

LC/MS/MSと GC/MS/MS による タバコ中の農薬の高速分析



タバコの栽培、生産、貯蔵のためには、通常、害虫、細菌、真菌の駆除を目的とした農薬が使用されています。タバコ中の農薬が環境および健康に与える影響は大きな懸念事項となっており、安全性を評価するための分析メソッドは、CORESTA が規定した Guidance Residue Levels (GRLs) に適合している必要があります。¹

タバコには、炭水化物、タンパク質、脂肪酸、ろう、色素、アルカロイド、ニコチンなどのさまざまな成分が含まれており、多成分残留農薬の抽出およびマトリックス除去にとっては、分析困難なマトリックスとなります。

通常、一般的なサンプル前処理メソッドでは、QuEChERS または修正版 QuEChERS 抽出メソッド後に、分散 SPE クリーンアップを実施します。Carbon S カートリッジ付きの Agilent Captiva EMR では、高速で効率的なサンプルマトリックス除去を実施するために、パススルークリーンアップ手法を利用します。Captiva EMR General Pigmented Dry (EMR-GPD) および EMR Low Pigmented Dry (EMR-LPD) カートリッジは、複雑な乾燥マトリックスに特化された製品です。この 2 種類のカートリッジには、アジレント独自の Carbon S および Captiva EMR-Lipid 充填剤が含まれており、最適化された調合法により 1 級-2 級アミン (PSA) および C18 と混合されています。

Captiva EMR-Lipid 充填剤は高い選択性と効率で脂質を除去する一方、PSA 充填剤は効率的に脂肪酸を除去します。Carbon S 充填剤は効果的に色素を除去し、EC-C18 はさらに進んだ疎水性マトリックスクリーンアップを実現します。さまざまな濃度の色素成分を含む複雑な乾燥マトリックスの除去とターゲット回収の間で最善のバランスが得られるように、慎重に開発されて最適化されています。一般的な色素の多い乾燥マトリックスの場合は通常 Captiva EMR-GPD を推奨しますが、色素の少ない複雑な植物乾燥マトリックスの場合は Captiva EMR-LPD が適しています。

タバコは色素の少ない乾燥マトリックスと考えられているため、Captiva EMR-LPD の方がより適切です。従来の QuEChERS 抽出後に、Captiva EMR-LPD カートリッジを使用して、パススルークリーンアップを実施しました (図 1)。²

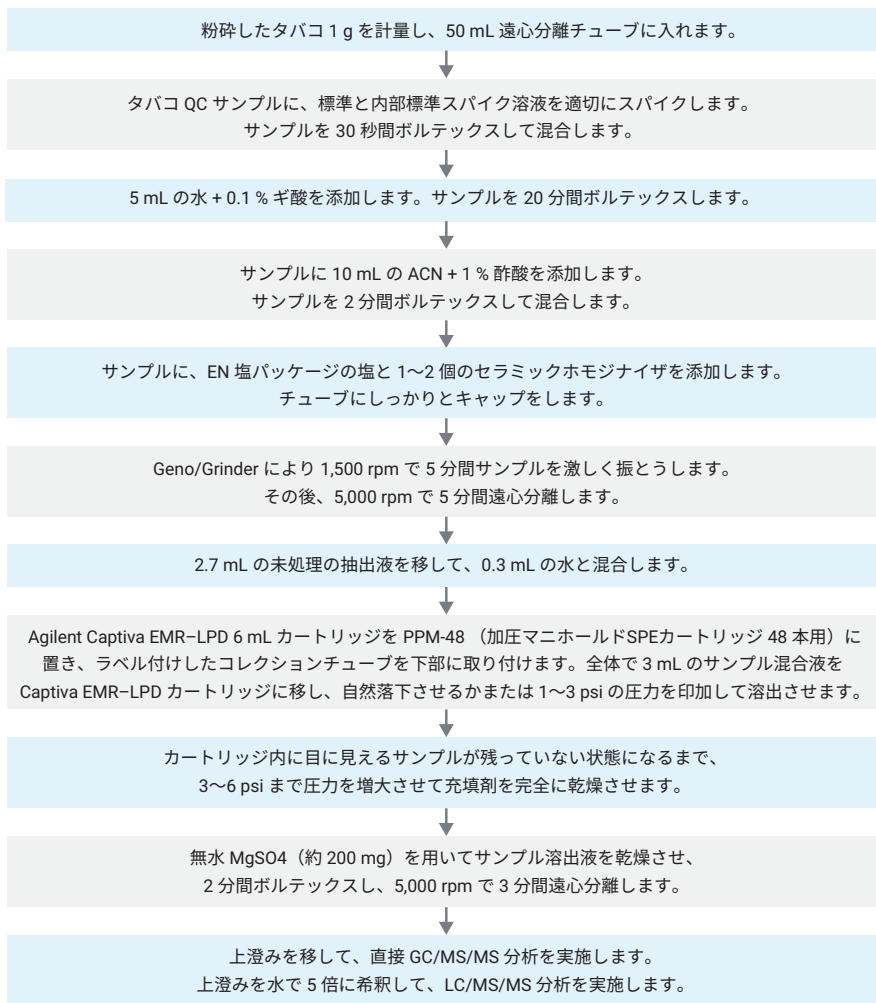


図 1. Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 抽出後に Agilent Captiva EMR-LPD パススルークリーンアップを実施する、タバコサンプルの前処理手順



図 2. タバコ抽出物：クリーンアップなし (左)、Agilent Captiva EMR-LPD クリーンアップ実施後 (右)

表 1. LC/MS/MS メソッド条件

LC の分析条件			
カラム	Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 カラム、 2.1 × 100 mm, 1.8 μm (部品番号 959758-902) Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 カラム、UHPLC ガード、 2.1 × 5 mm, 1.8 μm (部品番号 821725-901)		
流量	0.3 mL/min		
カラム温度	40 °C		
注入量	2 μL		
移動相	A : 10 mM ギ酸アンモニウム、0.5 mM フッ化アンモニウム水溶液、 0.125 % ギ酸 (FA) B : 10 mM ギ酸アンモニウム、0.5 mM フッ化アンモニウムの 95:5 ACN:水溶液、0.125 % FA		
ニードル洗浄	1 : 1 : 1 : 1 ACN:MeOH:IPA:水、0.2 % FA		
グラジエント	時間 (分)	%B	流量 (mL/min)
	0.0	15	0.3
	6.0	95	0.3
	8.01	100	0.3
ストップタイム	10 分		
ポストタイム	2.3 分		
MS の分析条件			
イオン化モード	エレクトロスプレーイオン化 (ESI)		
ガス温度	120 °C		
ガス流量	20 L/min		
ネブライザ	40 psi		
シースガスヒーター	225 °C		
シースガス流量	11 L/min		
キャピラリー電圧	4,500 V (ポジティブおよびネガティブ)		
ノズル電圧	0 V (ポジティブおよびネガティブ)		
iFunnel パラメータ	高圧 RF : 150 V (ポジティブ)、90 V (ネガティブ) 低圧 RF : 60 V (ポジティブ)、60 V (ネガティブ)		
極性	ポジティブおよびネガティブ、参考文献 1 の表 4 参照		

注 : GC/MS/MS では、無水 MgSO₄ 粉末を用いてサンプル溶出液を乾燥させる必要があります。Agilent Bond Elut QuEChERS EMR-Lipid 脱水キットパックの無水 MgSO₄ 粉末 (200 ~ 300 mg) 用の小型スパチュラを使用できます。

表 1 に、LC/MS/MS の分析条件を示します。ターゲットダイナミックマルチプルリアクションモニタリング (dMRM) パラメータについては、Zhao によるアプリケーションノートを参照してください。³

表 2. GC/MS/MS メソッド条件

GC の分析条件	
カラム	Agilent J&W HP-5ms ウルトライナート GC カラム、 15 m x 0.25 mm, 膜厚 0.25 μm (2 個) (部品番号 19091S-431UI-KEY)
キャリアガス	ヘリウム
カラム 1 流量	1.016 mL/min
カラム 2 流量	1.216 mL/min
注入量	1 μL コールドスプリットレス
注入口ライナ	Agilent ウルトライナート 2 mm ディンプルライナ (部品番号 5190-2297)
マルチモードインレット 温度プログラム	60 °C で 0.1 分間、600 °C/min で 280 °C まで昇温して 保持
オープン温度プログラム	60 °C で 1 分間 40 °C/min で 170 °C まで昇温 10 °C/min で 310 °C まで昇温 2.25 分間保持
分析時間	20 分
バックフラッシュ条件	ポストラン 1.5 分 オープン温度 310 °C ポストラントータル流量 25 mL/min
トランスファライン温度	280 °C
イオン源	Agilent 不活性エクストラクタイオン源、3 mm レンズ付き、 280 °C
真空ポンプ	パフォーマンススターポ分子ポンプ
四重極温度	150 °C
イオン源温度	280 °C
データモニタリング	ダイナミック MRM モード (dMRM)
EM 電圧ゲイン係数	10
溶媒ディレイ	3 分

表 2 に、GC/MS/MS の分析条件を示します。ターゲット dMRM パラメータについては、Agilent MassHunter 農薬および環境汚染 MRM データベース (P&EP 4、部品番号 G9250AA) を参照してください。

参考文献

1. CORESTA GUIDE No. 1, Agrochemical Guidance Residue Levels, 2021
2. タバコ中の農薬 300 種類以上の測定—Agilent Captiva EMR-LPD パススルークリーンアップとLC/MS/MS および GC/MS/MS 検出の使用 [5994-5777JAJP](#)
3. スプリングリーフミックス中のマルチクラス、多成分残留農薬の測定—Captiva EMR-HCF パススルークリーンアップとLC/MS/MS の使用 [5994-4765JAJP](#)

標準品、カラム、消耗品などの情報

すべての商品は、通常のアジレント営業所や販売店から注文できます。

List 1：タバコ中の農薬の分析用サンプル前処理消耗品

説明	部品番号
抽出	
Agilent Bond Elut QuEChERS 抽出キット、AOAC 2007.01、セラミックホモジナイザなし	5982-5755
セラミックホモジナイザ、50 mL チューブ、100 個*	5982-9313
Agilent Bond Elut QuEChERS 抽出キット、AOAC 2007.01、セラミックホモジナイザ付き	5982-5755CH
クリーンアップ	
Agilent Captiva EMR-LPD カートリッジ、6 mL、30 個	5610-2092
Agilent Bond Elut QuEChERS EMR-Lipid 脱水キットパック、3.5 g 無水 MgSO4	5982-0102
サンプル前処理用その他の消耗品	
加圧式マニホールド SPE カートリッジ 48 本**	5191-4101
遠心分離チューブおよびキャップ、ポリプロピレン、50 mL、25 個	5610-2049
6 mL SPE カートリッジラック、PPM-48 用**	5191-4104
3 mL SPE カートリッジラック、PPM-48 用**	5191-4103
コレクションラック、16 x 100 mm チューブ用**	5191-4108

*セラミックホモジナイザなしの抽出キットを使用している場合にのみ必要。

**1 回の購入。

List 2：乾燥香辛料およびタバコ中の農薬の分析用 LC/MS/MS カラムおよび消耗品

説明	部品番号
標準溶液*	
すぐに使用できる 254 化合物標準混合液、8 x 1 mL、各 100 µg/mL	5190-0551
HPLC カラム	
Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18 カラム、95 Å、2.1 x 100 mm、1.8 µm、圧力上限 120 MPa	959758-902
Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 カラム、UHPLC ガード、2.1 x 5 mm、1.8 µm	821725-901
HPLC 消耗品	
Agilent 1290 Infinity インラインフィルタ 0.3 µm	5067-6189
InfinityLab クイックコネクタアセンブリ、0.12 x 105 mm、UHPLC のカラム入口接続用	5067-5957
InfinityLab クイックコネクタアセンブリ、0.17 x 105 mm、HPLC のカラム入口接続用	5067-6166
InfinityLab クイックターンフィッティング、カラム出口用	5067-5966
クイックターンキャピラリー、0.12 x 280 mm、カラムから検出器への接続用	5500-1191
4 ポート付きセーフティ廃液キャップ GL45 と 6 L 廃液ボトルのキット	5043-1221
廃液ボトル用タイムストリップ付きチャコールフィルタ	5043-1193
ステンレス溶媒インレットフィルタ、ポアサイズ 10 µm	01018-60025
溶媒および試薬	
InfinityLab UltraPure LC/MS アセトニトリル	5191-4496
InfinityLab UltraPure LC/MS メタノール	5191-4497
InfinityLab UltraPure LC/MS 純水	5191-4498
MS ソリューション、ギ酸、純度 99.5 %、10 mL**	US-700002341
5M ギ酸アンモニウム溶液	G1946-85021

説明	部品番号
溶媒ろ過アセンブリ***	
InfinityLab 溶媒ろ過アセンブリ。250 mL ガラスファネル、メンブレンホルダガラスベース、1 L ガラスフラスコ、アルミニウムクランプを含む	5191-6776
再生セルロースメンブレンフィルタ、47 mm、0.20 µm、100 個	5191-4340
バイアルおよびキャップ	
Agilent A-Line スクリューバイアル、認定、茶色、100 個	5190-9590
Agilent 不活性化バイアルインサート、400 µL、500 個	5183-2086
Agilent スクリューキャップ、PTFE/シリコン/PTFE セプタム、キャップサイズ：12 mm、100 個	5190-7024

*カスタムの混合済み農薬標準については、アジレントまでお問い合わせください。

**オンラインストアでは購入できません。製品情報については、最寄りのアジレント販売店までお問い合わせください。

***この表に記載されている製品以外の溶媒を使用する場合に推奨します。

List 3：乾燥香辛料およびタバコ中の農薬の分析用 GC/MS/MS カラムおよび消耗品

説明	部品番号
GC カラム	
Agilent HP-5ms UI、15 m x 0.25 mm、膜厚 0.25 µm (2 個)	19091S-431 UI-KEY
GC 消耗品	
Agilent ウルトライナート 2 mm ディンプルライナ	5190-2297
Agilent ブルーライン 10 µL PTFE-チップブランジャターパードシリンジ	G4513-80203
Agilent 高性能グリーン、ノンスティック 11 mm セプタム	5183-4759
カラムナット、カラー付き、セルフタイト、注入口/検出器	G3440-81011
カラムナット、カラー付き、セルフタイト、MSD	G3440-81013
フレキシブルメタルフェラル、金メッキ、内径 0.4 mm、内径 0.1 ~ 0.25 mm フェーズドシリカチューブ用、10 個	G2855-28501
MS 消耗品	
7010 トリプル四重極 GC/MS 用 HES フィラメント	G7002-60001
エクストラクタレンズ、3 mm	G7000-20444
バイアルおよびキャップ	
Agilent A-Line スクリューバイアル、認定、茶色、100 個	5190-9590
Agilent 不活性化バイアルインサート、250 µL、100 個	5181-8872
Agilent スクリューキャップ、PTFE/シリコン/PTFE セプタム、キャップサイズ：12 mm、100 個	5190-7024

注：農薬および環境汚染 MRM データベースには、複数の化合物種を代表する 1,100 を超える農薬および環境汚染物質が記載されており、GC/MS/MS 分析を短時間で簡単に設定することができます。部品番号 G9250AA については、最寄りの販売店までお問い合わせください。

Agilent CrossLab : 「見えない価値」を「目に見える成果」へ

機器という枠を越えて、サービス、消耗品、ラボ全体のリソース管理から構成される CrossLab は、ラボの効率の向上、運用の最適化、機器の稼働時間の延長、ユーザースキルの開発などを支援します。

Agilent CrossLab の詳細と、見えない価値から優れた成果を生み出す例については、ホームページをご覧ください。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE52679435

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2023
Printed in Japan, May 4, 2023
5994-6119JAJP