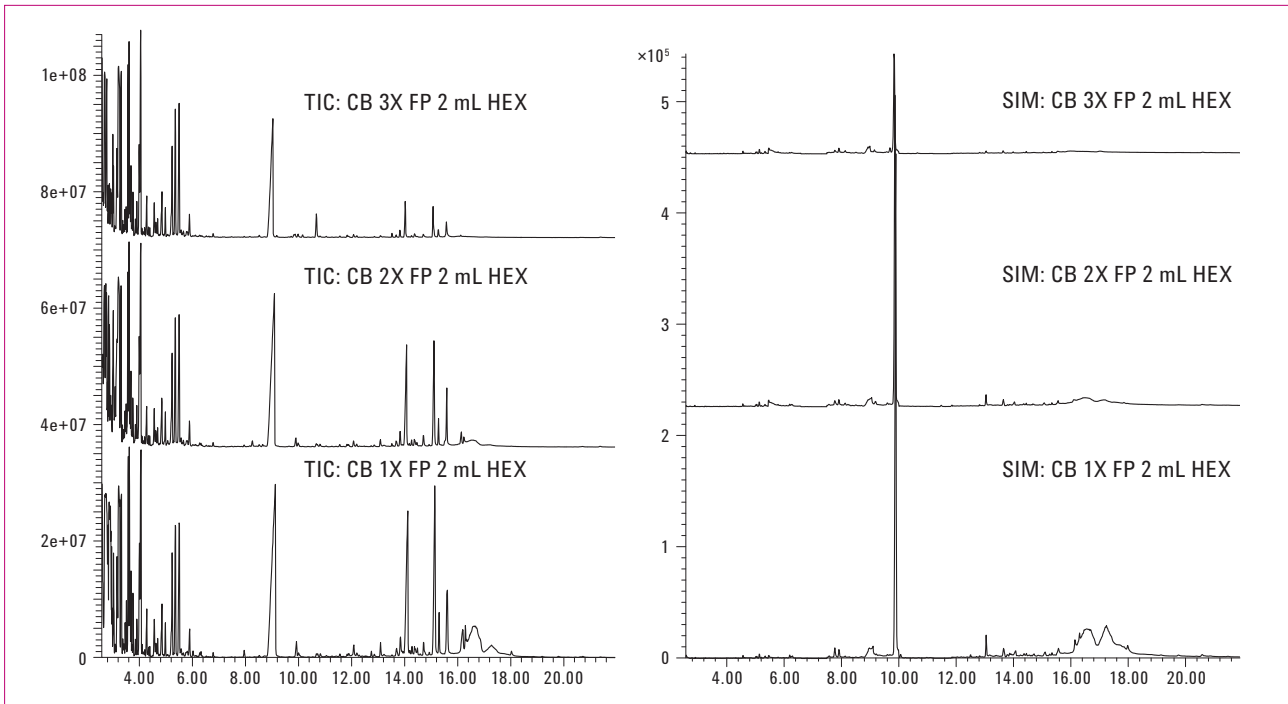


図 2. ヘキサンへの添加や複数の分散 SPE 手順を伴うメソッド開発実験の最適化された抽出。CB (コントロールブランク)、FP (AOAC 分散 SPE、脂肪と色素を含むサンプル用)、HEX (ヘキサン)



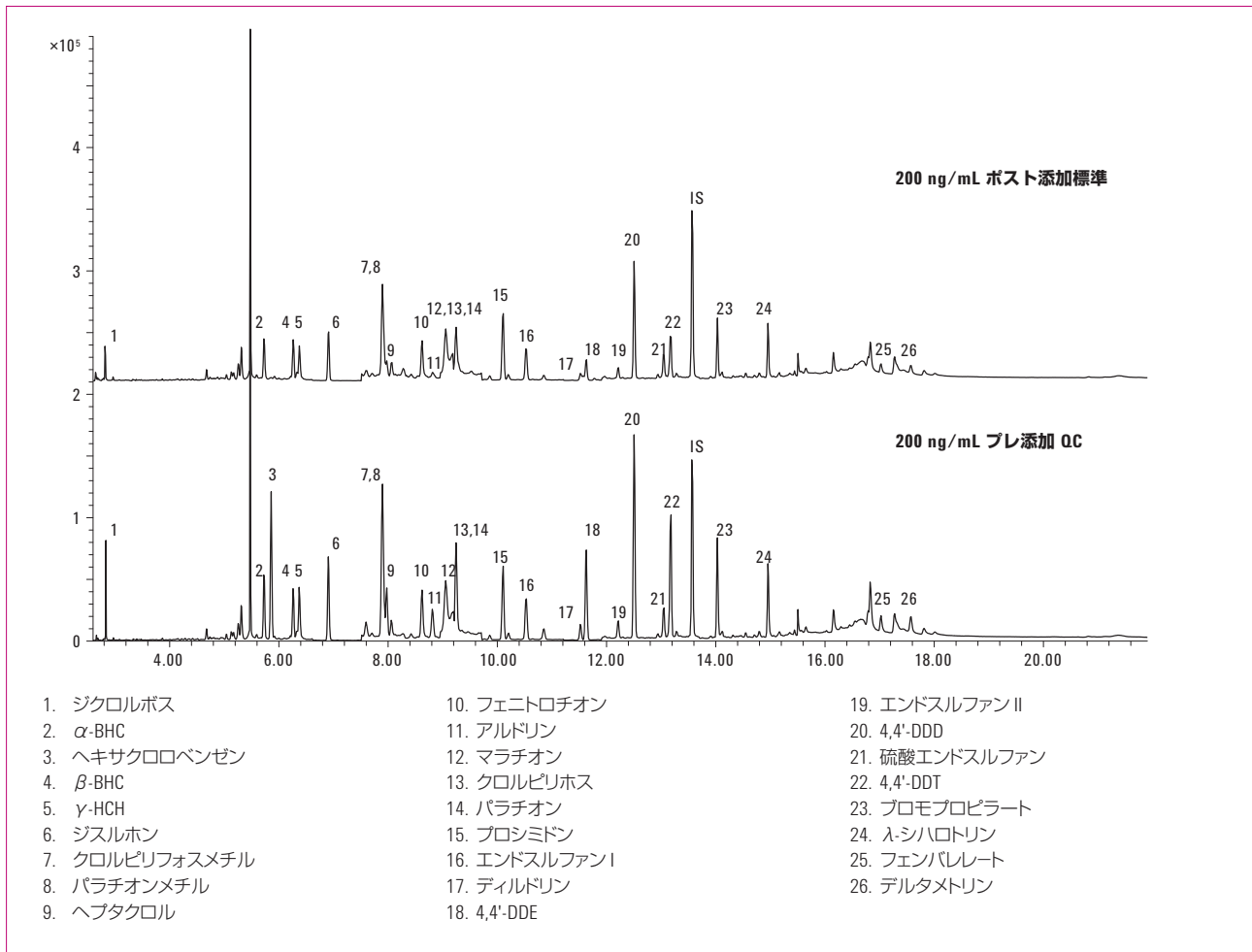


図 3. 200 ng/mL をプレマトリックスまたはポストマトリックス添加したサンプルの GC/MS クロマトグラム。ここに、添加前および添加後のレモンオイル抽出液のクロマトグラムを示します。26 種類の農薬のうち 25 種類で、平均 RSD < 5 % の再現性の高い結果が得られました。

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS バッファあり EN 抽出キット、部品番号 5982-5650

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、脂肪および色素を含むサンプル用、部品番号 5982-5421

Agilent J&W HP-5MS ウルトライナートカラム、15 m x 0.25 mm、0.25 μm、部品番号 19091S-431UI

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-6432EN を検索してください。

Agilent Bond Elut QuEChERS dSPE サンプル前処理および高効率 DB-5ms ウルトライナート GC カラムを使用した GC/MS による魚中の多環芳香族炭化水素 (PAH) の分析 (文献番号 5990-6668EN)

はじめに

このアプリケーションでは、QuEChERS 分散固相抽出 (dSPE) サンプル前処理アプローチを使用して、魚に含まれる低濃度および微量の多環芳香族炭化水素 (PAH) を測定する方法について説明します。分析は、マルチモード注入口 (MMI) および Agilent 7693 オートサンプラを備えた Agilent 7890 GC および Agilent 5975B GC/MS システムで行いました。GC には、自動バックフラッシュ用に圧力制御ティ (PCT) ポストカラムも設置しました。回収率は 80 ~ 139 % でした。

QuEChERS 手順

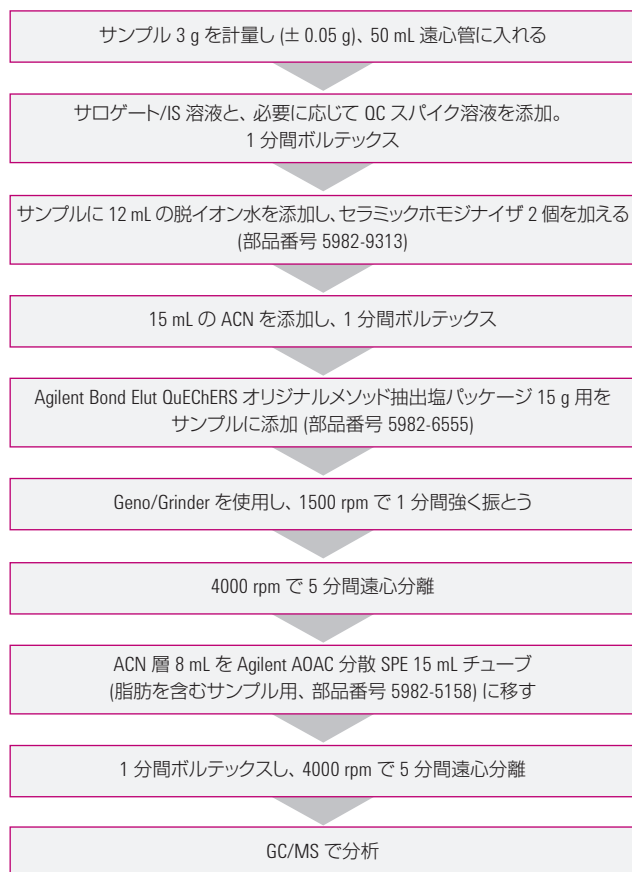


図 1. 魚サンプルの修正版 Agilent Bond Elut QuEChERS 抽出手順

機器条件

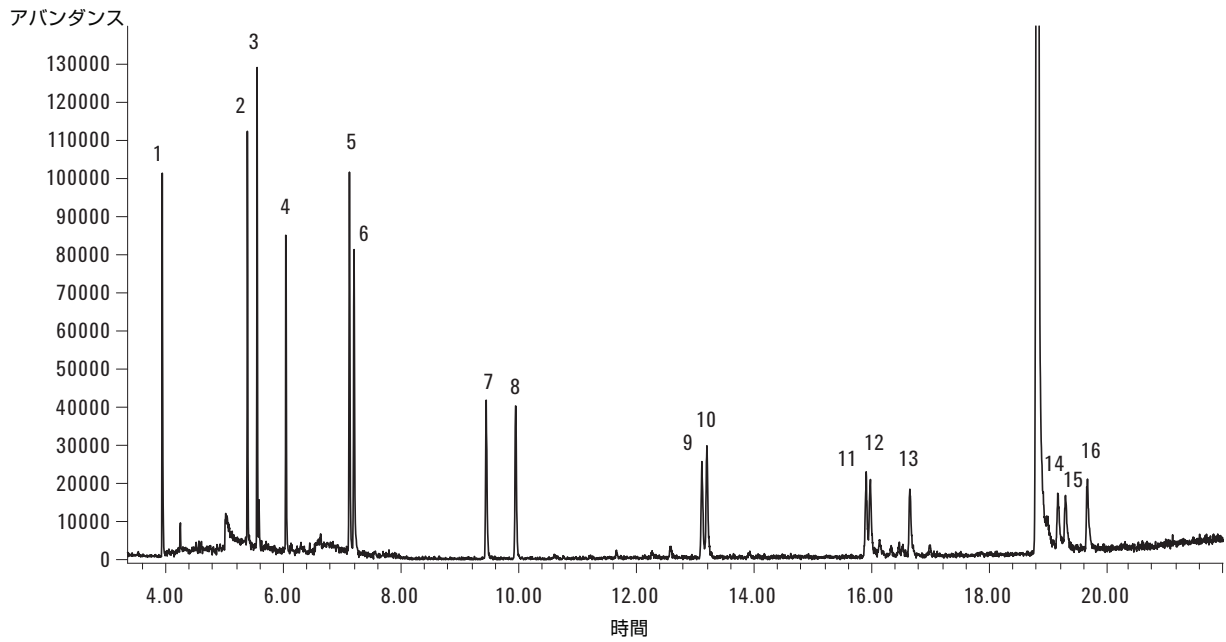
GC 条件

カラム:	Agilent J&W DB-5ms UI 20 m × 0.18 mm、0.18 μm (部品番号 122-5522UI)
GC/MSD:	Agilent 7890 GC/Agilent 5975B GC/MS システム
サンプラ:	Agilent 7693 オートサンプラ、 5.0 μL シリンジ (部品番号 5181-1273)
PCT 装置:	パーシ付き Ultimate ユニオン (部品番号 G3186-60580)
キャリア:	ヘリウム、定流量、1.7 mL/min
リストリクタ:	0.7 m × 内径 0.15 mm 不活性処理済み シリカチューブ
PCM 1:	3.8 psi 定圧
MMI:	0.5 μL スプリットレス、320 °C、0.8 分で パーシ流量 50 mL/min 2 分でガスセーバ 30 mL/min
オープン:	50 °C (0.4 分間)、25 °C/min で 50 ~ 195 °C (1.5 分間)、8 °C/min で 195 ~ 265 °C、 20 °C/min で 265 ~ 315 °C (1.25 分間)
ポストランバックフラッシュ:	315 °C で 7 分間、バックフラッシュ圧力 70 psi、バックフラッシュ中の注入口圧力 2 psi
MSD:	340 °C トランスファーライン、 340 °C イオン源、150 °C 四重極

使用した消耗品

バイアル:	茶色スクリュートップガラスバイアル (部品番号 5183-2072)
バイアルキャップ:	スクリューキャップ、青 (部品番号 5182-0717)
バイアルインサート:	100 μL ガラス/樹脂製の脚 (部品番号 5181-8872)
シリンジ:	5 μL (部品番号 5181-1273)
セプタム:	アドバンストグリーン (部品番号 5183-4759)
注入ロライナ:	不活性デュアルテーパーヘリックスライナ (部品番号 G5188-5398)
フェラル:	内径 0.4 mm、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:	内部ナット (部品番号 G2855-20530)
PCT フェラル:	SiTite フェラル、内径 0.25 mm (部品番号 5188-5361)
20 倍拡大鏡:	20 倍拡大鏡ルーペ (部品番号 430-1020)

Agilent J&W DB-5ms ウルトラライナートカラムでの 16 種類の PAH の分離



- 1. ナフタレン
- 2. アセナフチレン
- 3. アセナフテン
- 4. フルオレン
- 5. フェナンチレン
- 6. アントラセン

- 7. フルオランテン
- 8. ピレン
- 9. ベンズ [a] アントラセン
- 10. クリセン
- 11. ベンゾ [b] フルオランテン
- 12. ベンゾ [k] フルオランテン

- 13. ベンズ [a] ピレン
- 14. インデノ [1,2,3-c,d] ピレン
- 15. ジベンズ [a,h] アントラセン
- 16. ベンゾ [g,h,i] ペリレン

図 2. Agilent J&W DB-5ms ウルトラライナート GC キャピラリカラム (部品番号 122-5522UI) により分析した 500 ng/mL PAH 標準品の GC/MS クロマトグラム。前ページに記載のクロマトグラフィ条件を使用。



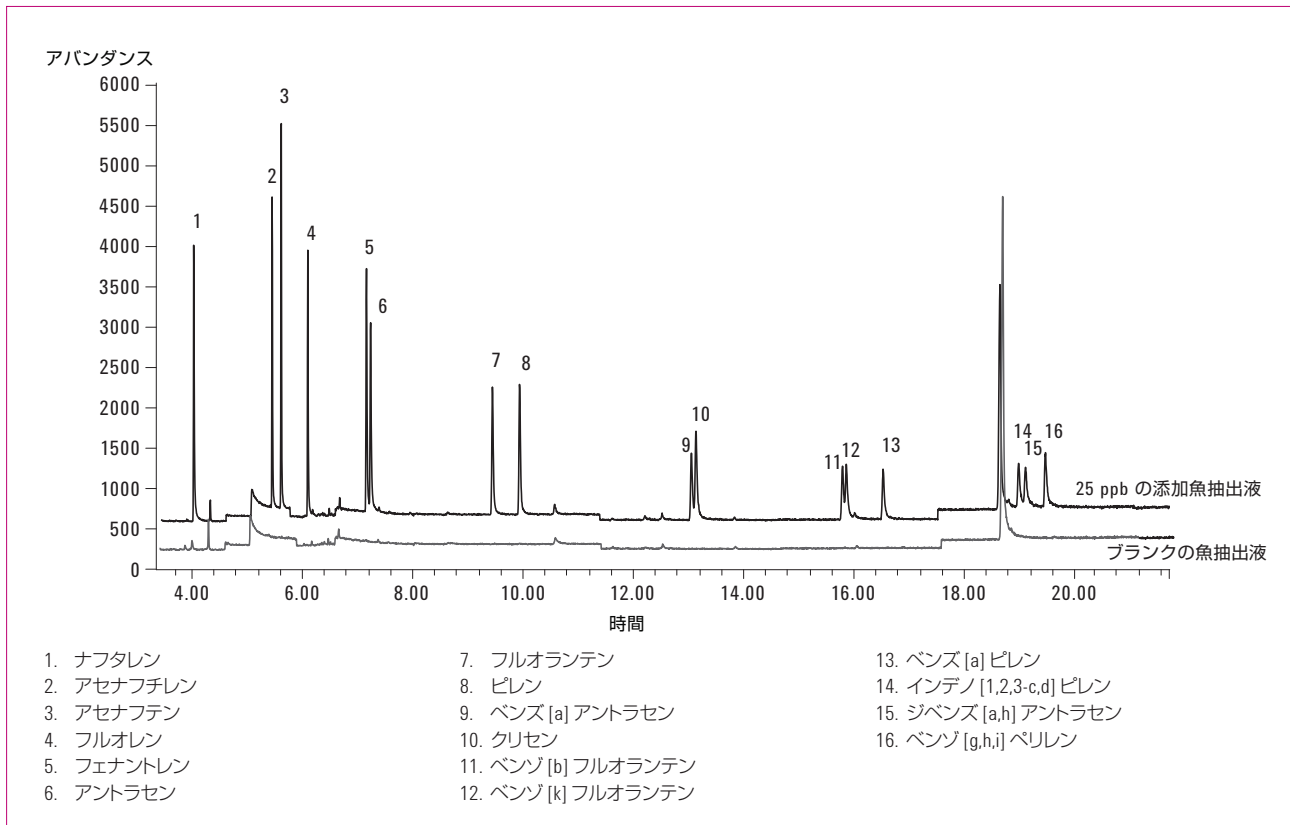


図 3. Agilent J&W DB-5ms ウルトライナート GC キャピラリカラムで分析した魚抽出液ブランクと 25 ng/mL 添加魚抽出液の GC/MS SIM クロマトグラム。
84 ページに記載のクロマトグラフィ条件を使用。

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS 抽出塩パッケージ、部品番号 5982-6555

Agilent Bond Elut QuEChERS 分散 SPE、脂肪を含むサンプル用、15 mL チューブ、部品番号 5982-5158

Agilent Bond Elut QuEChERS セラミックホモジナイザ、50 mL チューブ、部品番号 5982-9313

Agilent J&W DB-5ms ウルトライナートカラム、20 m × 0.18 mm、0.18 μm、部品番号 122-5522UI

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-6668EN を検索してください。

ガラスウール付きウルトラライナーを使用した GC/MS/MS による食品中の農薬の分析 (文献番号 5990-7706EN)

はじめに

このアプリケーションでは、QuEChERS サンプル前処理アプローチを使用して多成分残留農薬を分析する方法について説明します。ホワイトフラワー、バナナ、イチゴ、洋ナシ、レタスの 5 種類の果物および野菜を選択しました。分析が困難な 33 種類の代表的な農薬を選択し、Agilent ウルトラライナーを評価しました。QuEChERS AOAC メソッドにより抽出した果物および野菜マトリックスブランクサンプルに農薬標準品を添加しました。すべてのテストは、7693B オートサンプルラと 7000 シリーズトリプル四重極 MSD システムを備えた Agilent 7890A GC で行いました。抽出したサンプルを使用して、ガラスウール付き Agilent ウルトラライナーの優れた性能を示しました。

QuEChERS 手順

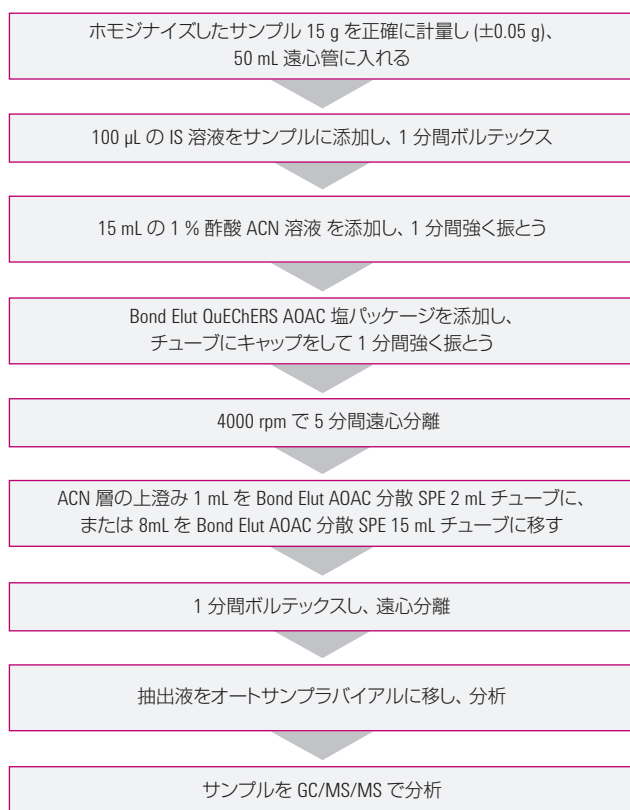


図 1. 食品に含まれる農薬の QuEChERS AOAC サンプル前処理手順

機器条件

GC 条件

分析カラム:	Agilent J&W HP-5ms ウルトラライナー、 15 m × 0.25 mm、0.25 µm (部品番号 19091-431UI)
GC:	Agilent 7890A シリーズ
オートサンプルラ:	Agilent 7693 オートサンプルラおよびサンプル トレイ、5 µL シリンジ (部品番号 5181-5246)、 注入量 1 µL 注入後溶媒 A (アセトン) 洗浄: 3 回 サンプルポンピング: 3 回 注入後 溶媒 B (アセトニトリル) 洗浄: 3 回
キャリアガス:	ヘリウム、定圧
注入口:	MMI 注入口、パルスドスプリットレス モード: 280 °C
注入パルス圧力:	36 psi、1 分まで
スプリットベントへのパージ流量:	1 分で 50 mL/min
注入口圧力:	分析時 18.35 psi (RT ロック)、 バックフラッシュ時 1.0 psi
RT ロッキング:	8.298 分、クロロピリホスメチル
オーブンプロファイル:	100 °C (2 分間)、50 °C/min で 100 ~ 150 °C、 6 °C/min で 150 ~ 200 °C、16 °C/min で 200 ~ 280 °C 6 分間保持 (サンプル分析の ため)、100 °C (1 分間) 100 °C/min で 100 ~ 280 °C、5.2 分間保持 (マトリックスブランク の分析のため)
ポストラン:	280 °C で 2 分
キャピラリー・フロー・テクノロジー:	パージ付き Ultimate ユニオン (部品番号 G3182-61580) – 分析カラムと注入口のバック フラッシュに使用
Aux EPC ガス:	パージ付き Ultimate ユニオンに配管された ヘリウム
ブリードライン:	外径 0.0625 インチ x 内径 0.010 インチ x 100 cm、 316 SS チューブ、オープンの上部
Aux 圧力:	分析時 4 psi、バックフラッシュ時 75 psi
接続部:	注入口とパージ付き Ultimate ユニオンの間 (部品番号 G3182-61580)
リストリクタ:	不活性フューズドシリカチューブ、 0.65 m × 0.15 mm (部品番号 160-7625-5)
接続部:	パージ付き Ultimate ユニオンと MSD の間
MSD:	Agilent 7000 トリプル四重極イナート、 パフォーマンスエレクトロニクス付き
真空ポンプ:	パフォーマンススターボ
モード:	MRM
チューニングファイル:	Atune.u
トランスファーライン	
温度:	280 °C
イオン源温度:	300 °C
四重極温度:	Q1 および Q2、150 °C
溶媒待ち時間:	2.3 分
コリジョンガスフロー:	He クエンチガス 2.35 mL/min、 N ₂ コリジョンガス 1.5 mL/min
MS 分離能:	MS1 および MS2、1.2 u

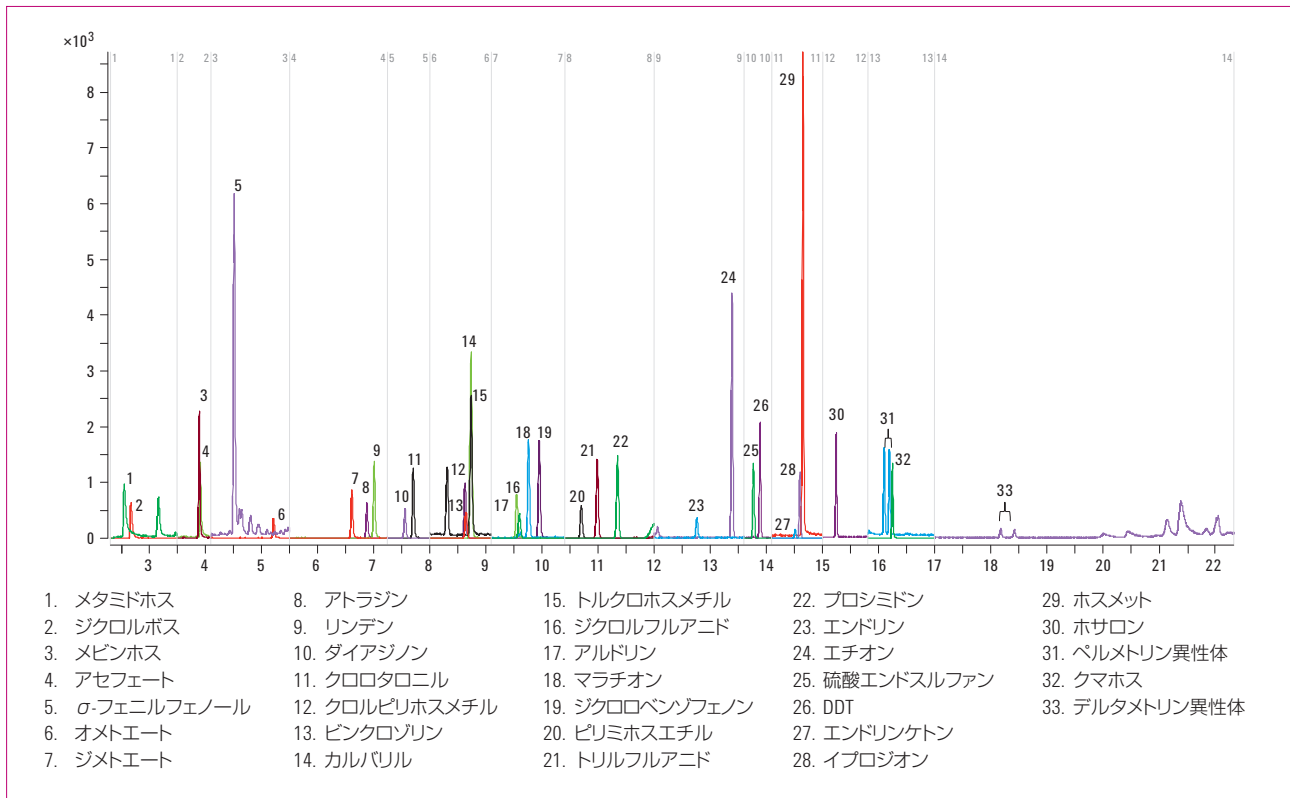


図 2. ガラスウール付きウルトラライナートライナを使用した、10 ppb で添加した QuEChERS サンプルの GC/MS/MS クロマトグラム

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS バッファあり AOAC 抽出キット、部品番号 5982-5755

Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 分散 SPE キット、一般的な果物および野菜用、
2 mL、部品番号 5982-5022

Agilent J&W HP-5ms ウルトラライナート GC カラム、15 m x 0.25 mm、0.25 μ m、部品番号 19091-431UI

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で
5990-7706EN を検索してください。

Agilent 7000トリプル四重極 GC/MS システムを使用した貝中の 化学汚染物質の測定 (文献番号 5990-7714EN)

はじめに

このアプリケーションでは、QuEChERS サンプル前処理アプローチを使用して、ムール貝組織に含まれる有機塩素系農薬、多環芳香族炭化水素、およびポリ塩化ビフェニル類を測定する方法について説明します。分析は、二酸化炭素冷却マルチモード注入口 (MMI) と Agilent 7693A オートサンプラを備えた Agilent 7890 GC と Agilent 7000トリプル四重極 GC/MS システムで行いました。このアプリケーションでは、QuEChERS 抽出を溶媒とカラムに充填した SPE クリーンアップ手順と組み合わせて、対象化合物の GC/QQQ による確認に適した最終抽出液を取得しました。

機器条件

GC 条件

カラム (1):	Agilent J&W DB-5ms ウルトライナート、 15 m × 内径 0.25 mm、0.25 μm (部品番号 122-5512UI)
カラム (2):	Agilent J&W DB-5ms ウルトライナート、 0.65 m × 内径 0.15 mm、0.15 μm (部品番号 165-6626 から切断)
注入モード (1):	1 μL コールドピルスドスプリットレス、CO ₂ 冷却 マルチモード注入口 (MMI) および 10 μL シリンジを使用
注入口温度 プログラム:	50 °C (0.05 分間)、600 °C/min で 50 ~ 325 °C
注入口圧カパルス:	13.0 psi で 0.75 分間
スプリットベントへのパージ流量:	1 分で 50 mL/min
注入ポートライナ:	内径 2 mm、マルチパッフル (部品番号 5190-2296)
注入モード (2):	10 μL 溶媒ベント、CO ₂ 冷却マルチモード 注入口 (MMI) および 25 μL シリンジを使用
注入口温度プログラム:	40 °C (0.31 分間)、600 °C/min で 40 ~ 325 °C
注入口ベント圧力:	5.0 psig
注入口ベントフロー:	100 mL/min
注入口ベント時間:	0.31 分
出口圧:	0 psig
注入速度:	100 μL/min
スプリットベントへのパージ流量:	1 分で 50 mL/min
注入ポートライナ:	内径 2 mm、マルチパッフル (部品番号 5190-2296)
キャリアガス:	ヘリウム、定流量、1.2 mL/min
オープン温度 プログラム:	50 °C (1 分間)、20 °C/min で 50 ~ 200 °C (0 分間)、 10 °C/min で 200 ~ 300 °C (1.5 分間)
RTL 化合物:	PCB 118、12.370 分にロック
圧力制御ティ:	G3186B、2.0 psig の定圧で動作
バックフラッシュ条件:	注入口圧力

MC 条件

MSトランスファーライン温度:	325 °C
MS イオン源:	300 °C
MS 四重極、1、2 温度:	150 °C、150 °C
コリジョンセルガス:	窒素 (1.5 mL/min)、ヘリウム (2.25 mL/min)
MS1/MS2 分離能:	ワイド/ワイド
MRM 設定:	アプリケーションノートの表 3 を参照
電子エネルギー:	-70 eV
イオン化モード:	電子衝撃 (EI)
EI オートチューン:	正規化ゲイン
ゲイン係数:	5



QuEChERS 手順

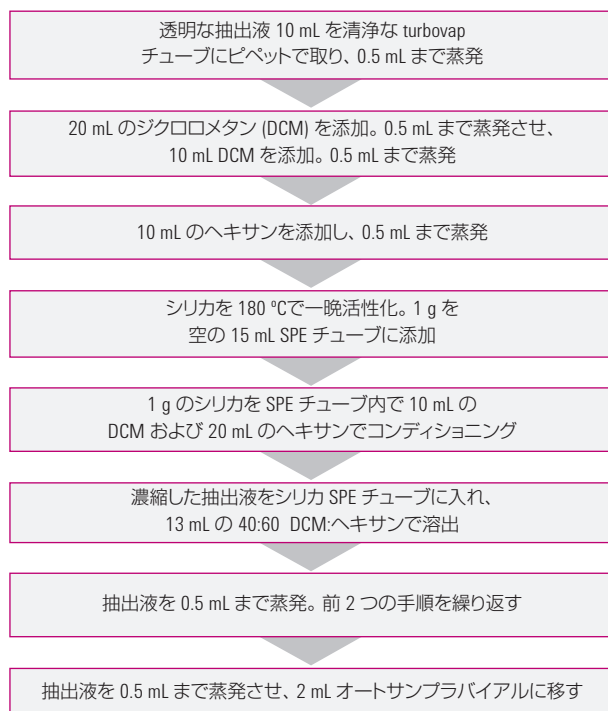
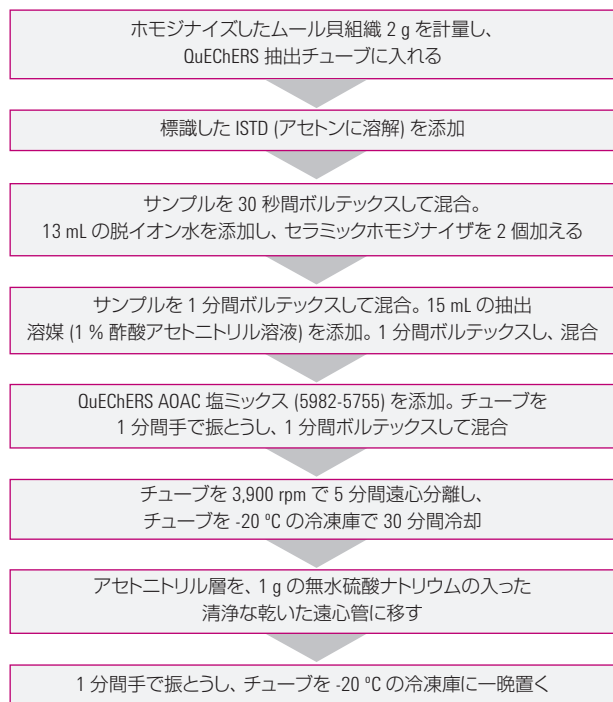


図 1. 貝に含まれる汚染物質の QuEChERS サンプル抽出およびクリーンアップ手順

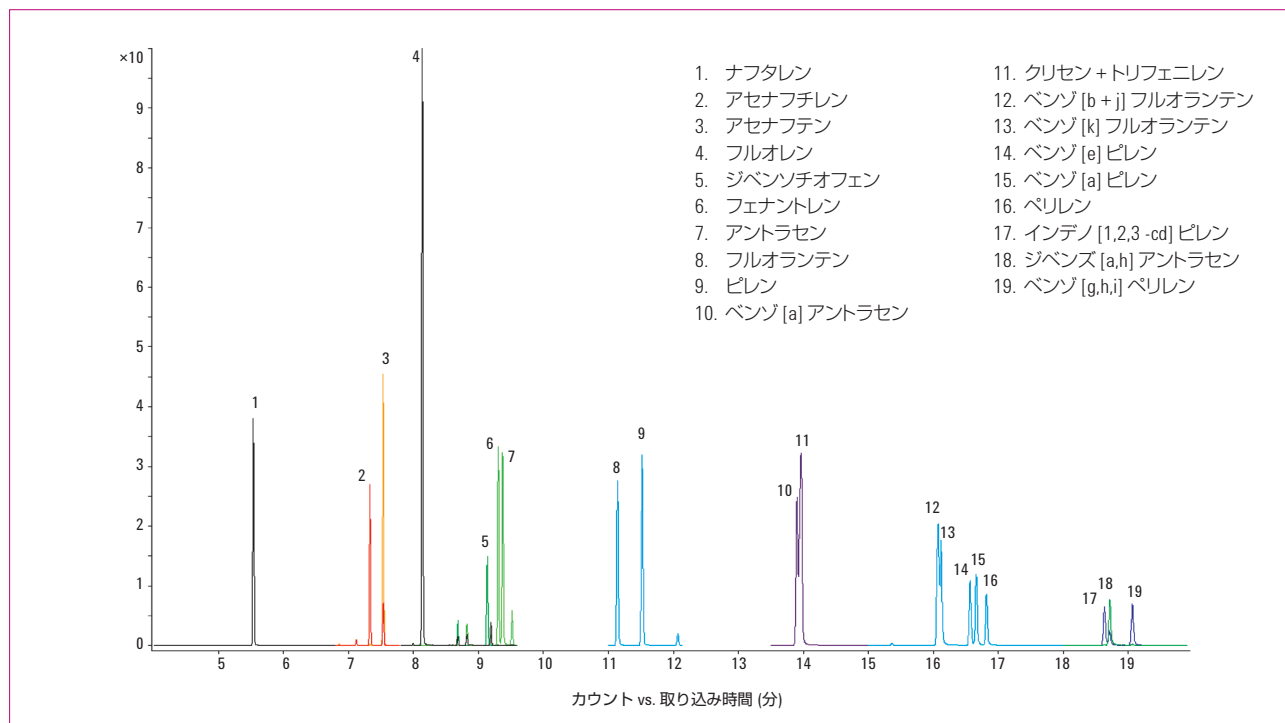


図 2. PAH 対象化合物の TIC MRM クロマトグラム

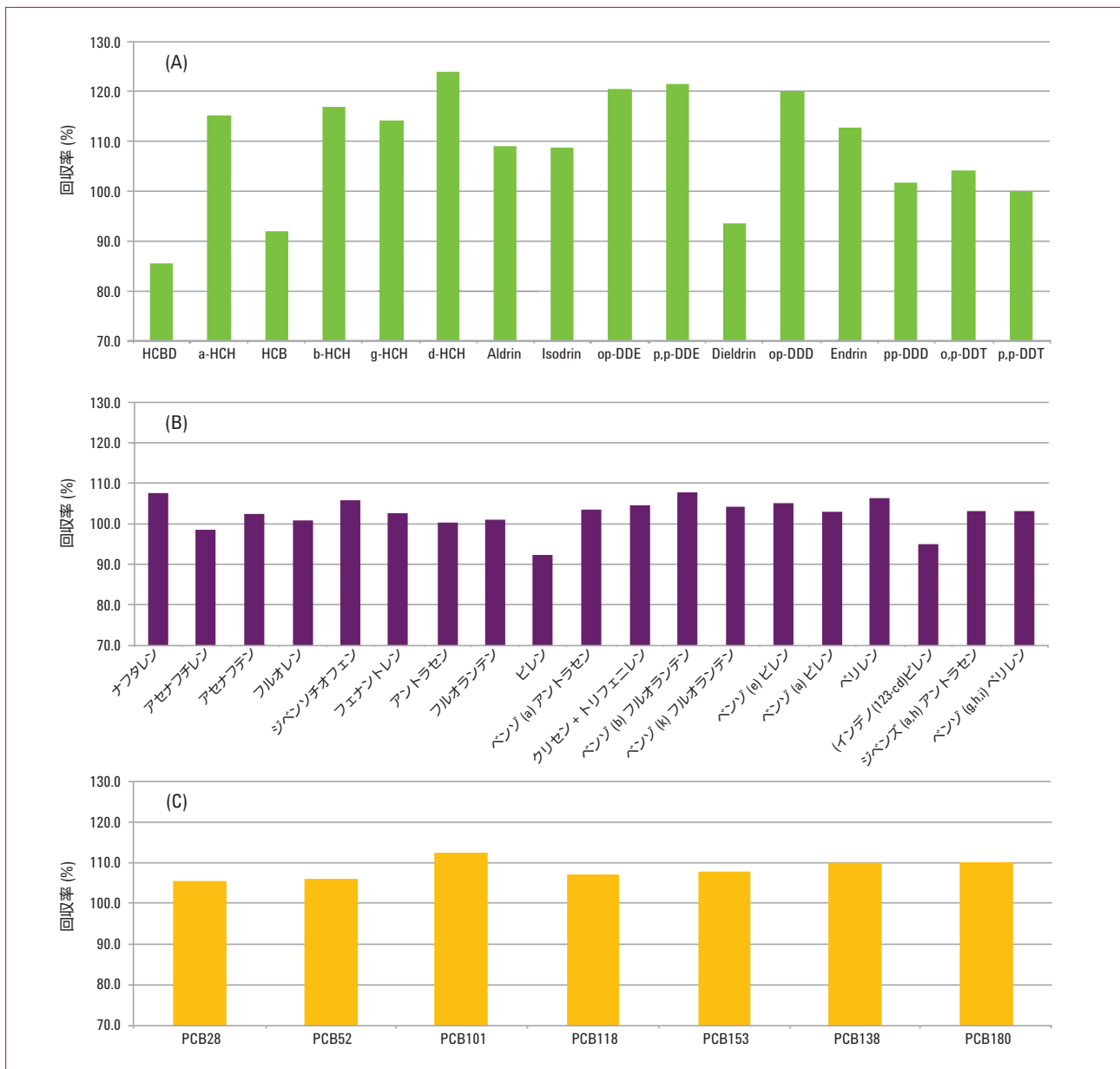


図 3. ムール貝組織に添加した (a) OCP、(b) PAH、および (c) PCB 類の対象化合物回収率 (%) 値のグラフ表示

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS バッファあり AOAC 抽出キット、部品番号 5982-5755

Agilent J&W DB-5ms ウルトライナートカラム、15 m x 0.25 mm、0.25 μm、部品番号 122-5512UI

Agilent J&W DB-5ms ウルトライナートカラム、0.65 m x 0.15 mm、0.15 μm、部品番号 165-6626 から切断

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-7714EN を検索してください。

異なるサンプル前処理手法を用いた小麦中トリコテセン類およびゼアラレノンの LC/MS/MS 分析 (文献番号 5990-9107JAJP)

はじめに

このアプリケーションでは、修正版 QuEChERS メソッドおよび Agilent Bond Elut Mycotoxin SPE を使用してサンプル前処理を行い、LC/MS/MS によりトリコテセン類とゼアラレノンを検出する方法について説明します。この分析には、MassHunter Optimizer ソフトウェアを備えた Agilent 6460 トリプル四重極 LC/MS を使用しました。回収率は、免疫アフィニティ抽出に対して 72 ~ 105 % でした。QuEChERS アプローチと、Mycotoxin カラムを使用した従来の SPE クリーンアップのいずれでも優れた回収率が得られました。SPE クリーンアップを使用して前処理したサンプルの方がクリーンで低い検出下限が得られましたが、QuEChERS アプローチを使用して前処理したサンプルの方が処理は迅速でした。

機器条件

HPLC 条件

カラム:	Agilent ZORBAX ラピッドレゾリューション HT Eclipse Plus C18, 2.1 × 100 mm, 1.8 μm (部品番号 959764-902)
機器:	Agilent 6460 トリプル四重極 LC/MS、Agilent 1290 Infinity LC
流量:	0.25 mL/min
カラム温度:	30 °C
注入量:	10 μL
移動相:	A: 水 + 0.2 % 酢酸、5 mM 酢酸アンモニウム B: メタノール + 0.2 % 酢酸、5 mM 酢酸アンモニウム

MS/MS 条件

ESI および Agilent Jet Stream パラメータ、pos/neg 高速極性切り替え	
ドラインガス温度:	200 °C
ドラインガス流量:	8 L/min
ネブライザ圧力:	45 psi
シースガス温度:	400 °C
シースガス流量:	12 L/min
キャピラリ電圧:	±3,000 V
ノズル電圧:	±500 V
デルタ EMV:	500 V
分離能:	ユニット、ユニット

QuEChERS 手順

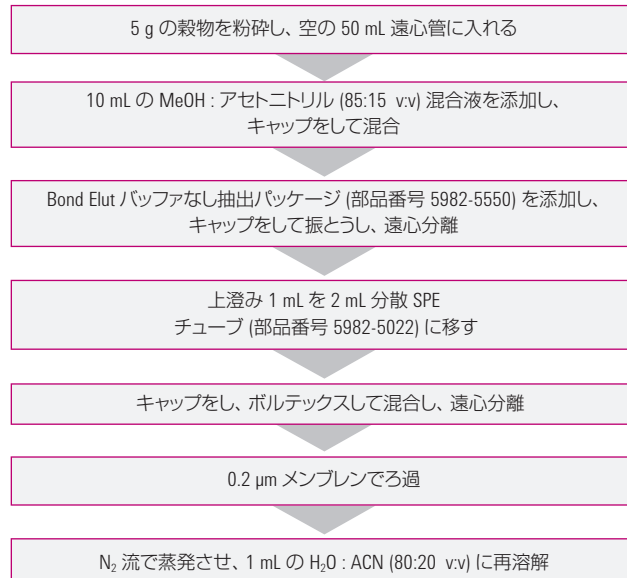


図 1. 穀物の QuEChERS AOAC サンプル前処理手順

Bond Elut Mycotoxin メソッド



図 2. 穀物に含まれるマイコトキシンの Bond Elut Mycotoxin SPE サンプル前処理手順

表 1. トリコテセン類およびゼアラレノンの MS 分析条件

マイコトキシン	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
15-アセチルデオキシニバレノール	356	321	95	5	ポジティブ
15-アセチルデオキシニバレノール	356	137	95	8	ポジティブ
15-アセチルデオキシニバレノール	339	137	105	12	ポジティブ
3-アセチルデオキシニバレノール	397	337	95	4	ネガティブ
3-アセチルデオキシニバレノール	397	59	95	20	ネガティブ
ジアセトキシシルペノール (DAS)	384	307	105	4	ポジティブ
ジアセトキシシルペノール (DAS)	384	247	105	6	ポジティブ
デオキシニバレノール (DON)	355	265	95	4	ネガティブ
デオキシニバレノール (DON)	355	59	95	20	ネガティブ
フサレノン-X	413	263	95	8	ネガティブ
フサレノン-X	413	59	95	28	ネガティブ
HT-2トキシシン	442	263	105	4	ポジティブ
HT-2トキシシン	442	215	105	4	ポジティブ
ネオソラニオール	400	215	95	16	ポジティブ
ネオソラニオール	400	185	95	16	ポジティブ
ニバレノール	371	311	108	4	ネガティブ
ニバレノール	371	281	108	8	ネガティブ
ニバレノール	371	59	108	24	ネガティブ
T-2トキシシン	484	215	120	16	ポジティブ
T-2トキシシン	484	185	120	14	ポジティブ
ゼアラレノン	317	175	190	16	ネガティブ
ゼアラレノン	317	131	190	24	ネガティブ
ゼアラレノン	319	275	185	16	ネガティブ
ゼアラレノン	319	205	185	16	ネガティブ

表 2. 50 µg/kg (n=9) で小麦サンプルに添加した化合物における修正版 QuEChERS とカートリッジ SPE の回収率データの比較

化合物	リテンションタイム (分)	修正版 QuEChERS 回収率 (%)	修正版 QuEChERS RSD (%)	Bond Elut Mycotoxin SPE 回収率 (%)	Bond Elut Mycotoxin SPE RSD (%)
ニバレノール	5.6	73	7	93	11
デオキシニバレノール	6.4	85	8	84	11
フサレノン-X	6.8	81	9	89	9
ネオソラニオール	6.8	94	9	77	9
15-アセチルデオキシニバレノール	7.2	88	9	72	10
3-アセチルデオキシニバレノール	7.2	100	9	92	11
ジアセトキシシルペノール	7.7	105	2	104	3
HT-2	8.0	83	8	99	4
T-2トキシシン	8.2	83	8	100	4
ゼアラレノン	8.4	87	8	79	9

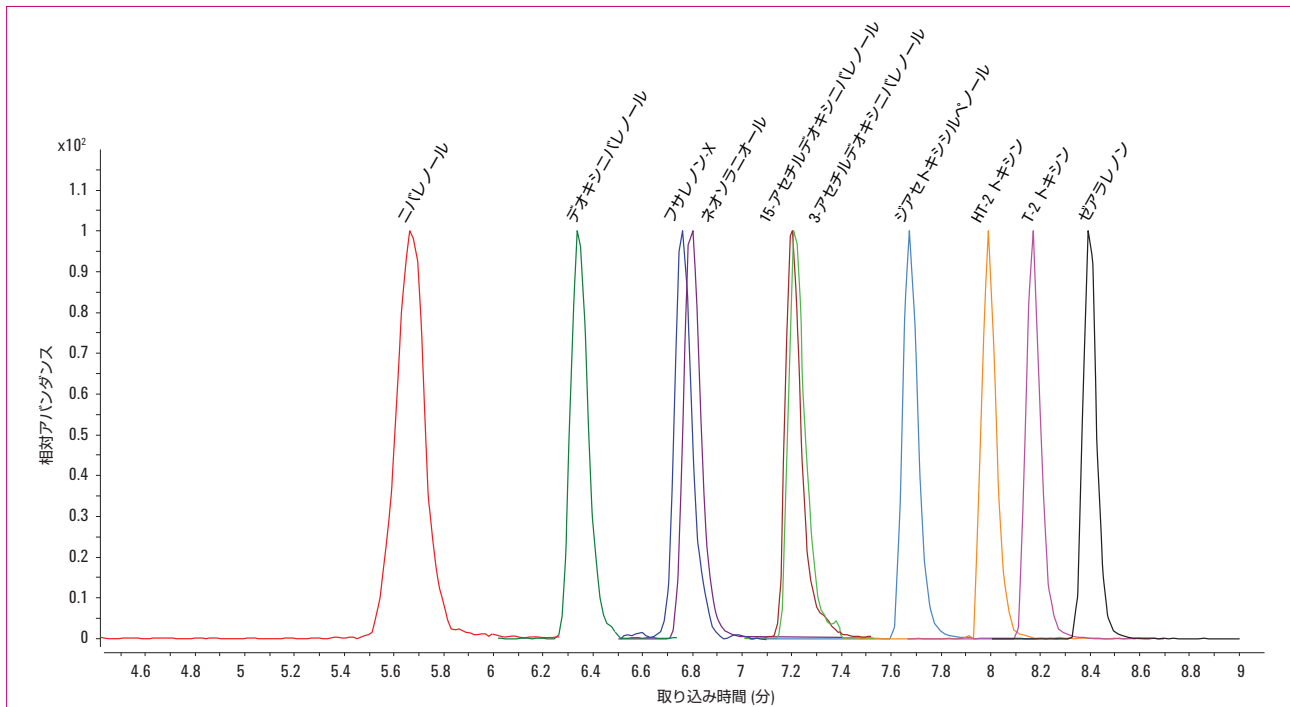


図 3. 50 ppb 小麦マトリックス標準。1 次遷移の標準化クロマトグラム。このメソッドの場合、15-アセチルデオキシニバレノールと 3-アセチルデオキシニバレノールの異性体については、異なる質量分析極性での測定により識別されるため、クロマトグラフィの分離は必要ない点に注意してください。

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS バッファなし抽出パッケージ、部品番号 5982-5550

Agilent Bond Elut QuEChERS 分散 SPE キット、部品番号 5982-5022

Agilent Bond Elut Mycotoxin SPE カートリッジ、500 mg、3 mL、部品番号 12102167

Agilent ZORBAX ラピッドレゾリューション HT Eclipse Plus C18 カラム、2.1 x 100 mm、1.8 μm、部品番号 959764-902



このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-9107JAJP を検索してください。

最適化された抽出/クリーンアップ法と Agilent 7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS システムを使用した乾燥茶サンプル中の残留農薬の多成分測定 (文献番号 5990-9865EN)

はじめに

このアプリケーションでは、最適化された QuEChERS サンプル前処理アプローチを使用して、茶から農薬を効果的に抽出すると同時に、クロマトグラフィピークの変形、対象化合物のリテンションタイムのシフト、また感度の低下の原因となるカフェインやその他の共抽出物を最小限に抑える方法について説明します。茶抽出液の分析は、Agilent 7890 GC で MRM モードを使用した GC/MS/MS と Agilent 7000B トリプル四重極 GC/MS システムを使用して行いました。この革新的なアプローチでは、QuEChERS 抽出に続いて、一貫性のある結果を得るための液液抽出によるクリーンアップを行います。

QuEChERS 手順

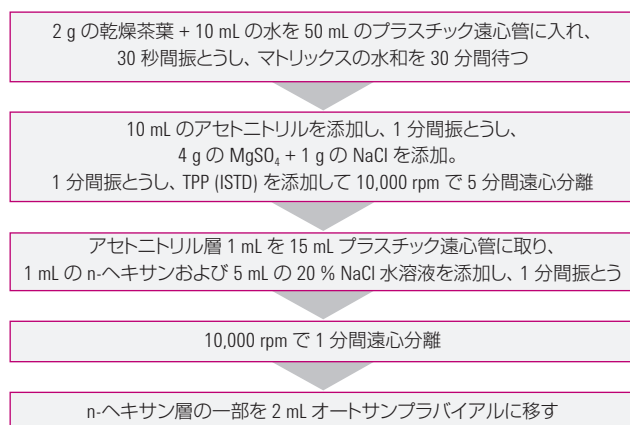


図 1. 茶の QuEChERS サンプル抽出およびクリーンアップ手順

機器条件

GC 条件

カラム (1):	Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート、15 m × 0.25 mm、0.25 μm (部品番号 19091S-431UI)
カラム (2):	Agilent J&W DB-5ms ウルトライナート、0.50 m × 0.15 mm、0.15 μm (部品番号 165-6626 から切断)
キャピラリー・フロー装置:	圧力制御ディ (PCT)、ニューマティクスコントロールモジュール (PCM)
オートサンブラ:	Agilent 7693A オートサンブラ:
注入量:	2 μL コールドスプリットレス、CO ₂ 冷却マルチモード注入口 (MMI) を使用
スプリットレス期間:	1 分間
注入量:	ポートライナ、内径 2 mm 凹み付き不活性処理済みライナ (部品番号 5190-2296)
注入口温度	
プログラム:	50 °C (0.1 分間)、600 °C/min で 50 ~ 300 °C
スプリットベントへのパージ流量:	1 分で 50 mL/min
RTL 化合物:	トリフルラリン、6.219 分にロック
キャリアガス:	ヘリウム
注入口圧力:	17.460 psig 定圧モード (分析時)
PCM 圧力:	2.0 psig 定圧モード (分析時)
オープンプログラム:	50 °C (1.0 分間)、50 °C で 50 ~ 150 °C、6 °C/min で 150 ~ 200 °C、16 °C/min で 200 ~ 280 °C (4.07 分間)
ポストラン時間:	2.0 分
ポストラン温度:	280 °C
ポストラン圧力:	注入口 1.0 psig、PCM 60.0 psig
MS トランスファーライン	
温度:	280 °C

MS 条件

イオン化モード:	電子イオン化
電子エネルギー:	-70 eV
チューン:	EI オートチューン
EM ゲイン:	10
MS1 分離能:	1.2 amu、半値幅
MS2 分離能:	1.2 amu、半値幅
トランジション:	アプリケーションノートの参考資料 [2] を参照
コリジョンエネルギー:	アプリケーションノートの参考資料 [2] を参照
ドウェルタイム:	5 サイクル/秒に達するためのタイムウィンドウあたりのトランジション数に応じて 2 ~ 28 ms
コリジョンセルガスフロー:	窒素 (1.5 mL/min)、ヘリウム (2.25 mL/min)
MS 温度ゾーン:	イオン源 280 °C、Q1 150 °C、Q2 150 °C

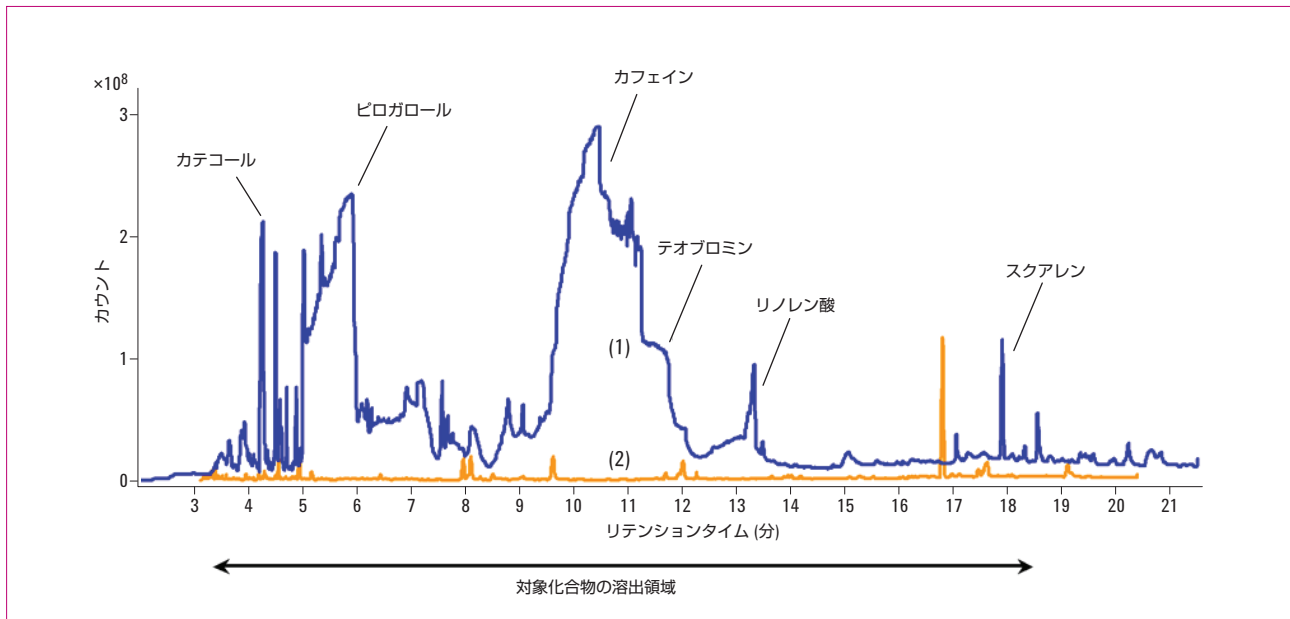


図 2. QuEChERS 抽出後のアセトニトリル抽出液にカフェインやその他の共抽出物が非常に多く残っていることを示すフルスキャン MS クロマトグラム (1 青色のトレース) と、抽出後に液液抽出を採用したときの共抽出物の大幅な減少の比較 (2 黄色のトレース)

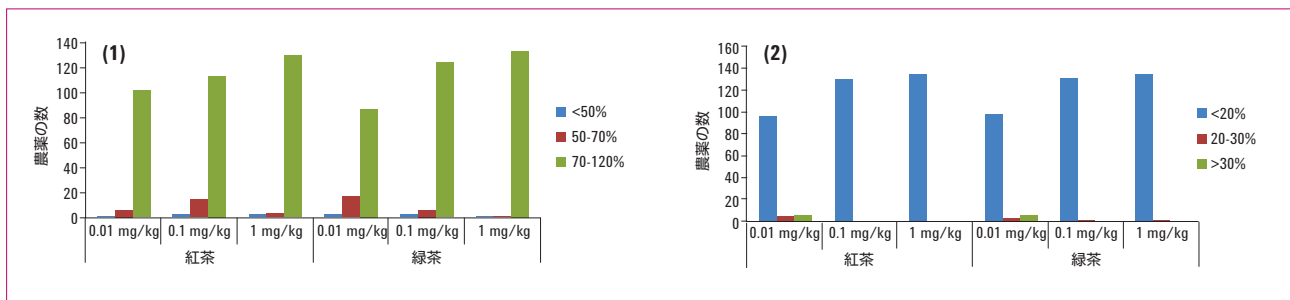


図 3. 添加レベル 0.01、0.1、および 1 mg/kg の緑茶および紅茶に含まれる残留農薬の (1) 全体的な回収率および (2) RSD の分布

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut QuEChERS バッファなし抽出パッケージ、部品番号 5982-5550

Agilent J&W HP-5ms ウルトライナートカラム、15 m x 0.25 mm、0.25 μ m、部品番号 19091S-431UI

Agilent J&W DB-5ms ウルトライナートカラム、0.50 m x 0.15 mm、0.15 μ m、部品番号 165-6626 から切断

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-9865EN を検索してください。

修正版 QuEChERS メソッドによる動物由来食品中の 36 種類の動物用医薬品の LC/MS/MS スクリーニング (文献番号 5991-0013JAJP)

はじめに

このアプリケーションでは、食品中の 4 種類の動物用医薬品 (スルファニルアミド、大環状ラクトン、キノロン、クロビドール) をスクリーニングするための修正版 QuEChERS メソッドについて説明します。4 種類のすべての動物用医薬品について、このメソッドで十分な回収率が得られました。機器分析は、ダイオードアレイ検出器を備えた Agilent 1260 Infinity LC と、Agilent Jet Stream 技術エレクトロスプレーイオン化源を備えた Agilent 6460 トリプル四重極 LC/MS で行いました。肉マトリックスに加えて、卵、牛乳、および蜂蜜サンプルでもこのメソッドを正しく使用できました。

QuEChERS 手順

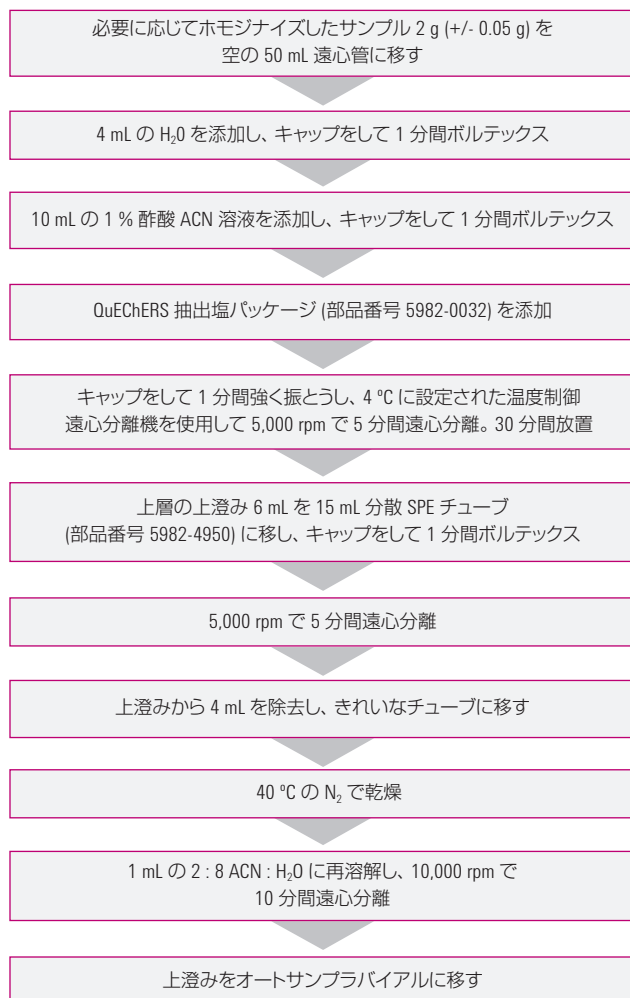


図 1. 動物由来食品に含まれる動物用医薬品の QuEChERS AOAC サンプル前処理手順

機器条件

HPLC 条件

カラム:	Agilent ZORBAX ソルベントセーブ HD Eclipse Plus C18, 3.0 × 100 mm, 1.8 μm		
流量:	0.5 mL/min		
カラム温度:	30 °C		
注入量:	5 μL		
移動相:	1 : H ₂ O 0.1 % 酢酸 B : ACN		
グラジエント:	時間 (分)	%A	%B
	0.0	90	10
	0.5	90	10
	1.0	80	20
	4.0	75	25
	8.0	40	60
	9.0	5	95
	12.0	5	95
	12.1	90	10
	15.0	90	10

MS 条件

極性:	ポジティブ
ガス温度:	300 °C
ガス流量:	7 L/min
ネプライザ:	50 psi
キャピラリ:	3,000 V
シースガス温度:	350 °C
シースガス流量:	10 L/min
スキャンモード:	DMRM



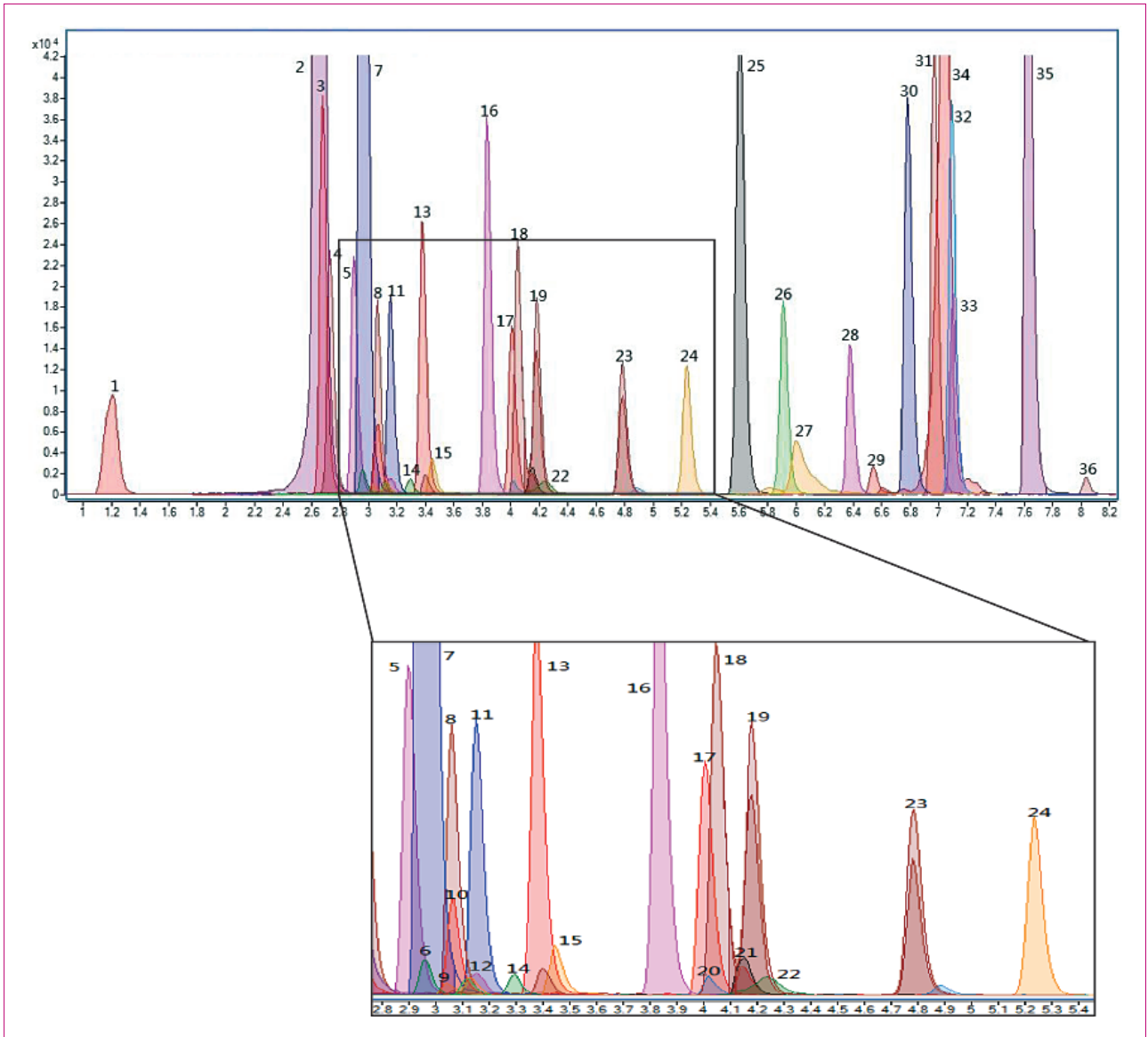


図 2. 動物用医薬品の MRM 抽出クロマトグラム

表 1. 抽出手順の最適化の結果。Na₂SO₄ を含む抽出塩混合物を優れた回収率に基づいて選択

メソッド	1	2	3	4
抽出塩	MgSO ₄ + NaCl	Na ₂ SO ₄ + NaCl	Na ₂ SO ₄ + NaCl	Na ₂ SO ₄ + NaCl
分散 SPE ミックス	C18EC + MgSO ₄	C18EC + Na ₂ SO ₄	C18EC + Na ₂ SO ₄	C18EC + Na ₂ SO ₄
抽出溶媒	1 % ギ酸アセトニトリル	1 % ギ酸アセトニトリル	1 % ギ酸アセトニトリル	1 % ギ酸アセトニトリル
水	8 mL	8 mL	4 mL	4 mL
大環状ラク톤の平均回収率	22.95 %	43.66 %	45.12 %	70.46 %
スルファニルアミドの平均回収率	10.86 %	25.96 %	33.25 %	54.35 %
キノロンの平均回収率	86.79 %	47.69 %	62.69 %	64.44 %
クロビドールの平均回収率	55.12 %	38.02 %	49.89 %	65.37 %
ゼアラレノン	8.4	87	8	79

表 2. 分散 SPE パラメータの最適化の結果。多機能性を向上するために PAS を含む dSPE 混合物を選択

メソッド	1	2	3	4	5
抽出塩	Na ₂ SO ₄ + NaCl	Na ₂ SO ₄ + NaCl	Na ₂ SO ₄ + NaCl	Na ₂ SO ₄ + NaCl	Na ₂ SO ₄ + NaCl
分散 SPE ミックス	50 mg PSA + 150 mg C18EC + 900 mg Na ₂ SO ₄	100 mg PSA + 150 mg C18EC + 900 mg Na ₂ SO ₄	50 mg SAX + 150 mg C18EC + 900 mg Na ₂ SO ₄	100 mg NH ₂ + 150 mg C18EC + 900 mg Na ₂ SO ₄	300 mg C18EC + 900 mg Na ₂ SO ₄
抽出溶媒	1 % 酢酸 アセトニトリル	1 % 酢酸 アセトニトリル	1 % 酢酸 アセトニトリル	1 % 酢酸 アセトニトリル	1 % 酢酸 アセトニトリル
水	4 mL	4 mL	4 mL	4 mL	4 mL
大環状ラク톤の平均回収率	54.57 %	42.23 %	59.87 %	33.70 %	66.10 %
スルファニルアミドの平均回収率	64.37 %	63.27 %	77.35 %	51.71 %	71.80 %
キノロンの平均回収率	73.88%	88.34 %	76.82 %	97.03 %	84.66 %
クロビドールの平均回収率	85.12 %	100.11 %	71.57 %	70.27 %	91.17 %

このアプリケーションで使用した製品

Agilent Bond Elut 抽出チューブ、部品番号 5982-0032

Agilent Bond Elut QuEChERS 分散 SPE キット、残留農薬用、部品番号 5982-4950

Agilent ZORBAX ソルベントセーバ HD Eclipse Plus C18 カラム、3.0 x 100 mm、1.8 μm、部品番号 959757-302

このアプリケーションノートの完全版をご覧になるには、www.agilent.com/chem/jp で 5990-0013EN を検索してください。

迅速かつ正確な分析を実現する分析装置

LC、LC/MS

要求の厳しい定性・定量分析に対応する 卓越した性能

アジレントは、最高レベルの LC と LC/MS システムを提供しています。高い感度と精度を有するトリプル四重極型 LC/MS、スペクトルライブラリなしで実験式を特定できる TOF-MS システムなど、信頼性の高い LC/MS 分析を実行するためのソリューションを揃えています。



Agilent 6230 TOF LC/MS



Agilent 1290 Infinity LC

GC/MS

汚れたサンプルや厳しい環境でも、 高い感度と選択性を実現します

対象化合物の定量、不明化合物の検出など、低い検出下限と高速測定を実現するための最適な方法は、GC/MS/MS アプリケーション専用設計されたシステムを使用することです。



7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS

厳しいアプリケーションに対応するカラムと消耗品

食品安全性分析では、結果の正確さが厳しく求められると同時に、生産性の高さも要求されます。このようなニーズに応えるために、複雑な食品分析に不可欠な機器の性能を長期に渡って保証するカラムと消耗品をアジレントは提供しています。

信頼の高い結果を提供するカラムと標準サンプル：

- HPLC および UHPLC 用 Agilent ZORBAX および Poroshell 120 カラム
- GPC/SEC カラムおよび標準試料 - PLgel, PL aquagel-OH, 特殊カラム, EasiVial 標準試料など
- Agilent J&W GC カラム - ウルトライナート、高効率、Select および PoraBOND PLOT
- GC、LC、および MS 用テストおよび性能標準
- 独自のアプリケーションに対応するカスタム GC および LC カラム

機器のピーク性能を維持するアジレントの消耗品：

- GC 用の Agilent 不活性流路コンポーネント (ウルトライナートライナーおよびゴールドシール、UltiMetal Plus フレキシブル金属製フェラルなど) により、食品アプリケーションにおける高活性微量化合物の分析機能を向上
- GC、LC、MS、原子分光、分子分光用の幅広い消耗品の品揃え
- 主要ブランドの分析機器に適合する GC および LC 消耗品を提供する Agilent CrossLab 消耗品
- MS 分析バイアルキット、ウルトライナート注入口ライナーなどの革新的な消耗品
- クロマトグラフィ科学者のために設計された pH 計および電極



Index

Analyte

acrylamide	26, 57
antibiotics	53, 73, 76, 97
hormones	32
mycotoxins	92
pesticides	15, 18, 21, 24, 28, 30, 34, 36, 39, 41, 44, 47, 50, 61, 63, 65, 67, 70, 78, 81, 87, 95
polyaromatic hydrocarbons (PAHs)	55, 84, 89
polychlorinated biphenyls (PCBs)	59, 89
polynuclear aromatic hydrocarbons (PNAs)	84, 89
trichothecenes	92
veterinary drugs	97
zearalenone	92

Matrix

apples	15, 18, 21, 36, 39, 61, 63
baby food	50
banana	87
chicken	53
cucumber	28
eggs	97
fish	55, 59, 84
flour	67
honey	97
lettuce	61, 87
liver	73, 76
milk	97
oil, cooking	26
oil, lemon	81
oil, olive	78
oranges	67
pears	67, 87
peppers	67
pork	97
potatoes	57
rice	65
shellfish, mussels	89
shellfish, shrimp	32
spinach	24, 41, 44, 47, 67

strawberries	67, 87
tea	30
tomatoes	28
vegetable juice	70
wheat	92
white flowers	87
QuEChERS Definition	5
QuEChERS Dispersive Kits	7-9
QuEChERS Extraction Kits	6
QuEChERS Homogenizers, ceramic	13
QuEChERS Methods, AOAC	36-72
QuEChERS Methods, EN	18-35
QuEChERS Methods, original	15
QuEChERS Methods, other	73-99
QuEChERS Methods, standard	14
QuEChERS Selection Guide	10-12
Standards for QuEChERS products	13

お問い合わせ先

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

本資料記載の内容は予告なく変更される場合があります。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2013

Printed in Japan March 21, 2013

5990-4977JAJP



Agilent Technologies