

ダイナミック MRM/スキャンモード： トリプル四重極 GC/MS (GC/TQ) による 複雑な食品の高感度定量の信頼性向上



著者

Anastasia A. Andrianova,
Bruce D. Quimby, and
Limian Zhao
Agilent Technologies, Inc.

概要

このアプリケーションノートでは、分析困難な食品マトリックス中の農薬のトリプル四重極ガスクロマトグラフィー質量分析 (GC/TQ) 分析を対象とした、同時ダイナミックマルチプルリアクションモニタリング (dMRM) /スキャン (dMRM/スキャン) データ取り込みモードの使用について説明します。同時 dMRM/スキャン機能により、従来の dMRM 分析と同等の感度とダイナミックレンジを維持しながら、未知の化合物の同定とレトロスペクティブ分析 (過去に取ったデータの見直し解析) が可能になります。さらに、スキャンデータを用いることにより、ライブラリスペクトルマッチングによる化合物同定の信頼性が高まります。また分析担当者は、フルスキャンデータを活用してサンプルマトリックスを評価し、GC/TQ システムの性能を最も効率的に引き出すことができます。

本検討では、Agilent QuEChERS サンプル前処理法を用い、200 種類以上の農薬をスパイクしたホウレンソウ、クルミ、カイエンペッパーの分析に dMRM/スキャンを適用する方法について示します。評価した 203 個の化合物の検量線結果と感度は、Agilent 8890/7000E GC/TQ および Agilent 8890/7010C GC/TQ を使用した従来の dMRM データ取り込みモードで得られた結果と同等でした。

リテンションタイム ロックライブラリを使用したスペクトルライブラリ照合に基づく未知の同定ワークフローを、Agilent MassHunter Unknowns Analysis を用いて実行しました。最大残留限界 (MRL) が設定されている化合物の多くは、分析が困難なカイエンペッパー抽出物であっても、フルスキャンデータで MRL 未満の濃度で同定できました。

はじめに

微量濃度の残留汚染物質に対する懸念により、食品中の化学物質を同定・定量できる堅牢で迅速かつ信頼性の高いメソッドに対する需要が高まっています。トリプル四重極 GC/MS やトリプル四重極 LC/MS などのメソッドは通常、食品サンプルで検出される可能性のある特定の対象化合物を対象としています。これらは効果的なメソッドですが、対象となっていない残留汚染物質を見落とすおそれがあります。この課題を克服するためのアプローチは、可能な限り多くの懸念となる化合物を見つけることを目的とした、レトロスペクティブ分析が可能な、サンプルのノンターゲットスクリーニングを実行することです。ノンターゲットスクリーニングは、フルスキャンデータ取り込みモードでサンプルを分析することで実現できます。^{1,2} ただし、トリプル四重極 GC/MS (GC/TQ) 分析には、フルスキャン分析と比較して、対象化合物に対する感度と選択性が高いという利点があります。新しい機能である同時ダイナミック MRM/スキャン (dMRM/スキャン) では、対象化合物の定量用の dMRM データと、

未知物質スクリーニング用のフルスキャンデータの両方を取得できます。また、ダイナミック MRM とスキャン (dMRM/スキャン) を同時に実行することで、スペクトルライブラリ照合に基づいた信頼性の高い同定が可能になります。

本検討では、分析の難度が高いマトリックスである高クロロフィルの生ホウレンソウ、油を多く含んだ乾燥クルミ、複雑なマトリックスを含む乾燥カイエンペッパーの 3 つを対象としました。マトリックス抽出物に、GC で検査できる 200 を超える農薬でポストスパイクしました。さまざまな濃度レベルのサンプルを dMRM/スキャンモードで分析し、dMRM データを使用したターゲットの定量と、同時に取得したフルスキャンデータを使用した未知の同定が可能になりました。対象とした GC/TQ メソッドの性能は、感度と検量線に基づいて評価しました。メソッドのスクリーニング成分は、同定された化合物の数と、それらがフルスキャンで確実に検出される濃度に基づいて評価しました。

実験方法

GC/TQ 分析

8890/7000E および 8890/7010C トリプル四重極 GC/MS システム (GC/TQ) を使用し、幅広い検量線範囲で最高の性能を達成できるように構成しました (図 1A)。この検量線範囲は、分析した食品で規制されている農薬のさまざまな最大残留限界 (MRL) をカバーしたものでした。GC は、Agilent 7693A オートサンブラ (ALS) と 150 サンプルトレイで構成しました。このシステムは、マルチモード注入口 (MMI) の温度プログラムスプリットレスモード (コールドスプリットレス) を使用します。2 つの同一の 15 m カラムの間に取り付けられた Agilent Purged Ultimate Union (PUU) と 8890 ニューマティクス切り替えデバイス (PSD) モジュールによって、ミッドカラムバックフラッシュ機能を実現します (図 1B)。

装置のメソッドパラメータを表 1 に示します。図 2 は、Agilent MassHunter ワークステーションソフトウェアのトリプル四重極 MS メソッド編集画面で dMRM/スキャンモードを設

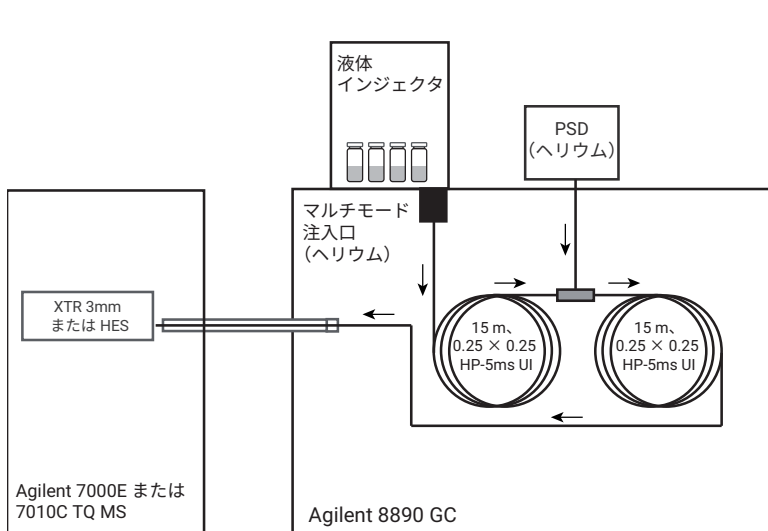


図 1. Agilent 8890/7000E および 8890/7010C GC/TQ システム (A) とシステム構成 (B)

表 1. 同時ダイナミック MRM およびスキャン (dMRM/スキャン) 農業分析における Agilent 8890/7000E および 8890/7010C GC/TQ 条件

パラメータ	設定値
GC	Agilent 8890 GC システムと高速オープン、オートサンブラ、トレイ
注入口	マルチモード注入口 (MMI)
モード	スプリットレス
スプリットベントへのパージ流量	0.75 分で 60 mL/min
セブタムパージ流量	3 mL/min
セブタムパージ流量モード	切り替え
注入力	1.0 µL
注入の種類	スタンダード
L1 エアギャップ	0.2 µL
ガスセバ	3 分後 30 mL/min でオン
注入口温度	60 °C で 0.1 分間、その後 600 °C /min で 280 °C まで
ポストラン注入口温度	310 °C
ポストラン総流量	25 mL/min
キャリアガス	ヘリウム
注入口ライナ	Agilent ウルトライナート 2 mm ディンプルドライナ、スプリットレス
注入口ライナの部品番号	5190-2297
オープン	
オープン初期温度	60 °C
初期オープン保持	1 分
昇温速度 1	40 °C /min
最終温度 1	170 °C
最終オープン保持 1	0 分
昇温速度 2	10 °C /min
最終温度 2	310 °C
最終オープン保持 2	2.25 分
合計分析時間	20 分
ポストラン時間	1.5 分
平衡化時間	0.25 分
カラム 1	
タイプ	Agilent HP-5ms UI、15 m × 0.25 mm、0.25 µm (部品番号 19091S-431UI-KEY)
コントロールモード	定流量
流量	1.016 mL/min
注入口接続	マルチモード注入口 (MMI)
出口接続	PSD (PUU)
PSD パージフロー	5 mL/min
ポストラン流量 (バックフラッシュ)	-7.873

パラメータ	設定値
カラム 2	
タイプ	Agilent HP-5ms UI、15 m × 0.25 mm、0.25 µm (部品番号 19091S-431UI-KEY)
コントロールモード	定流量
流量	1.216 mL/min
注入口接続	PSD (PUU)
出口接続	MSD
ポストラン流量 (バックフラッシュ)	8.202
MSD	
モデル	Agilent 7000E または 7010C
イオン源	3 mm レンズ付きの不活性エクストラクタイオン源または超高感度イオン源 (HES)
真空ポンプ	パフォーマンスタワーボ
チューニングファイル	Atunes.eiex.jtune.xml または Atunes.eihs.jtune.xml
溶媒待ち時間	3 分
四重極温度 (MS1 および MS2)	150 °C
イオン源温度	280 °C
モード	同時 dMRM/スキャン
He クエンチガス	2.25 mL/min
N ₂ コリジョンガス	1.5 mL/min
MRM 条件	
トータル MRM (dMRM モード)	614
最小ドウェルタイム (ms)	6.85
最小サイクル時間 (ms)	69.8
最大同時 MRM 数	52
EM 電圧ゲインモード	10
フルスキャンパラメータ	
スキャンタイプ	MS1 スキャン
スキャン範囲	m/z 45 ~ 450
スキャン時間 (ms)	220
ステップサイズ	0.1 amu
プロファイルデータ	なし
スレッシュホールド	0

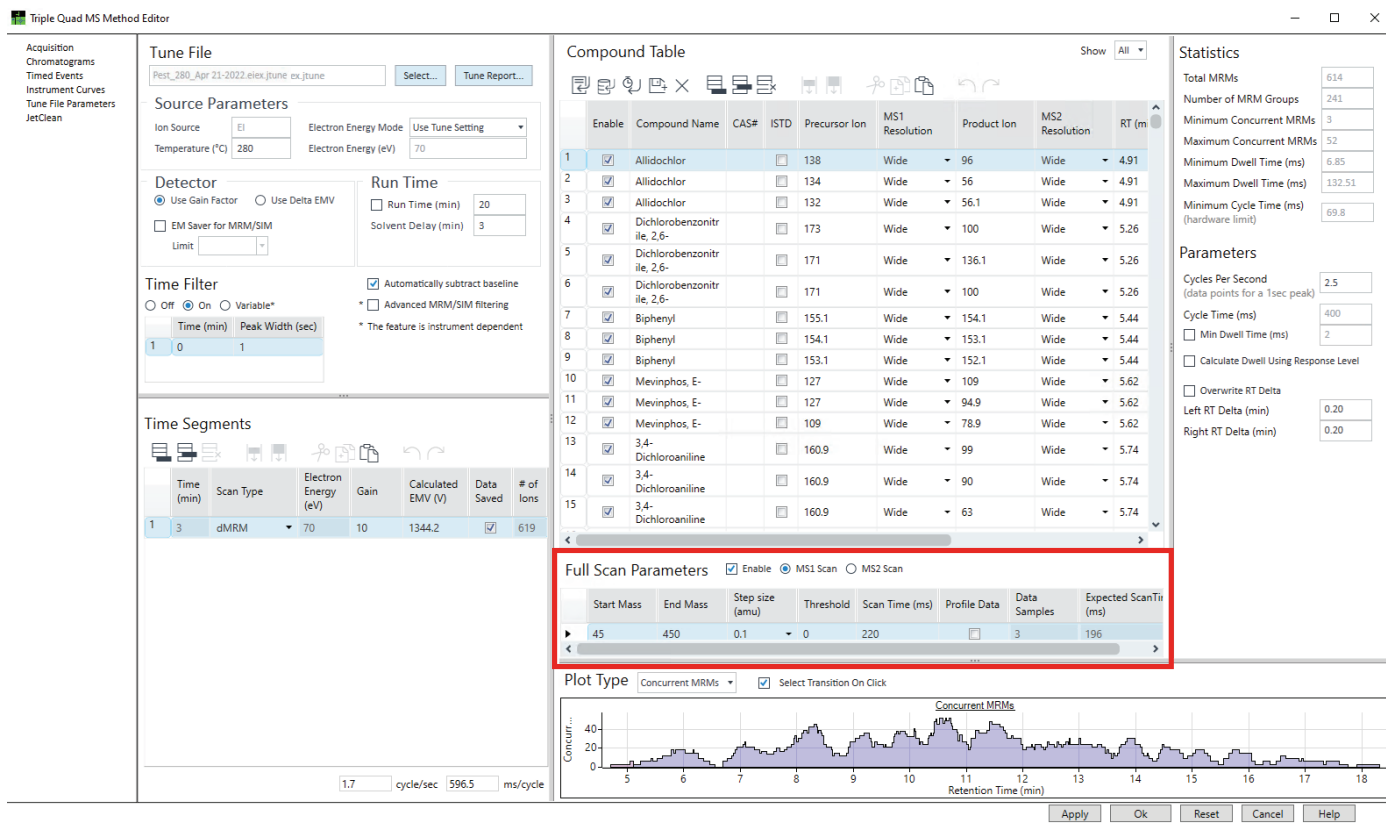


図 2. 本検討の同時 dMRM/スキャンで使用したフルスキャン取り込みパラメータを示す TQ MS メソッド編集画面

定する方法と、サンプルスクリーニングに使用する推奨パラメータを示したものです。GC/TQ を使用したフルスキャンデータの取り込みと処理に関するベストプラクティスの詳細については、アプリケーションノート 5994-3859JAJP¹ を参照してください。

データは 1 回の分析実行で dMRM/スキャンモードで取り込まれ、対象を絞った多成分一斉分析と、未知成分の同定およびレトロスペクティブ解析が可能なフルスキャンデータの同時取り込みが可能です。この取り込みメソッドでは、Agilent MassHunter 農業および環境汚染物質 MRM データベース (P & EP 4) のリテンションタイムと一致するようにリテンションタイムロックが適用されます。20 分間

の分析に関して dMRM のみの場合と比較した dMRM/スキャンのデータファイルサイズの違いは、約 20 MB でした。例えば、614 の MRM トランジションと m/z 45 ~ 450 の範囲のフルスキャンを含む dMRM/スキャンモードで分析されたカイエンベッパー抽出物のファイルサイズは 30 MB です。同じサンプルを dMRM のみのモードで分析すると、ファイルサイズは 11 MB となります。

データの取り込みと処理は、Agilent MassHunter ワークステーションバージョン 10.1 以降で行いました。

検量線の評価は、0.1、0.5、1、5、10、50、100、250、500、1,000、および 5,000 ppb を含む、0.1 ~ 1,000 ppb (w/v) の範囲の一連

のマトリックスマッチング標準溶液を使用して評価しました。FDA、USDA、およびその他の世界的な政府機関によって規制された 203 の化合物を含む GC 用 多成分残留農薬キット (Restek、米国ペンシルベニア州ベルフォント) を、マトリックスマッチング標準溶液の調製に使用しました。対象農薬の定量のための内部標準として α -BHC-d6 をバイアル中で 20 ppb になるように添加しました (Agilent Bond Elut QuEChERS IS 標準番号 6、部品番号 PPS-610-1)。すべての検量線に $1/x$ の重み係数を適用しました。

サンプル前処理

図 3 に、サンプル前処理のワークフローを示します。サンプル前処理は、QuEChERS 抽出によるサンプル抽出と、それに続く Agilent Captiva EMR パススルークリーンアップ (溶液を固相に通過させるだけのクリーンアップ) という 2 つの主要な手順から構成されます。マトリックスに応じて、各種の Captiva EMR 製品を使用しました。高クロロフィルの生のホウレンソウには、Captiva EMR-HCF1 (部品番号 5610-2088) カートリッジを使用しました。色素が少ないけれども油分の多い乾燥クルミには、Captiva EMR-LPD (部品番号 5610-2092) を使用しました。分析が非常に困難な乾燥カイエンペッパーには、Captiva EMR-GPD (部品番号 5610-2091) を使用しました。Captiva EMR パススルークリーンアップ処理には、加圧マニホールド 48 プロセッサ (PPM-48、部品番号 5191-4101) を使用し

ました。新しいサンプル前処理ワークフローは、サンプルマトリックスの除去と対象化合物の定量データの品質の両方を向上させた簡易化された手順となっています。図 3 に、サンプル前処理ワークフローの詳細については、アプリケーションノート 5994-4965JAJP³ を参照してください。

結果と考察

同時 dMRM/スキャンモードで取り込まれたデータは、いくつかの重要な機能を果たすことができます。図 4 はこれらをまとめたものです。dMRM データ取り込みモードを用いた従来のターゲット GC/MS/MS 分析 (図 4 では緑色で強調表示) と比較して、dMRM データの処理と使用へのアプローチは変わっていません。フルスキャンデータの同時取り込みにより、

図 4 で青色で強調表示された 3 つの追加機能が提供されます。

フルスキャンでのマトリックスの評価

まず、フルスキャンデータ取り込みモードにより、イオン源へのマトリックス負荷量の評価が容易になります。アプリケーションノート 5994-4965JAJP⁴ では、フルスキャンモードでマトリックスを分析することの重要性が説明されています。この分析により、ユーザーはトータルイオンカレントクロマトグラム (TICC) の絶対アバンダンスを評価できますが、これが GC/TQ で 7×10^7 カウントを超えないようにすることをお勧めします。フルスキャンモードでの TICC の評価は、任意のRetention Time で EI イオン源がマトリックスでオーバーロードしている可能性があるかどうかを評価することができます。イオン源のオーバーロードは、共溶出分析成分の感度と定量精度の低下につながるおそれがあります。

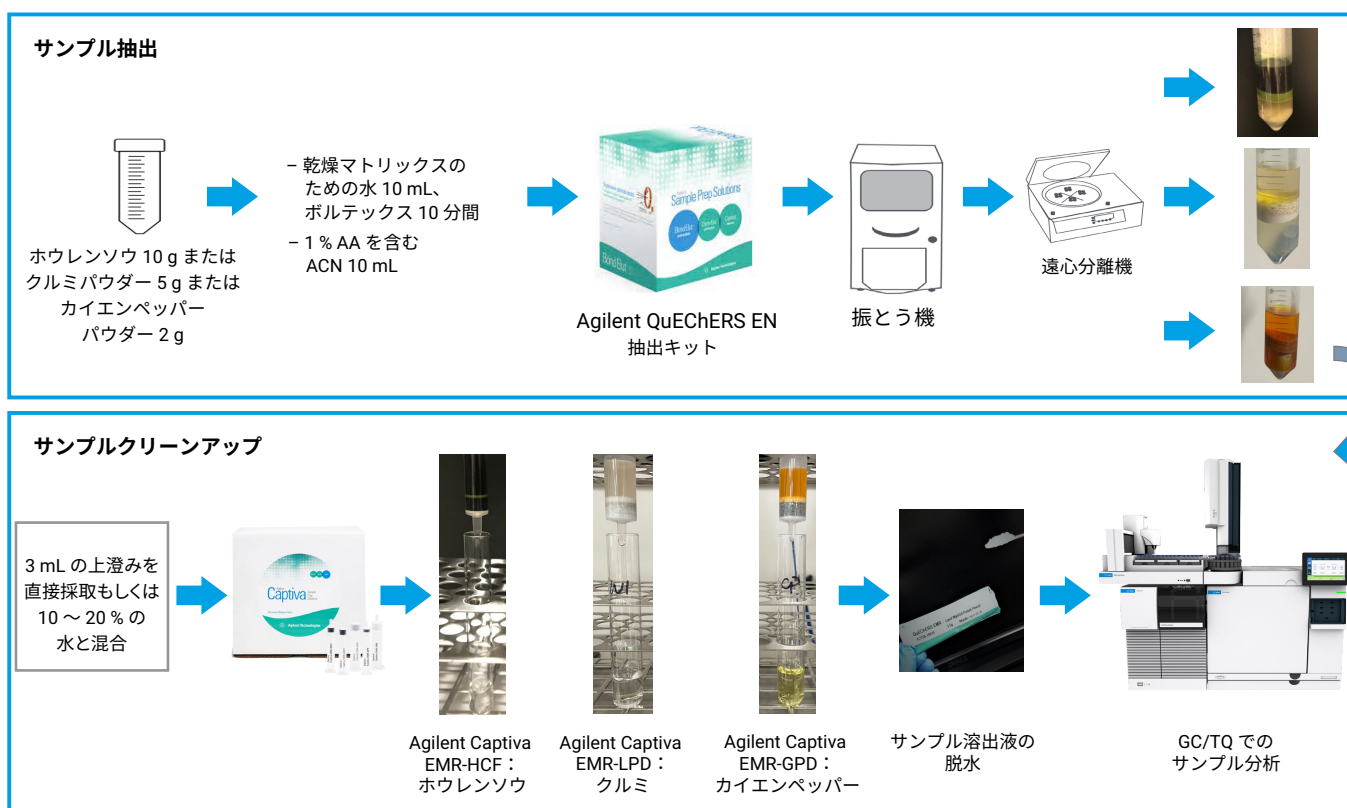


図 3. 従来の QuEChERS 抽出と、それに続く Captiva EMR パススルークリーンアップを含むサンプル前処理のフローチャート

図 5 に示すように、分析した 3 つのマトリックスのうち、カイエンペッパーは最も高いバックグラウンドを示すことが特徴的で、スキャンの TICC は 7×10^7 カウントを超えました。また、図 5C の下部の MRM TICC は、ホウレンソウおよびクルミ抽出物と比較した場合、カイエンペッパー抽出物でより多くの MRM トランジションが妨害されたか、バックグラウンドが高かったことを示しています。11 ~ 12.5 分の間に溶出した農薬により、感度とダイナミックレンジを評価する際に、カイエンペッパーのマトリックスによって性能が損なわれたと考えられることが、この評価で明らかになりました。

例えば、エンドスルファン I (α -エンドスルファン) は 11.273 分で溶出し、カイエンペッパー中で定量できたのは 5 ppb 以上でした。しかしホウレンソウとクルミの抽出物でのエンドスルファン I は、7000E および 7010C GC/TQ システムの両方で 0.1 ppb まで定量できました。フルスキャンで TICC を評価すると、カイエンペッパー抽出物には、エンドスルファン I と共溶出するマトリックスの干渉が、他の 2 つのマトリックスよりも多いことがわかります。しかし、12.291 分に溶出した立体異性体エンドスルファン II (β -エンドスルファン) は、カイエンペッパーのマトリックスによる共溶出成分が少なかったため、3 つのマトリックスすべてで 0.1 ppb まで定量が可能でした。

1 回の分析

- フルスキャンでのマトリックスの評価
- 未知成分の同定とレトロスペクティブ分析
- ライブラリー一致スコアによるターゲットの確認

スキャン

- MRM 定量イオン、定性イオン、リテンションタイムによるターゲットの確認
- 従来の dMRM 分析と同等の感度とダイナミックレンジを備えた dMRM による定量

dMRM

図 4. 1 回の分析において同時 dMRM/スキャンデータ取り込みモードで実現される機能

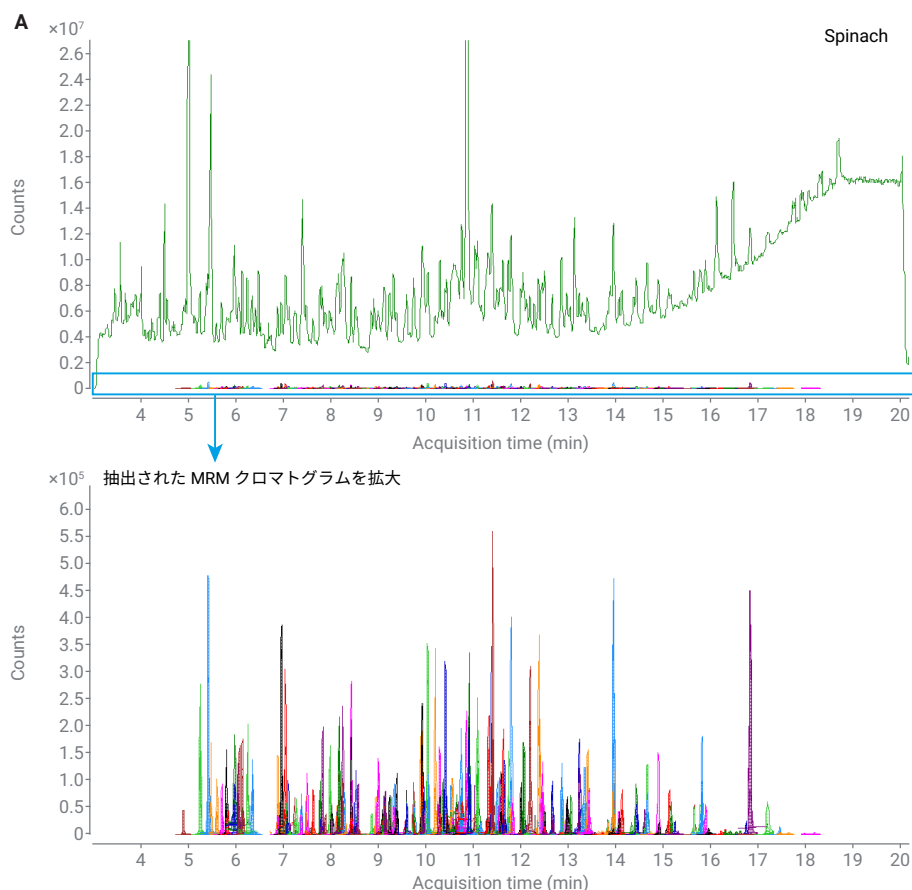


図 5A. ホウレンソウ抽出物の同時 dMRM/スキャンデータ取り込みモードで取得したスキャン (上) および dMRM (下の拡大図) TICC

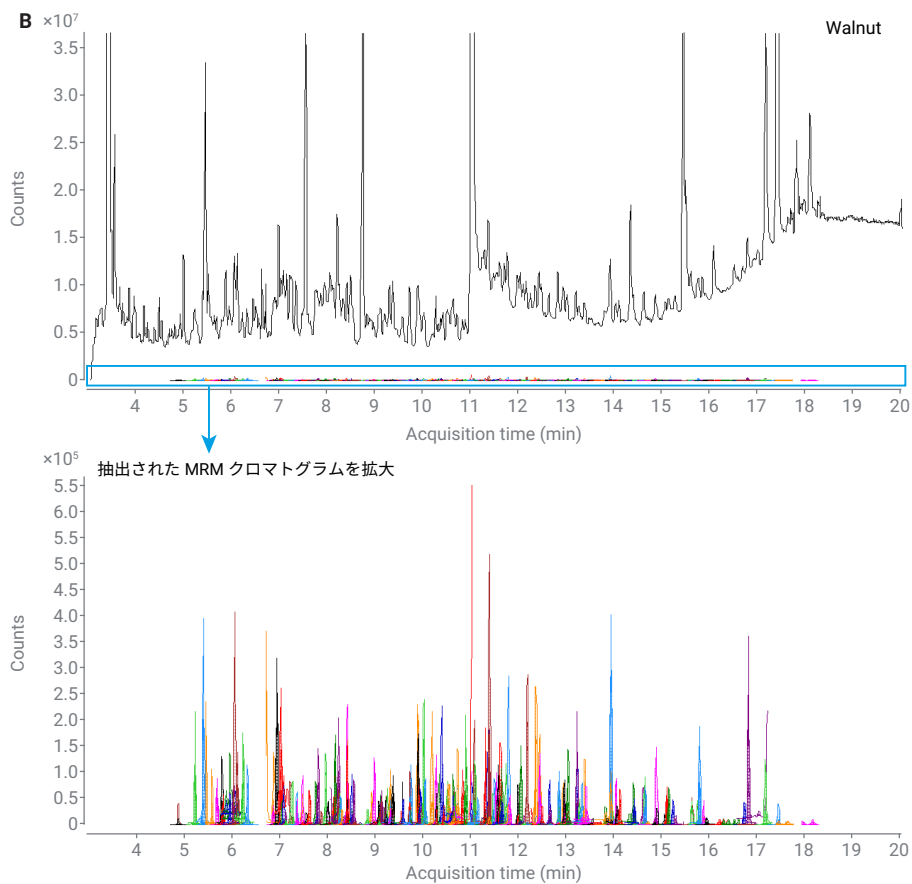


図 5B. クルミ抽出物の同時 dMRM/スキャンデータ取り込みモードで取得したスキャン (上) および dMRM (下の拡大図) TIC

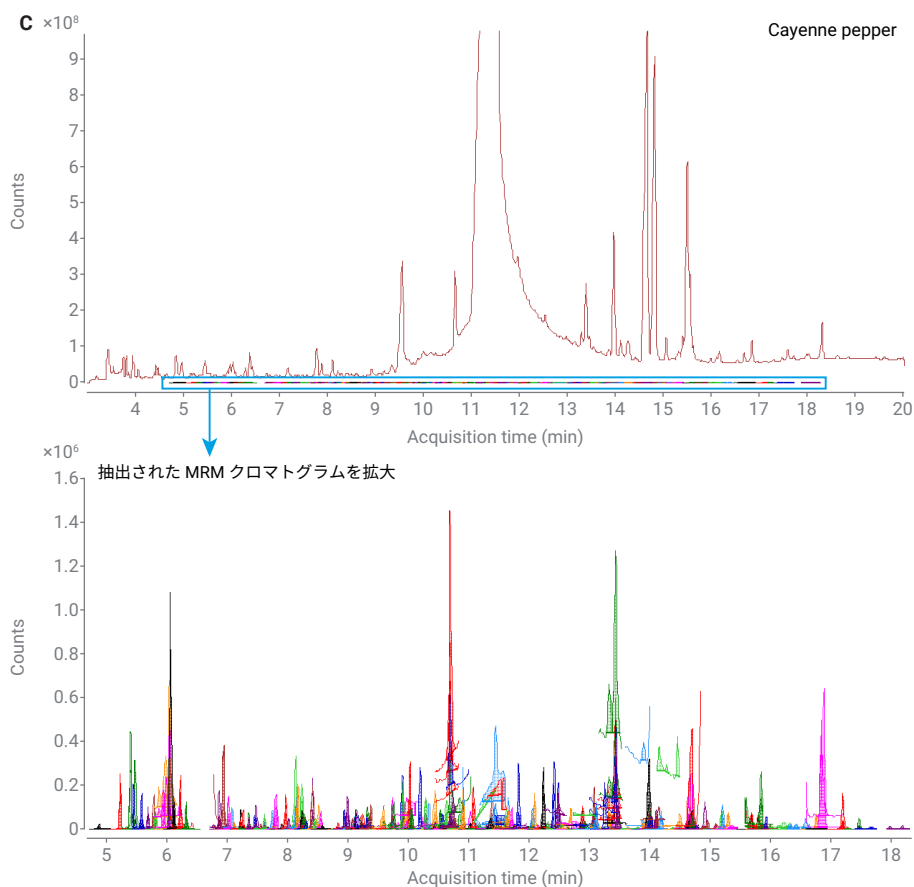


図 5C. カイエンペッパー抽出物の同時 dMRM/スキャンデータ取り込みモードで取得したスキャン (上) および dMRM (下の拡大図) TIC

未知成分の同定とレトロスペクティブ分析

同時 dMRM/スキャンデータ取り込みモードにより、分析する各サンプルのフルスキャンデータの取り込みと保存が可能になります。フルスキャンデータは、デコンボリューションおよび NISTなどの GC/MS スペクトルライブラリを用いたライブラリ検索により、化合物スクリーニングを実行することができます。この機能はレトロスペクティブ分析にとって重要で、サンプル再分析の必要がなくなります。

USDA が発行した 2016 年の農業データプログラム年次要約⁴では、分析されたホウレンソウ 707 検体のうち 1 つでクロルプロファミンが検出されたことが示されていますが、この除草剤には、EPA がホウレンソウの使用に対して規定した基準値はありません。⁵クロルプロファミンには基準値が規定されていないため、ホウレンソウを分析する場合、この分析成分は GC/MS/MS メソッドの対象リストに含まれていない可能性があります。図 6 は、ホウレンソウの QuEChERS 抽出物でクロルプロファミンが、MassHunter Unknowns Analysis とリテンションタイムロック農業ライブラリに対するスクリーニングワークフローで同定されたことを示しています。本検討では、クロルプロファミンをホウレンソウマトリックスにスパイクし、dMRM/スキャンデータ取り込みモードで dMRM データと同時に取得したフルスキャンデータを使用して化合物を同定する能力を検証しました。クロルプロファミンは、7000E および 7010C GC/TQ システムを使用して、ホウレンソウの QuEChERS 抽出物中において 50 ppb 以上の濃度で良好に同定されました。

図 6 は、ホウレンソウ抽出物に農薬混合溶液を 100 ppb になるようにスパイクした時のスクリーニング結果を示したものです。クロルプロファムは同定された成分に含まれており、表中で青色で強調表示されています。ライブラリー一致スコア (LMS) は 72 で、観測されたリテンションタイムとスペクトルライブラリで提示されたリテンションタイムとの差は 0.009 分でした。図 6 の右下は、MassHunter Unknowns Analysis に表示されたヒットした化合物のスペ

クトル情報です。生の質量スペクトルが右下に表示されており、ミラープロットにより、デコンボリュートされた質量スペクトルがライブラリスペクトルと比較されています。右上の拡大クロマトグラムでは、クロルプロファムに対応する成分が赤色で強調表示されています。同定されたその他の成分は緑色で表示され、TICC スキャンプロファイルは黒色で表示されています。

アラクロール、アルドリン、カルフェントラゾンエチルなどの同定された化合物の一部は、LMS が 60 未満と低かったことに注意してください。しかし、リテンションタイムのデルタが小さく、質量スペクトルに固有のイオンが存在することで、これらの同定の信頼性が高くなっています。

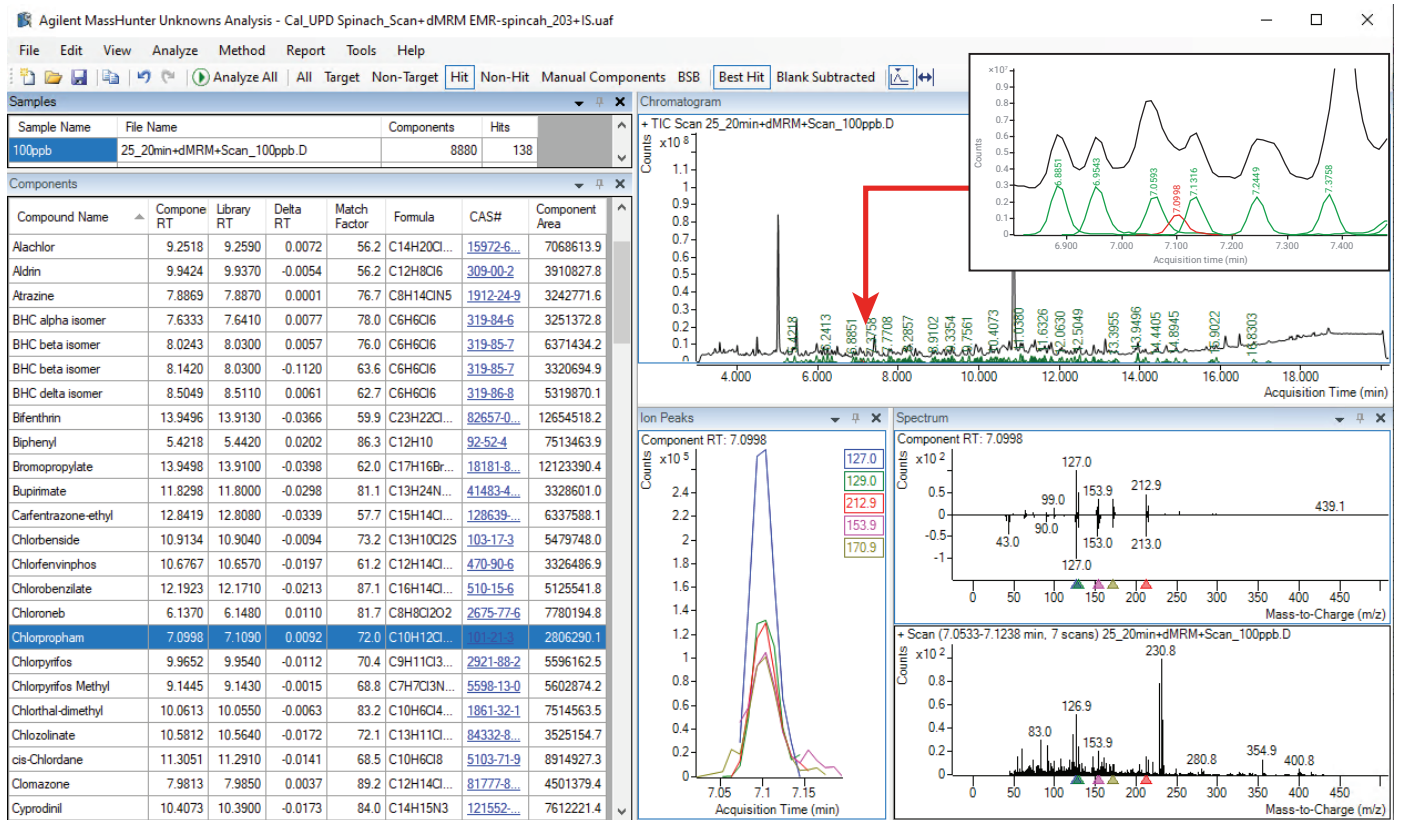


図 6. リテンションタイムロックスペクトルライブラリを用い、農薬混合物を 100 ppb でスパイクしたホウレンソウ抽出物の検索結果の部分的なリスト。表中でクロルプロファムが選択され、抽出イオンクロマトグラムと対応するスペクトル情報が右下に表示されます。データは、同時 dMRM/スキャンモードで 7000E GC/TQ を使用して取得されたものです。

ライブラリー一致スコアによるターゲットの確認

dMRM データと同時に取得されたスキャンデータで可能となる3つ目の機能は、LMSによるターゲットの確認です。この機能により、化合物同定の信頼性が高まります。これは、MRLを超えて定量された化合物を報告する場合に特に重要です。例えば、dMRMを使用してMRLを超える濃度の化合物を定量する場合、スキャンデータを評価して結果をさらに確認することができます。

表2は、カイエンペッパー抽出物にスパイクした農薬の中から、カイエンペッパーに適用可能な、トウガラシ (non-bell pepper) とスパイスで基準値が設定された農薬の一部を示しています。7000E GC/TQ では、10種類の化合物のうち8種類がMRL以下の濃度でスペクトル照合により同定されました(表2の緑色で強調表示)。

図7は、カイエンペッパー中のピフェントリン(図7A)、クロルピリホス(図7B)、およびメトラクロール(図7C) 100 ppbに関して、MassHunter Unknowns Analysisを用いてデコンボリュートされたマスペクトルとライブラリスペクトルのミラープロットを示しています。これらの農薬は、スキャンデータを使用してMRL濃度未満で同定できました。これらは、表2で太字で強調表示されています。100 ppbおよびMRLレベルのLMSが図に示されています。図7には、100 ppbおよび規定MRL濃度のLMSも示されています。通常、LMS値が65未満の場合、ヒットした化合物の精査が必要です。スペクトル照合のみに基づく、LMS < 65 のこのヒットは排除される可能性があります。例えば、ピフェントリンとクロルピリホスの場合、各農薬の3つの主要イオンがほぼ同じ比率で存在し、RTはRTLライブラリの値の0.074と0.033分の範囲内にあります。イオン比が予想に近いのとRTがほぼ一致していることから、正しい化合物同定の信頼性が高まります。

表2. MRLが設定されたカイエンペッパー抽出物にスパイクされた農薬と、同時dMRM/スキャンで7000E GC/TQを使用して同定するために必要な濃度

電子版連邦規則集 (eCFR)	食品	化合物	許容値/MRL (ppb)	7000E GC/TQでのスキャン同定限界 (ppb)
180.442	トウガラシ (non-bell pepper)	ピフェントリン	500	100
180.515	ハーブとスパイス、グループ19	カルフェントラゾン-エチル	2,000	250
180.342	コショウ	クロルピリホス	1,000	50
180.425	コショウ	クロマゾン	50	50
180.436	コショウ	シフルトリンとペータシフルトリン	500	1,000
180.153	コショウ	ダイアジノン	500	250
180.182	コショウ	エンドスルファン	2,000	500
180.516	ハーブとスパイス、グループ19	フルジオキシニル	20	5,000
180.111	コショウ	マラチオン	8,000	250
180.368	トウガラシ (non-bell pepper)	メトラクロール	500	100

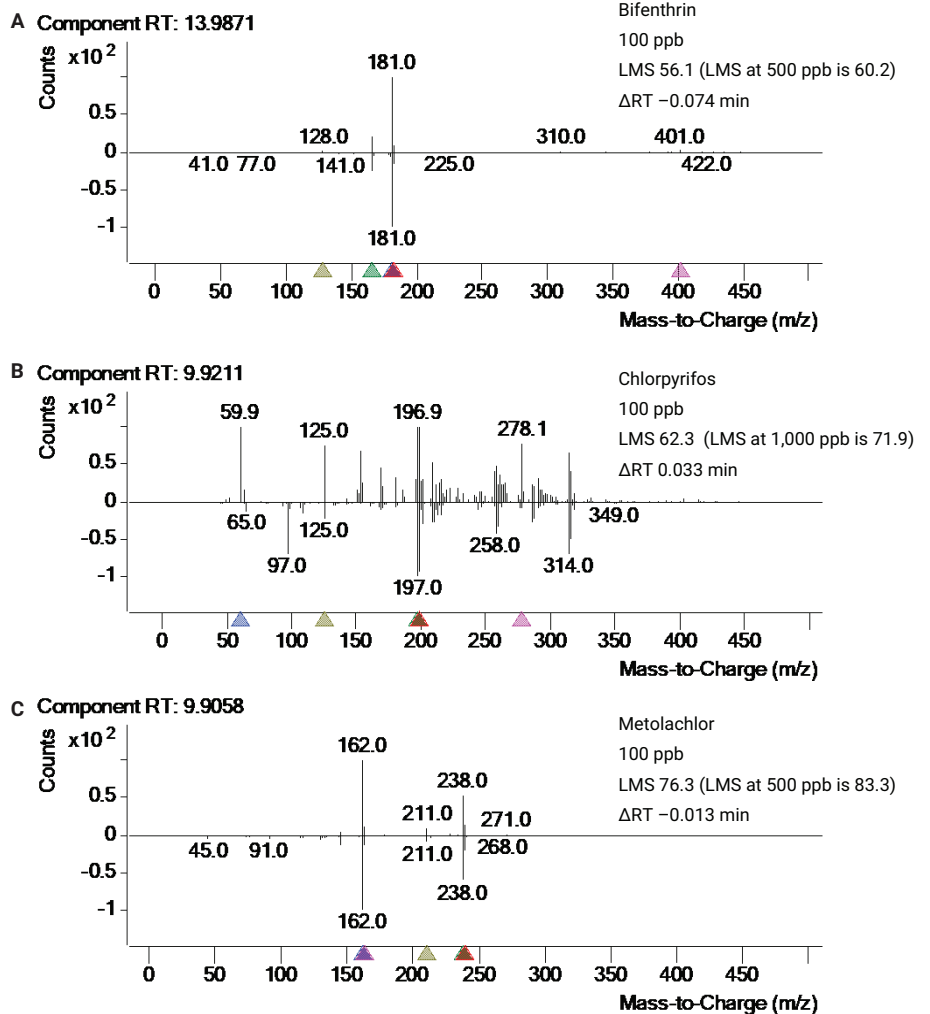


図7. Agilent 7000E GC/TQを使用し、同時dMRM/スキャンデータ取り込みモードでカイエンペッパーに100 ppbでスパイクしたピフェントリン (A)、クロルピリホス (B)、メトラクロール (C) のライブラリー一致スコアによるスペクトル確認

同時 dMRM/スキャンで取得した dMRM による農薬の定量

図 8 は、カイエンペッパーで MRL が規定された 3 つの農薬の比較定量結果を示しています。サンプルは、7000E GC/TQ を使用して、同時 dMRM/スキャンおよび dMRM のみ

のデータ取り込みモードで分析しました。定量用および定性用 MRM クロマトグラムは、0.1 ppb で同等の感度を示していますが、dMRM/スキャンによりドウェルタイムが短くなることによる感度低下が起きる可能性があります。両方の取り込み方法において、カイエンペ

パーのマトリックスマッチング検量線で、0.1 ~ 5,000 ppb の範囲で良好な直線性が得られました。MRL レベルでの定量精度を図に示します。

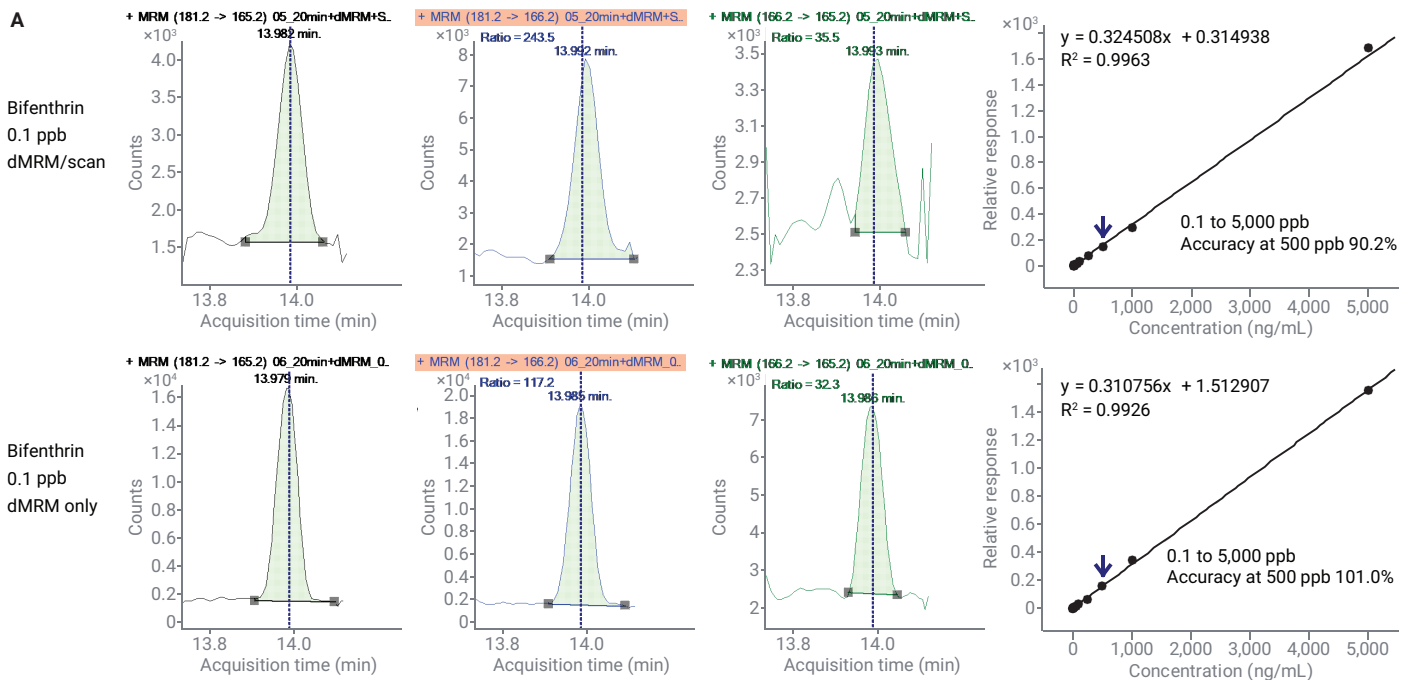


図 8A. カイエンペッパーに 100 ppb でスパイクされたピフェントリンの、定量イオンおよび定性イオンプロファイルと、0.1 ~ 5,000 ppb のマトリックスマッチング検量線。Agilent 7000E GC/TQ を使用し、同時 dMRM/スキャンおよび dMRM のみのデータ取り込みモードを使用

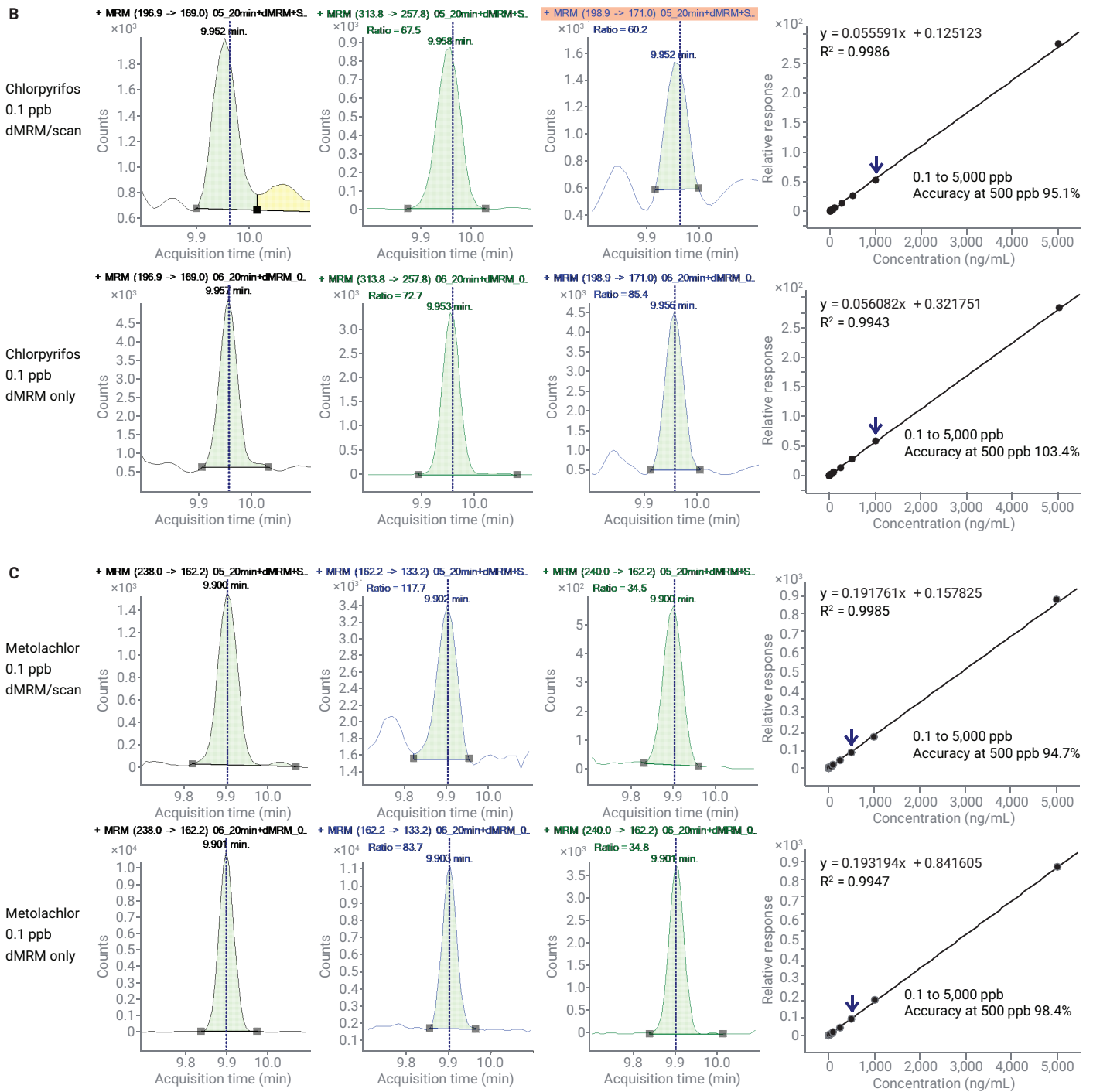
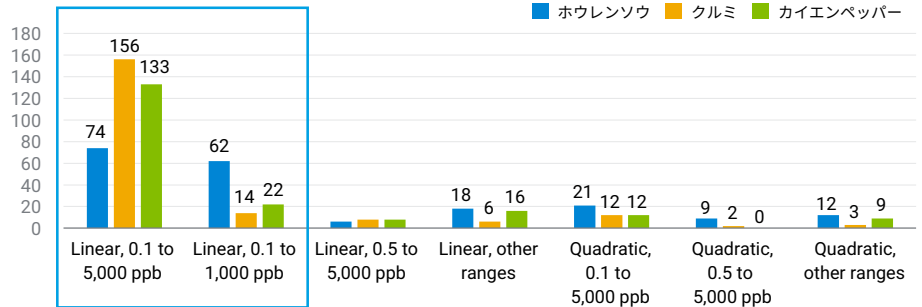


図 8B、C. カイエンベッパに 100 ppb でスパイクされたカトルピリホス (B) とメトラクロール (C) の、定量イオンおよび定性イオンプロフィールと、0.1 ~ 5,000 ppb のマトリックスマッチング検量線。Agilent 7000E GC/TQ を使用し、同時 dMRM/スキャンおよび dMRM のみのデータ取り込みモードを使用

図 9 は、7000E および 7010C GC/TQ システムを使用してホウレンソウ、クルミ、カイエンペッパー抽出物で分析を行った 203 種類の農薬について、同時 dMRM/スキャンモードで取り込まれた dMRM のデータを使用した検量線性能を示しています。この図は、決定係数 $R^2 > 0.99$ 、キャリブレーションフィット（直線または 2 次）、および検量線範囲を満たした化合物の数を示しています。検量線結果と感度は、アプリケーションノート 5994-4965.JAJP³ に示されている従来の dMRM データ取り込みモードで得られたものと同等でした。

超高感度イオン源（HES）の推奨マトリックス負荷量で 1 ng を超えないことを考慮すると、7010C の検量線上限は 7000E と比較して低くなりました（1,000 ppb 対 5,000 ppb）。ただし、7010C で達成された検量線範囲は、分析したほとんどの化合物において直線フィットで最大 4 桁でした。HES を搭載した 7010C GC/TQ は、低濃度で高いシグナル/ノイズ比（S/N）となる優れた感度を実現し、0.1 ppb 未満の濃度で正確な定量が可能になります。ただし、対象とする食品で規制されている農薬の MRL は 0.1 ppb 未満の定量を要求していないため、本検討の感度は必要とされませんでした。MRL が 1,000 ppb を超えるサンプルは、7010C GC/TQ で分析する前にさらに希釈することもできます。HES を用いれば、希釈されたサンプルでも定量下限レベルで高い感度を維持できます。

A $R^2 > 0.99$ の化合物の数、および dMRM/スキャンでの Agilent 7000E GC/TQ によるキャリブレーション範囲
全化合物の 67 ~ 79 %



B $R^2 > 0.99$ の化合物の数、および dMRM/スキャンでの Agilent 7010C GC/TQ によるキャリブレーション範囲
全化合物の 72 ~ 81 %

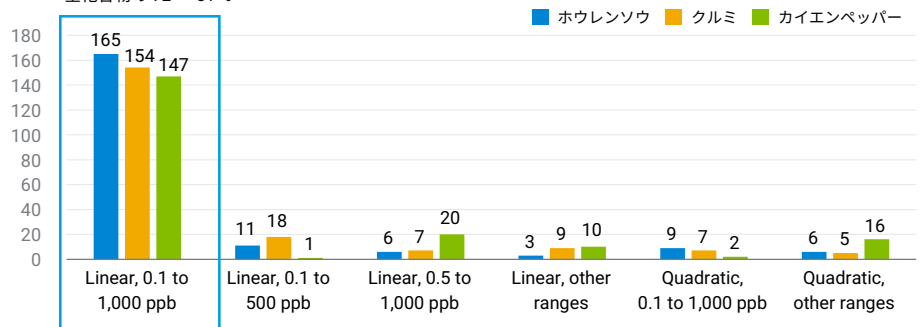


図 9. Agilent 7000E (A) および Agilent 7010C (B) GC/TQ を使用した、ホウレンソウ、クルミ、カイエンペッパーの QuEChERS 抽出物中の 203 種類の農薬の検量線評価結果。グラフは、化合物の数とその検量線範囲を示します。

結論

このアプリケーションノートでは、Agilent 8890/7000E および 8890/7010C トリプル 四重極 GC/MS システム (GC/TQ) を使用して、分析困難な食品マトリックス中の農薬を確実に同定・定量する新機能の同時 dMRM/スキャンデータ取り込みモードの使用について説明しました。同時 dMRM/スキャンモードを用いれば、各データ取り込みモードで個別にサンプルを再分析する必要がなくなります。このモードはレトロスペクティブ分析を可能にし、dMRM のみのモードと同等の定量性能を実現します。

同時 dMRM/スキャンモードで取得したデータは、次のような重要な機能に役立ちます。

- フルスキャンでのマトリックスの評価
- 未知成分の同定とレトロスペクティブ分析
- ライブラリー一致スコアによるターゲットの確認
- MRM 定量イオン、定性イオン、リテンションタイムによる対象化合物の確認
- 従来の dMRM 分析と同等の感度とダイナミックレンジを備えた dMRM による定量

このアプリケーションノートでは、ホウレンソウ、クルミ、およびカイエンペッパー抽出物を対象に取得したスキャンデータを使用してマトリックスを評価し、MassHunter Unknowns Analysis によるスペクトルデータのデコンボリューションによりスクリーニングを実行する方法を示しました。スキャンデータを用いると、ターゲット GC/TQ dMRM メソッドでは見逃される可能性がある、基準値の設定がない化合物を同定することができました。また、スキャンデータは、カイエンペッパーで実証されたように、dMRM メソッドに含まれ基準値を持つ化合物の同定を確認するためにも使用しました。感度と検量線は、従来の dMRM メソッドで得られたものと同等でした。同時 dMRM/スキャンは、1 回の分析で信頼性の高い定量と化合物同定を行うための魅力的なツールです。

参考文献

1. Andrianova, A.; Quimby, B. 半揮発性有機化合物のフルスキャン定量分析. Agilent Technologies application note, publication number 5994-3859JAJP, **2021**.
2. Andrianova, A.; Quimby, B.; Westland, J. デコンボリュートしたスペクトルのライブラリ検索によるイチゴ中の農薬の許容レベルでの GC/MSD スクリーニング Agilent Technologies application note, publication number 5994-0915JAJP, **2019**.
3. Andrianova, A.; Zhao, L. GC/MS/MS を用いた食品中残留農薬多成分一斉分析において最大限の性能を引き出すための 5 つの秘策. Agilent Technologies application note, publication number 5994-4965JAJP, **2022**.
4. Pesticide Data Program. Annual Summary, Calendar Year **2016**. <https://www.ams.usda.gov/sites/default/files/media/2016PDPAnnualSummary.pdf>. Accessed on July 7th, 2022.
5. Index to Pesticide Chemical Names, Part 180 Tolerance Information, and Food and Feed Commodities (by Commodity), US EPA, December 12, **2012**. <https://www.epa.gov/sites/default/files/2015-01/documents/tolerances-commodity.pdf> Accessed on April 28th, 2022.

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタマコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。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。

DE11973829

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2022

Printed in Japan, September 14, 2022

5994-4966JAJP