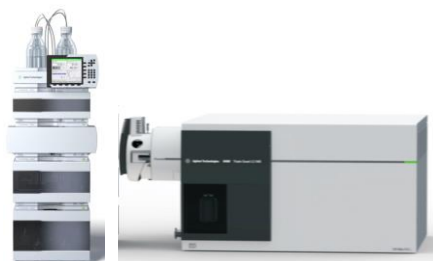


Agilent 6460トリプル四重極 LC/MS を用いたネオニコチノイド系農薬の分析



＜要旨＞ ニテンピラムの代謝物 (GPMF, CPF) を含む 10 種類のネオニコチノイド系農薬の一斉分析を行いました。0.1-100ppb の検量線の決定係数 (r^2) はすべての農薬で 0.999 以上、1ppb の再現性は RSD10%未満でした。1ppb スパイクサンプルにおける定量値も 1ppb 前後と良好な定量性を示しました。

Key Words: トリプル四重極 LC/MS 6460, ネオニコチノイド系農薬

* * * * *

1. はじめに

ネオニコチノイド系農薬は稲や果樹、野菜等に広く使用されている殺虫剤で、有機リン系農薬などに耐性をもつ害虫にも効果があり、優れた残効性を示すことから、近年広く使用されております。さらに、作物への浸透性が高いため、検出頻度も年々高まっているようです。

このアプリケーションノートではニテンピラムの代謝物 (GPMF, CPF) を含む 10 成分のネオニコチノイド系農薬の一斉分析をしましたので報告します。

2. 分析条件

LC 1290 Infinity

カラム : ZORBAX Eclipse plus C18
100mm, 2.1mm, 1.8 μ m

溶離液 : A: 0.1%ギ酸+5mM ギ酸アンモニウム水溶液
: B: メタノール
グラジェント

min	B (%)
0-10	10
10-30	10-70

カラム温度 : 40°C
注入量 : 0.5 μ L
流速 : 0.2mL/min

MS Agilent6460 Triple Quadrupole LC/MS

Ionization : ESI Positive (AJS)
Drying Gas : 10L/min, 300°C
Nebulizer Gas : 45psi
Fragmentor Voltage : 80-100V
Sheath Gas : 11L/min, 400°C
Nozzle Voltage : 0V

標準溶液 : ネオニコチノイド系農薬混合標準液 [和光純薬工業]

試料 : QuEChERS 法で抽出/精製した試料を窒素乾固後、メタノールに置換*

MRM 条件

() はコリジョンエネルギー

Compounds	RT(min)	Precursor ion (m/z)	Target	Qualifier
			Product ion (m/z)	Product ion (m/z)
CPMF	5.23	212	126(20)	157(12)
Dinotefuran	7.05	203	129 (6)	157 (2)
Nitenpyram	10.95	271	126(28)	189 (8)
Thiamethoxam	15.18	292	211 (8)	181(20)
Clothianidin	19.25	250	169 (8)	132(14)
Imidacloprid	19.53	256	209(12)	175(20)
Thiacloprid-amide	19.99	271	126(24)	228(10)
CPF	20.94	199	128(18)	126(20)
Acetamiprid	21.34	223	126(20)	
Thiacloprid	23.11	253	126(22)	186 (2)

QuEChERS キットと試料濃度

	抽出キット	精製キット	試料濃度
リンゴ, キャベツ	AOAC 法 5892-5755	5982-5058	1 g/1 mL
玄米		5982-5158	0.5 g/1 mL
ほうれん草		5982-5258	1 g/1 mL
オレンジ		5982-5158	1 g/1 mL

3. 結果及び考察

ネオニコチノイド系農薬はメタノールで希釈し 0.1~100ppb まで 7 点の検量線を引きました。すべての農薬で決定係数 (r^2) は 0.999 以上と良好な結果が得られました。標準溶液 1ppb の n=5 による再現性は 10%未満でした。

実試料は、リンゴ、キャベツ、玄米、ほうれん草、オレンジを QuEChERS 法で前処理し、1ppb を添加して検量線より定量値を求めました。検出している農薬以外は定量値も概ね 1ppb となり、イオンサプレッションもなく、良好な定量結果が得られました (表 1)。さらにキャベツ、玄米、ほうれん草については添加試料の再現性も求めたところ、おおよそ 10%以下と良好な結果が得られました (表 2)。標準溶液 1ppb および実試料に 1ppb を添加した MRM クロマト



グラムを図1に示しました。

表1 添加試料 1ppb の定量値

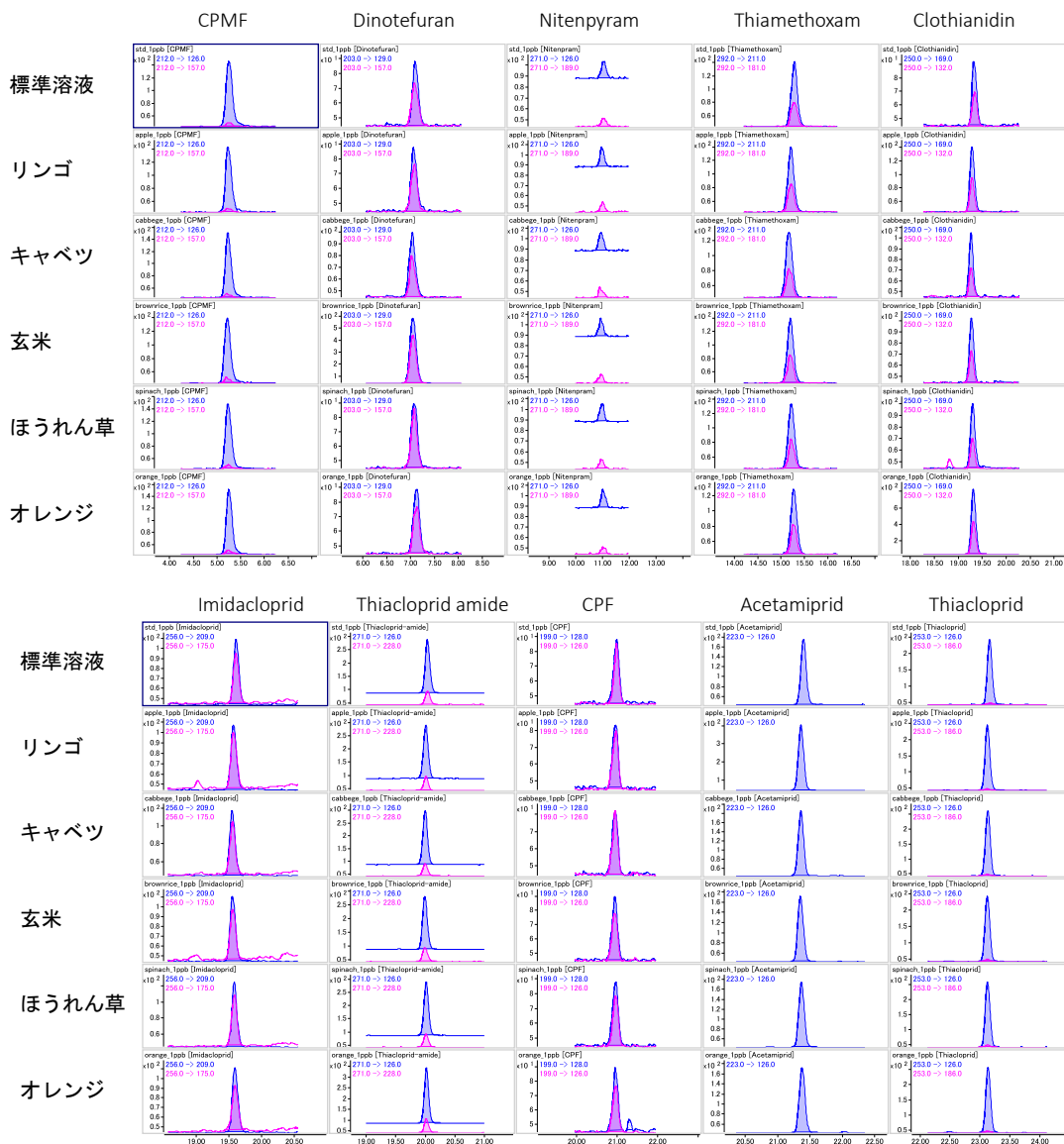
	1ppb 添加試料の定量値				
	リンゴ	キャベツ	玄米	ほうれん草	オレンジ
CPMF	1.02	1.08	1.03	1.10	1.08
Dinotefuran	1.11	1.42	13.9	1.24	1.19
Nitenpyram	1.24	1.29	1.15	1.18	1.21
Thiamethoxam	1.20	1.19	1.21	1.19	1.08
Clothianidin	1.92	1.04	1.08	1.09	15.6
Imidacloprid	0.92	1.06	0.97	1.10	0.99
Thiacloprid-amide	1.14	1.13	1.09	1.12	1.31
CPF	0.96	0.99	1.12	1.15	1.04
Acetamiprid	2.87	1.17	1.10	1.12	1.14
Thiacloprid	1.14	1.24	1.15	1.23	1.21

※リンゴのクロチアニジン、アセタミプリド、玄米のジノテフラン、オレンジのクロチアニジンはブランク試料から検出しています。

表2 標準溶液および添加試料の再現性結果一覧 (1ppb)

	標準溶液	キャベツ	玄米	ほうれん草
CPMF	1.20	1.35	3.13	2.72
Dinotefuran	7.45	2.93	0.86	5.63
Nitenpyram	5.57	4.14	10.2	9.13
Thiamethoxam	5.68	3.11	2.72	1.97
Clothianidin	8.03	4.47	1.99	5.62
Imidacloprid	1.35	3.32	4.05	3.25
Thiacloprid-amide	3.39	2.74	2.94	1.68
CPF	4.46	2.75	5.63	4.16
Acetamiprid	3.95	2.30	2.96	2.43
Thiacloprid	1.30	3.06	1.80	2.27

図1 標準溶液および実試料(1ppb 添加)のMRMクロマトグラム



【LC-MS-201603SG-001】

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる障害について一切免責とさせていただきます。また、本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。



Agilent Technologies

アジレント・テクノロジー株式会社
〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1
www.agilent.com/chem/jp