

シナモン中の 300 種以上の農薬の測定

Agilent Captiva EMR-GPD パススルークリーンアップを使用した LC/MS/MS および GC/MS/MS 検出

著者

Limian Zhao and
Anastasia Andrianova
Agilent Technologies, Inc.

概要

このアプリケーションノートでは、シナモン粉末中の残留農薬の多成分分析メソッドの開発と最適化について説明します。このメソッドには、Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 抽出キットによるサンプル抽出、その後の Agilent Captiva Enhanced Matrix Removal-General Pigment Dry (EMR-GPD) によるパススルークリーンアップ、LC/MS/MS および GC/MS/MS 分析が含まれています。新たに開発したメソッドでは、分析困難なシナモンマトリックス中の多数の農薬の分析において効率的なマトリックス除去、許容できるターゲット定量結果、および低い失敗率を実証されました。300 種類を超える農薬に対して優れたメソッド定量結果が得られており、シナモン中の 95 % 超のターゲットの平均回収率は 70 ~ 120 %、および 97 % 超のターゲットの平均 RSD は 20 % 未満でした。乾燥残留物の重量によるマトリックス除去評価では、シナモンの共溶出物の約 60 % が除去されたことが示されました。また、パススルークリーンアップが簡素化されたメソッドであることも実証され、分析者の作業時間と手間が削減されました。

はじめに

桂皮は、医療用および食用スパイスの重要な種として世界中で消費されています。しかし、シナモンの栽培、保管、および製造段階では一般的に、害虫、バクテリア、真菌を管理するために多数の農薬が混入してしまいます。これらの広く使用されている農薬は、環境および健康への影響に対する懸念を引き起こします。そのため、農薬を使用する際には、欧州連合 (EU) および国際食品規格委員会 (CAC) で規定されている規制などの、既存の国家規制や国際的な規制を順守する必要があります¹。

乾燥スパイスは、信頼性の高い農薬分析において大きな課題になる複雑なマトリックスです^{2,3}。シナモン粉末は、複雑性が高く色素濃度も高いため、分析するのが最も困難なマトリックスの1つと考えられています。通常この粉末には、12～15%の水、脂肪油、シナモンエッセンシャルオイル、フラボノイド、およびグリコシドが含まれています。この複雑なマトリックスは、農薬抽出およびマトリックス除去を同時に行うサンプル前処理において、大きな課題になります。通常、一般的に使用されているサンプル前処理メソッドでは、QuEChERS または改良 QuEChERS 抽出の後に、分散 SPE クリーンアップを使用します^{3,4}。

Carbon S カートリッジによる Agilent Captiva EMR では、高速かつ効率的なサンプルマトリックス除去を実現するためにパルスルークレーションアップ手法を使用します。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専用です。これら2つのカートリッジには、Agilent 専用充填剤 Carbon S と Captiva EMR-Lipid が含まれており、最適化された調製方法により1級-2級アミン (PSA) および C18 と混合されています。Captiva EMR-Lipid 充填剤では選択性と効率の高い脂質除去が実現すると同時に、PSA 充填剤では効率的な脂肪酸除去が実現します。また、Carbon S 充填剤では色素を効率的に除去し、EC-C18 充填剤では、さら

に進んだ疎水性マトリックススクリーンアップが実現します。混合調製方法を綿密に開発して最適化することにより、さまざまな濃度の色素成分が含まれる複雑な乾燥マトリックスのマトリックス除去とターゲット回収率のバランスを最適にします。一般的な色素乾燥マトリックスに対しては通常、Captiva EMR-GPD を推奨しますが、低色素乾燥マトリックスに対しては、Captiva EMR-LPD が適しています。

この実験では、LC/MS/MS および GC/MS/MS によるシナモン中の 300 種類を超える一般的な農薬の分析用として、パルスルークレーションアップで使用する Captiva EMR-GPD カートリッジによるサンプル前処理を最適化しました。

実験方法

材料および試薬

農薬標準品および内部標準品 (IS) を標準品混合原液としてアジレント・テクノロジー (部品番号 5190-0551) および Restek (ペルフォント、ペンシルバニア州、米国) から入手するか、または個別の標準品原液または粉末として Sigma-Aldrich (セントルイス、ミズーリ州、米国) から入手しました。HPLC グレードのアセトニトリル (ACN) は Honeywell (マスキーゴン、ミシガン州、米国) から入手しました。試薬グレードの酢酸、酢酸アンモニウム、およびフッ化アンモニウムも Sigma-Aldrich から入手しました。

溶液および標準品試料

混合 LC 標準品スパイク溶液と GC 標準品スパイク溶液、および IS スパイク溶液を、1:1 ACN/水または ACN 中で 10 µg/mL で前処理し、冷凍庫で -20 °C で保管しました。標準品スパイク溶液を室温で十分に温めて、使用前に超音波洗浄し、使用後に保管しました。

1% 酢酸抽出溶媒を含む ACN を、10 mL の氷酢酸を 990 mL の ACN に添加して前処理し、室温で保管しました。

実験装置と材料

LC/MS/MS は、Agilent 1290 Infinity LC システムと Agilent 6490 トリプル四重極 LC/MS を使用しました。Agilent 1290 Infinity LC システムは、Agilent 1290 Infinity バイナリポンプ (G4220A)、Agilent 1290 Infinity オートサンブラ (G4226A)、および Agilent 1290 Infinity サーモスタットカラムコンパートメント (G1316C) で構成しました。Agilent 6490 トリプル四重極 LC/MS は、Agilent Jet Stream エレクトロスプレーイオンソースを搭載しました。データの取り込みと解析には、Agilent MassHunter ワークステーションソフトウェアを使用しました。

GC/MS/MS は、Agilent 8890 GC と Agilent 7000E トリプル四重極 GC/MS システム (GC/TQ) を使用しました。GC は、Agilent 7693A オートサンブラ (ALS) と 150 ポジショントレイで構成しました。GC システムでは、マルチモード注入口 (MMI) を使用しました。Agilent パージ付き Ultimate ユニオン (PUU) で接続されている2本の同一の 15 m カラムを使用して、ミッドカラムによるバックフラッシュを構成し、8890 ニューマティクス切り替えデバイス (PSD) モジュールで制御しました。関連する GC/TQ 構成については、Andrianova によるアプリケーションノート⁵をご覧ください。データは、ダイナミック MRM (dMRM) モードで取り込みました。取り込みメソッドをリテンションタイムロックし、MS メソッドをシームレスに作成するのに使用した、Agilent MassHunter 農薬および環境汚染 MRM データベース (P&EP 4) のリテンションタイムに一致させました。データの取り込みと分析には、MassHunter ワークステーションソフトウェアを使用しました。

サンプル前処理に使用するその他の装置として、Centra CL3R 遠心管 (Thermo IEC、マサチューセッツ州、米国)、Geno/Grinder (SPEX、ニュージャージー州、米国)、Multi Reax 試験管シェーカー (Heidolph、シュヴァーバハ、ドイツ)、ピペットトリピーター (Eppendorf、ニューヨーク州、米国)、Agilent 加圧式

マニホールド 48 プロセッサ (PPM48) (部品番号 5191-4101)、Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 抽出キット (部品番号 5982-5755)、Agilent Captiva EMR-GPD カートリッジ、6 mL (部品番号 5610-2091)、Agilent Bond Elut QuEChERS EMR-Lipid 脱水パックキット、3.5 g 無水 MgSO₄ (部品番号 5982-0102)、およびセラミックホモジナイザ、50 mL チューブ、100 個 (部品番号 5982-9313) を含めました。

分析条件

表 1 に、LC/MS/MS 条件を示します。ターゲットの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⁶ をご覧ください。表 2 に、GC/MS/MS 条件を示します。ターゲットの 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) をご覧ください。

図 1 に、QuEChERS AOAC 抽出とその後の Captiva EMR-GPD クリーンアップにより前処理された、濃度 100 ng/g での添加シナモンサンプル中のターゲット農薬の代表的な MRM クロマトグラムを示します。

表 1. Agilent 1290 Infinity LC および Agilent 6490 トリプル四重極 LC/MS を使用した LC/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 B) 10 mM ギ酸アンモニウム、0.5 mM フッ化アンモニウム、95:5 の ACN:水、0.125 % ギ酸		
ニードル洗浄	1:1:1 の ACN:MeOH:IPA:水、0.2 % ギ酸		
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 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		
ネプライザ	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 (プラスおよびマイナス)		
ノズル電圧	0 V (プラスとマイナスの両方)		
iFunnel パラメータ	高圧 RF: 150 V (プラス)、90 V (マイナス)		
	低圧 RF: 60 V (プラス)、60 V (マイナス)		
極性	プラスおよびマイナス、参考文献 1 の表 4 を参照。		

表 2. Agilent 8890 GC および Agilent 7000E トリプル四重極 GC/MS を使用した GC/MS/MS メソッド条件。

カラム	Agilent HP-5ms UI、15 m × 0.25 mm、0.25 μm (2 本) (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 ウルトラライナート 2 mm ディンプルライナ (部品番号 5190-2297)
MMI 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 分間 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	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ボ
四重極温度	150 °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

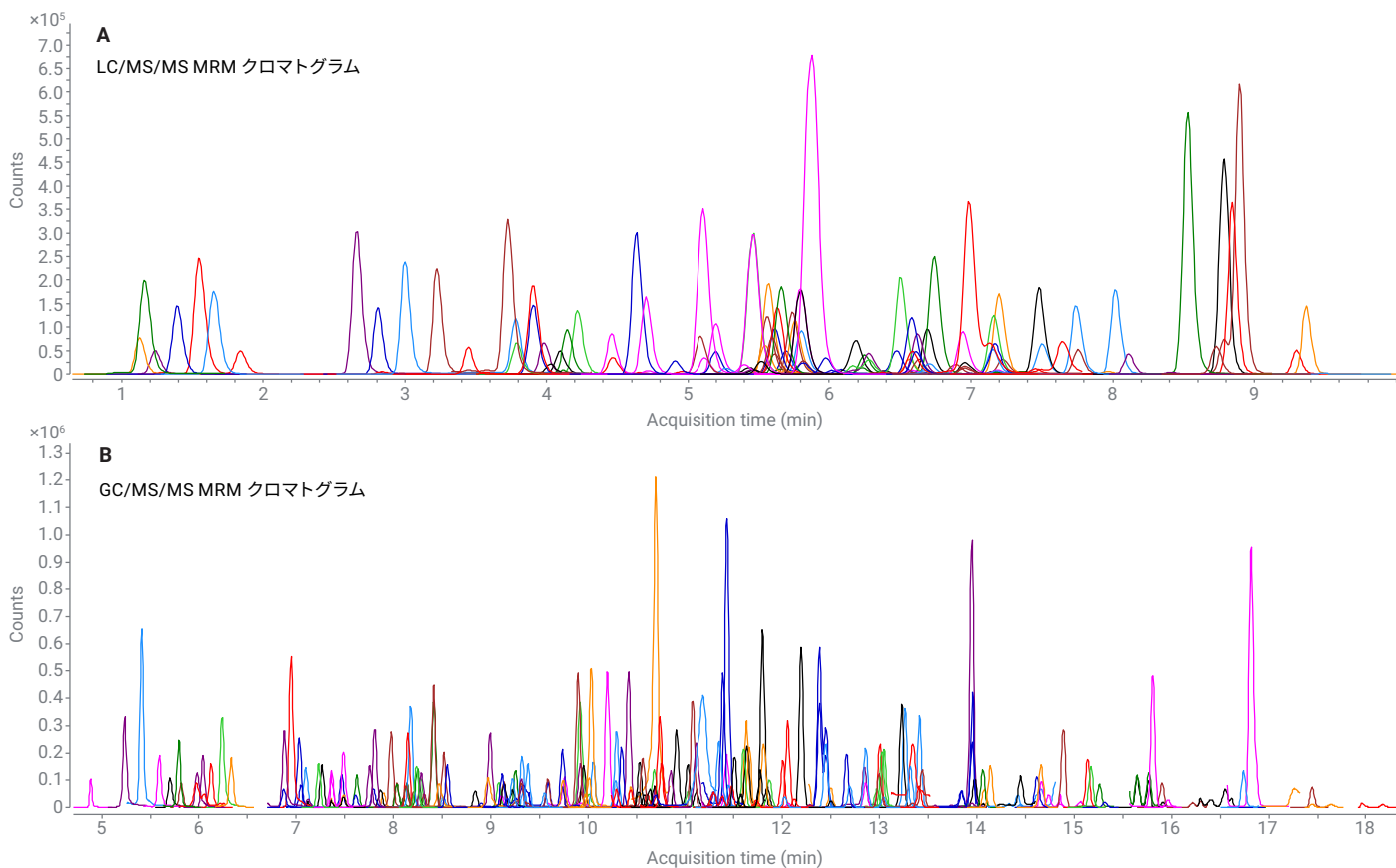


図 1. 100 ng/g のターゲット農薬を添加した抽出済みシナモンサンプルの LC/MS/MS MRM クロマトグラム (A) および GC/MS/MS MRM クロマトグラム (B)。サンプルは、Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 抽出キットを使用した後に、Agilent Captiva EMR-GPD クリーンアップを使用して前処理しました。

サンプル前処理

有機シナモン粉末は、地元の食料品店から購入しました。50 mL 遠心分離チューブに、シナモン粉末 1.5 g を計量しました。0.1 % ギ酸を含む 4 mL の水を添加しました。次に、サンプルを 15 分間ボルテックスし、乾燥マトリックスを完全に水和して平衡化しました。サンプル混合物を、QuEChERS AOAC メソッドに従って抽出しました。抽出後、2.7 mL の未処理の抽出物を 0.3 mL の水と混合しました。次に混合したサンプルを、パススルークリーンアップのために Captiva EMR-GPD 6 mL カートリッジに移しました。サンプル溶出を、自然落下または溶出量が 1 滴あたり 2 ~ 4 秒の

一定値である低レベルの加圧 (1 ~ 3 psi) により実施しました。通常、3 mL のサンプル混合液の溶出には 10 ~ 15 分を要します。無水 MgSO_4 によりサンプル溶出液を乾燥させ、水残留物を完全に除去しました。これで GC/MS/MS による直接分析、または LC/MS/MS 分析前のさらなる希釈用サンプルの準備が完了しました。図 2 に、詳細なサンプル前処理手順を示します。完全なサンプル前処理手順により、サンプル抽出およびマトリックスクリーンアップ後のシナモン中のターゲットの濃度から最終のシナモン抽出物までにおいて、10 倍の希釈係数を生成しています。

メソッド開発

シナモンマトリックスの複雑性および共溶出残留物に関する実験を参考にして、シナモンサンプルのサイズと希釈係数をスクリーニングしました。マトリックス共溶出評価を参考にして、5 mL の水を使用した場合と 10 mL の水を使用した場合を比較することにより、乾燥粉末水とでの水の添加の影響についても調査しました。

メソッド性能の評価

開発したサンプル前処理メソッドを、シナモンのマトリックス除去、ターゲット回収率、再現性、およびマトリックス効果、マトリックス適合検量線の直線性と定量下限 (LOQ) の点で評価しました。回収率、再現性、およびマトリックス効果を評価するために、6 回の繰り返し分析において、シナモンの 10 および 100 ng/g でプレススパイクした品質管理 (PR-QC) サンプルを前処理しました。これは抽出後の未処理のサンプル抽出物の 1 および 10 ng/mL に相当します。次に、スパイクしたサンプルとマトリックスブランクサンプルを、開発したメソッドを使用して前処理しました。水による希釈前に、1 および 10 ng/mL でポストスパイクした QC (PO-QC) をマトリックスブランク抽出物中で前処理しました。LC 標準品スパイク溶液のみを使用して、試薬ブランク (1 % の酢酸を含む ACN) の 1 および 10 ng/mL で純粋な QC を直接スパイクしてから、水で適切に希釈しました。各種類の QC を 6 回の繰り返し分析用に前処理しました。PR-QC と PO-QC 中の対応するターゲットのピーク面積比を使用して、ターゲット回収率を算出しました。RSD 算出でのサンプル前処理メソッドの再現性の確認には、PR-QC のピーク面積を使用しました。PO-QC と純粋な QC 中の対応するターゲットのピーク面積比を使用して、ターゲットのマトリックス効果を算出しました。シナモンのマトリックスブランク抽出物の濃度 0.5、1、2、5、10、50、100、250、400、および 500 ng/g でポストスパイクすることにより、マトリックス適合検量線の直線性と LOQ を評価しました。これはシナモンでは 5 ~ 5,000 ng/g に相当します。成分の同定、確認、定量は、リテンションタイムと MRM トランジションから測定しました。

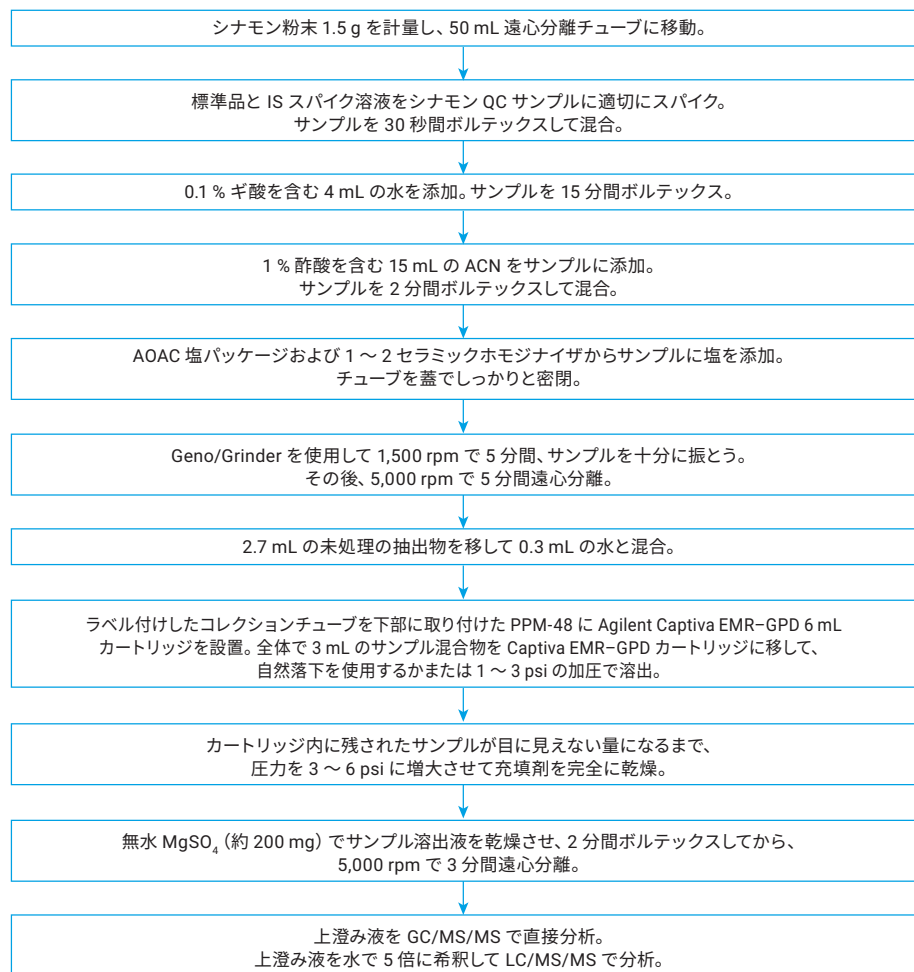


図 2. Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 抽出およびその後の Agilent Captiva EMR-GPD パススルークリーンアップによる、シナモンサンプルのサンプル前処理手順

結果と考察

メソッドの開発と最適化

シナモン粉末の色は暗褐色で、一般的な色素乾燥マトリックスであると考えられます。このため、パススルークリーンアップには Captiva EMR-GPD が適しています。予備マトリックスの複雑性およびマトリックス除去の効率の評価用に、1.5 g のシナモンを 10 倍に希釈して、サンプルマトリックスをスクリーニングしました。図 3A は、代表的なシナモンの色を示す画像です。図 3B は、QuEChERS 抽出後の未処理の抽出物を示しており、色は比較的暗褐色です。図 3C に、未処理の抽出物の乾燥残留物を示します。未処理の抽出物は 1 mL あたり 8 ~ 10 mg を計量しています。図 3D

に、シナモン抽出物の GC/MS フルスキャンクロマトグラフィーバックグラウンドを示します。ここで、最上部のクロマトグラムはクリーンアップなしの未処理の抽出物を、真ん中の 2 つのクロマトグラムは従来の dSPE クリーンアップを実施した抽出物を、最下部のクロマトグラムは Captiva EMR-GPD クリーンアップを実施した抽出物を示しています。シナモンマトリックスは非常に色素が多く、これらの豊富な干渉物は 5 ~ 7 分という比較的初期のリテンションタイムウィンドウで溶出していますが、これらの干渉物は比較的極性が高いことを示しています。QuEChERS 抽出後のクリーンアップにより、中期から後期にかけて溶出した干渉物がほぼ除去されており、全体のバックグラウンドベースラインが低下しました。

Captiva EMR-GPD は、従来の dSPE クリーンアップと比較してクリーンアップ効率が多少向上しており、マトリックスバックグラウンドのクリーンアップ効率が 4 ~ 10 % 向上しました。3 つのクリーンアップメソッドのマトリックス共溶出残留物の除去程度はほぼ同じでしたが、やはり EMR-GPD クリーンアップでは残留物のクリーンアップ効率が最高でした。

未処理の抽出物の 1 mL あたりの共溶出残留物は 10 mg 未満であり、初期に溶出したマトリックス干渉物の除去 (5 ~ 7 分の RT ウィンドウ) が困難であることを考慮して、10 倍の希釈係数が必要であることが実証されました。結果的に、サンプル前処理では 1.5 g の桂皮粉末を 10 倍に希釈して使用しました。

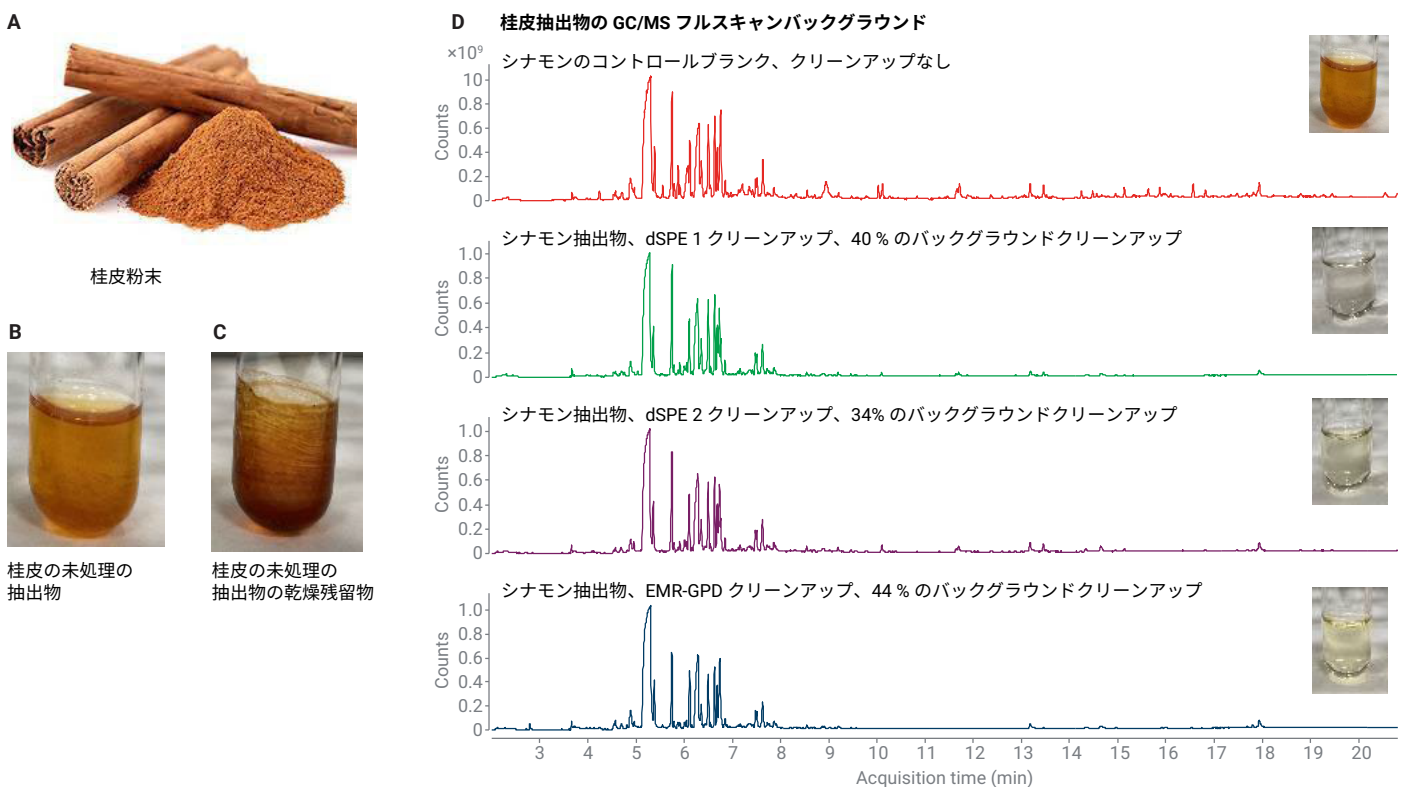


図 3. シナモンマトリックスの予備実験。(A) 代表的な桂皮粉末、(B) QuEChERS 抽出後の未処理の抽出物、(C) 未処理の抽出物の乾燥残留物、(D) 桂皮抽出物の GC/MS フルスキャンクロマトグラフィーバックグラウンド

さらに、マトリックスに関する実験から、水和使用する水が少ないとマトリックス共溶出物が減少することもわかりました。サンプルの水和に 10 mL の水を使用した場合と比較して 5 mL の水を使用した場合は、マトリックス共溶出物が約 30 % 減少しました。ただし、シナモン乾燥サンプルを事前に湿らせるために 5 mL の水を使用した場合、酸性農薬の回収率が大幅に低下しました。それでも、酸性バッファを使用すると、いくつかの酸性農薬を回収できます。水和の長所と短所を考慮して、0.1 % のギ酸バッファを含む 4 mL の水を 1.5 g の桂皮粉末に添加し、サンプルを水和しました。

Captiva EMR-GPD パススルークリーンアップを使用する際に、未処理のサンプル抽出物と水を事前混合すると、分析対象物の回収率に影響を与えることが判明しました⁷。未処理のシナモン抽出物に対する水の比率を 0:100、5:95、10:90 にして、EMR-GPD クリーンアップ前の水の事前混合率の影響についても調査しました。図 4 では、影響を受けやすい農薬のターゲット回収率の結果を比較しています。この比較結果は次のことを示しています。A) 水を添加して未処理の抽出物と事前混合すると、影響を受けやすい多数のターゲットの回収率が向上しました。B) ただし、水を事前混合すると、ジオキサカルブやボスカリドなど、一部の農薬の回収率が低下しました。結果的に、Captiva EMR-GPD クリーンアップでは、10 % の比率で水を事前混合するのが最適であることがわかりました。

メソッド定量性能の評価

メソッド定量性能を、LC/MS/MS でのターゲットの回収率、再現性、マトリックス効果、およびマトリックス適合検量線の直線性と LOQ の点で評価しました。

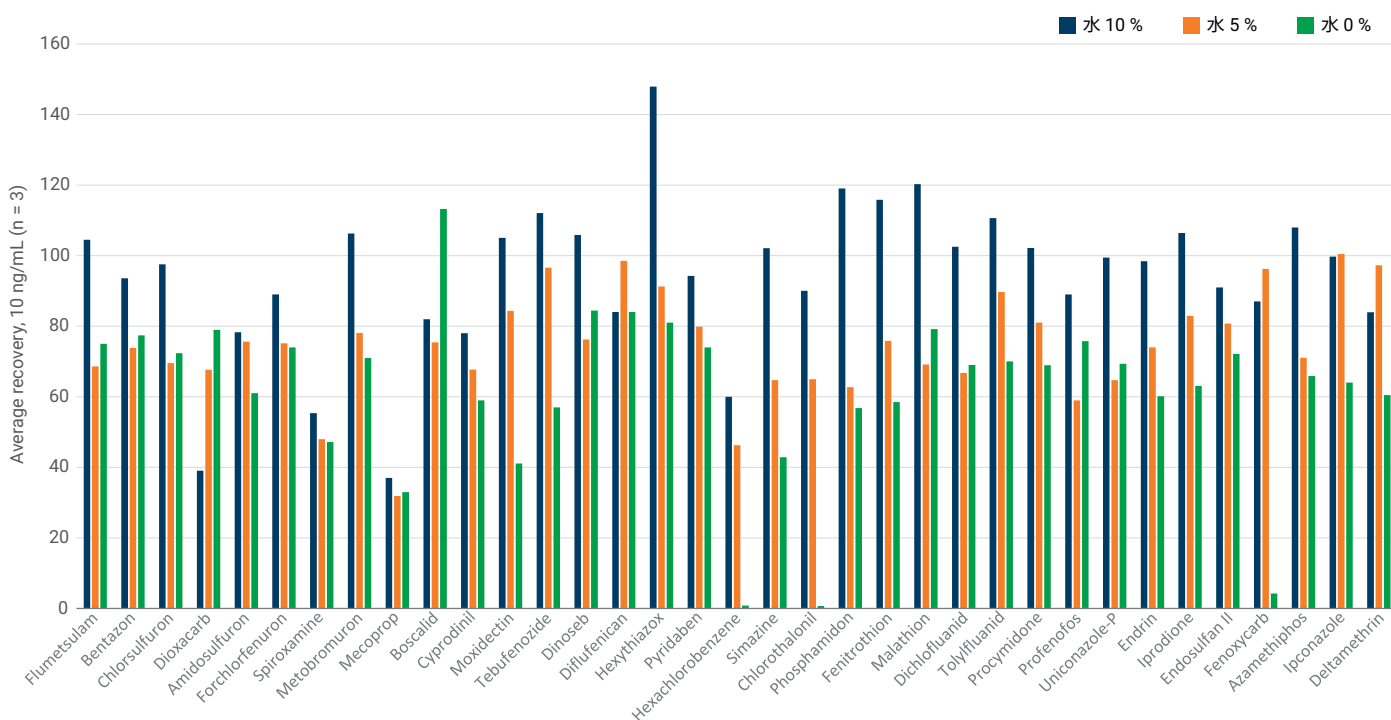


図 4. Agilent Captiva EMR-GPD クリーンアップ前の水の添加の最適化。比較には、濃度 10 ng/mL でスパイクした未処理のシナモン抽出物を使用しました。

ターゲットの回収率、再現性、およびマトリックス効果

これらのパラメータは、メソッド定量精度およびデータ品質に直接関係しています。そのため、これらのパラメータを使用してメソッド定量性能を実証することが非常に重要です。メソッド性能評価では、SANTE/11312/2021ガイドラインを参照しました¹。図5に、LC/MS/MS および GC/MS/MS による検出を使用した、シナモン中の10および100 ng/gにおける農薬の回収率、再現性 (RSD)、マトリックス効果 (LC/TQ のみ) の個別のターゲットの結果を示します。結果は、スパイクレベル10および100 ng/gでのそれぞれ6回の繰り返し分析の平均値から算出しました。統計データ解析により、95%を超えるターゲットの回収率が70~120%であり、98%を超えるターゲットの回収率が40~120%であることがわかっています。再現性については、97%を超えるターゲットのRSDが20%未満でした。LC/MS/MSでのマトリックス効果の点から見る

と、85%を超えるターゲットが60~130%の枠内に収まっています。調査した300種類を超える農薬のうち12種類は、マトリックス干渉またはマトリックス効果のいずれかの原因で、濃度10 ng/gで検出できませんでした。ターゲットの安定性により、濃度10 ng/gにおいて感度が低下している可能性もあります。

マトリックス適合キャリブレーションとLOQ

0.5~500 ng/mLの範囲で標準品を最終サンプル抽出物にポストスパイクすることにより、マトリックス適合検量線を生成しました。サンプル抽出時には10倍の希釈係数が導入されていることを考慮すると、この範囲はシナモンでは5~5,000 ng/gに相当しています。検量線の生成には直線回帰と $1/x^2$ の重み付けを使用しましたが、一部の例外では二次回帰または $1/x$ の重み付けを使用しました。個別のターゲットのキャリブレーションのダイナミックレンジは、低濃度における特定のターゲット

の感度と選択性、および高濃度で検量線と緊密な関係を維持していたかどうかに基づいて測定しました。図6に、シナモン中のターゲット農薬のマトリックス適合検量線の結果の概要を示します。この結果は、調査した300種類を超える農薬における、直線回帰によるキャリブレーションのフルダイナミックレンジ (シナモンでの5~5,000 ng/g)において、88%のターゲットが $R^2 > 0.99$ を達成し、二次回帰によるフルダイナミックレンジにおいては、約5%のターゲットが $R^2 > 0.99$ を達成したことを示しています。約6%のターゲットでは、直線回帰または二次回帰による修正後のダイナミックレンジで、 $R^2 > 0.99$ を達成しました。その理由は、下限で感度または選択性が低下したか、またはマトリックスからの陽性の影響のためです。残りの約1%のターゲットでは、ダイナミックレンジで $R^2 > 0.99$ を達成できませんでした。

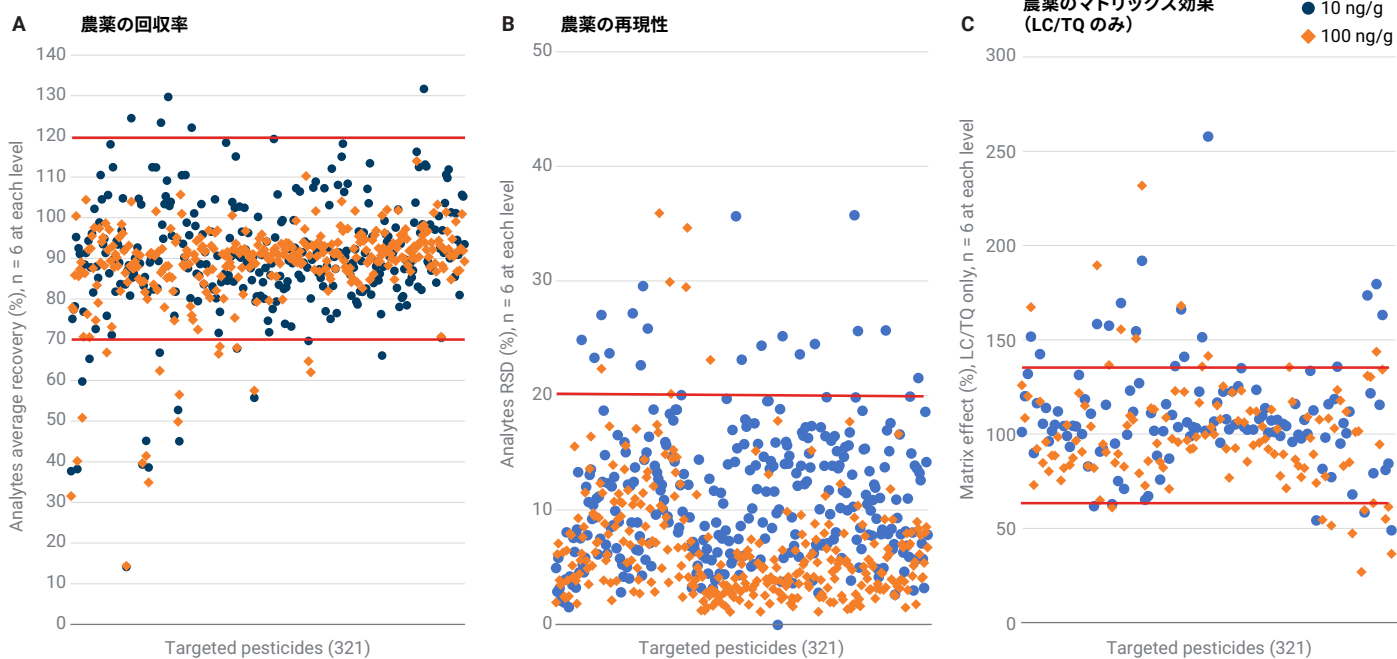


図5. シナモンの10および100 ng/gにおける (A) 農薬の回収率、(B) 農薬の再現性、(C) 農薬のマトリックス効果 (LC/TQのみ) の個別のターゲットの結果を使用したメソッド定量。

Captiva EMR-GPD と従来の dSPE クリーンアップの比較

Captiva EMR-GPD パススルークリーンアップは、QuEChERS 抽出後の従来の dSPE クリーンアップと比較して、マトリックスクリーンアップ効率と影響を受けやすい農薬の回収率が向上しています。図 7 に、Captiva EMR-GPD クリーンアップといずれかの dSPE クリーンアップ手法の間の回収率の差が 30 % 超を示した影響を受けやすい農薬を示します。影響を受けやすい農薬の回収率が向上した理由は、次のとおりです。1) 従来の dSPE キットで従来の GCB 充填剤を使用する代わりに、EMR-GPD 混合充填剤で Carbon S 充填剤を使用したため、2) サンプル混合物中の水の割合を低くして、パススルークリーンアップ時のバッファの効果をより適切にしたため。

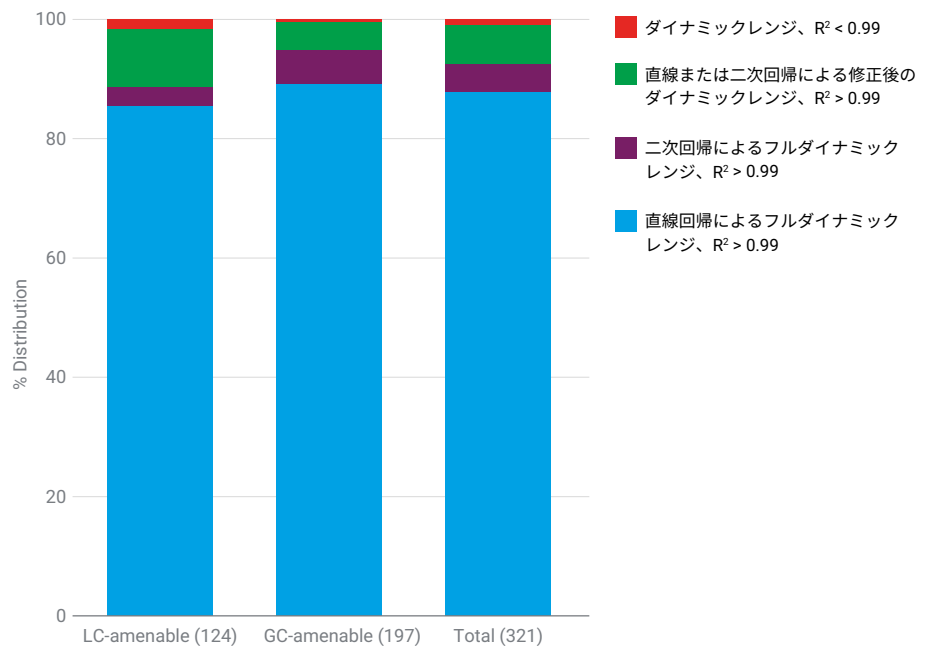


図 6. LC/MS/MS および GC/MS/MS 検出による、シナモン中のターゲット農薬のマトリックス適合検量線の結果。桂皮粉末のフルダイナミックレンジは 5 ~ 5,000 ng/g でした。

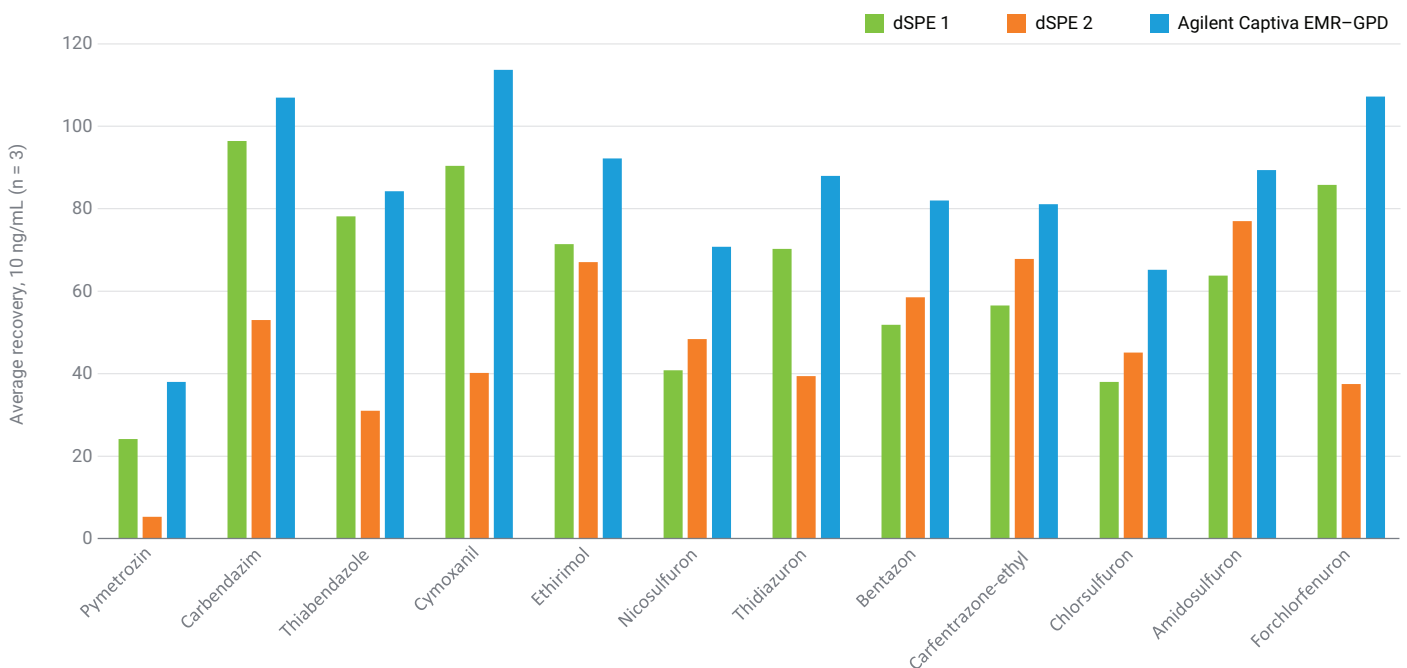


図 7. 桂皮マトリックスクリーンアップ時の影響を受けやすい農薬の回収率：Agilent Captiva EMR-GPD パススルークリーンアップと 2 つの一般的な dSPE クリーンアップメソッドの比較

結論

桂皮粉末中の 300 種類を超える農薬について、Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 抽出とその後の Agilent Captiva EMR-GPD カートリッジによるパススルークリーンアップ、および LC/MS/MS と GC/MS/MS による、シンプルで高速かつ信頼性の高いメソッドを開発して検証しました。新しい Captiva EMR-GPD クリーンアップメソッドは、便利でシンプルなサンプルのパススルークリーンアップ、シナモン粉末の選択的で効率的なマトリックス除去、許容できる農薬の回収率、再現性、およびマトリックス効果を達成しています。

参考文献

1. <http://ec.europa.eu/food/plant/pesticides/eu-pesticides-database/public>
2. SANTE/11312/2021: Analytical quality control and method validation procedures for pesticide residues analysis in food and feed.
3. Lacina, O. et al. Critical Assessment of Extraction Methods for the Simultaneous Determination of Pesticides Residues and Mycotoxins in Fruits, Cereals, Spices and Oil Seeds Employing Ultra-High Performance Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry. *J. Chromatogr. A* **2021**, 1262(4), 8–18.
4. Zhang, Z. et al. Evaluation of Cleanup Procedures in Pesticides Multi-Residue Analysis with QuEChERS in Cinnamon Bark. *Food Chem.* **2019**, 276, 140–146.
5. Andrianova, A. A.; Zhao, L. Five Keys of Unlock Maximum Performance in the Analysis of Over 200 Pesticides in Challenging Food Matrices by GC/MS/MS. Agilent Technologies application note, 5994-4965EN, **2022**.
6. Zhao, L.; Wei, T. Determination of Multiclass, Multiresidue Pesticides in Spring Leaf Mix Using Captiva EMR-HCF Passthrough Cleanup and LC/MS/MS. Agilent Technologies application note, 5994-4765EN, **2022**.
7. Zhao, L.; Andrianova, A. A. Determination of Over 300 Pesticides in Cayenne Pepper Using Captiva EMR-GPD Passthrough Cleanup and LC/MS/MS and GC/MS/MS. Agilent Technologies application note, 5994-5630EN, **2023**.

付録

LCで検出可能なターゲット

- ピメトロジン	- フルメツラム	- ピラカルボリド	- ハロフェノジド	- テブフェノジド
- メタミドホス	- テブチウロン	- フルオメツロン	- ピリデート	- フルベンジアミド
- アセフェート	- 4-ニトロフェノール	- ホルクロールフェヌロン	- フェナミホス	- ベフルブタミド
- オメトエート	- チアクロプリド	- カルバリル	- プロメカルブ	- ジノセブ
- アミノカルブ	- ニコスルフロソ	- ホスチアゼート	- ミクロブタニル	- クレソキシムメチル
- プロパモカルブ	- チジアズロン	- アザコナゾール	- アゾキシストロピン	- ピコキシストロピン
- ジノテフラン	- セクブメソ	- メトプロトリソ	- マンジプロバミド	- ピラクロストロピン
- カルベンダジム	- オキサスルフロソ	- DEET	- フェンアミドソ	- イソフェソホス-メチル
- モノクロトホス	- ベソタゾソ	- フェソプロピジソ	- ボスカリド	- ジフルフェニカソ
- ニテソピラム	- カルフェソトラゾソ-エチル	- カルボキシソ	- スピソサド D	- トリフロキシストロピン
- チアベンダゾール	- イマザリル	- ジウロン	- フルオピコリド	- メトラフェソ
- フベリダゾール	- レナシル	- スピロキサミン	- イソキサベン	- シクロエート
- チアメトキサム	- メトリブジソ	- メトプロムロン	- ビフェソナゼート	- メタフルミソソ
- シモキサニル	- シアゾファミド	- メコプロップ	- デスメディファム	- フルアジナム
- メキサカルベート	- フェソメディファム	- ジメソモルフ I	- ジフロベンズロン	- テメホス
- エチリモール	- プロボスキル	- ジメタクロール	- ペソコナゾール	- ピリプロキシフェソ
- メタミトロン	- クロルスルフロソ	- クロラソトラニリプロール	- プロクローラズ	- ヘキシチアゾックス
- フェヌロン	- ジオキサカルブ	- クロマゾソ	- フルオキサストロピン	- トラルコキシジム
- クロリダゾソ	- カルボフラン	- ジメソモルフ II	- イソプロチオラン	- ブプロフェジソ
- イミダクロプリド	- メタベンズチアズロン	- シプロコナゾール	- ロテソ	- フェソピロキシメート
- シミアゾール	- MCPA	- フララキシル	- フルフェソナセソ	- フェソザキソ
- ジメソエート	- アミドスルフロソ	- クロロクスロン	- ジモキシストロピン	- プロキソナジド
- フェソブカルブ	- シクルロン	- スピソサド A	- シプロジニル	- ピリダベン
- アセタミプリド	- クロロトルロン	- リニウロン	- モキシデクチソ	- スピロジクロフェソ
- メソスルフロソ	- フルソリアホル	- イプロバリカルブ	- アジソホスエチル	

GCで検出可能なターゲット

- アリドクロル	- メタクリホス	- 2,3,5,6- テトラクロロアニソ	- ヘキサクロロベンゼソ	- プロピザミド
- ジクロロベンゾニトリル、 2,6-	- クロロネブ	- クロルプロファム	- ジクロラン	- ベソタクロロ ニトロベンゼソ
- ビフェニル	- 2-フェニルフェノール	- エタルフルラソ	- ペソタクロロアニソール	- ホソホス
- メソソホス、E-	- ベソゼソ	- トリフルラソ	- アトラジソ	- ベソタクロロベンゾ ニトリル
- ペブレート	- プロパクロール	- ベソフルラソ	- クロマゾソ	- ダイアジソ
- エソソリアゾール	- テクソゼソ	- スルホテップ	- β-BHC	- ビリメタニル
- N-(2,4-ジメチルフェニル) ホルムアミド	- ジフェニルアミソ	- ジアレート I	- プロフルラソ	- フルクロラソ
- cis-1,2,3,6-テソラヒドロ フタルイミド	- シクロエート	- ホレート	- γ-BHC	- テフルソ
		- α-BHC	- テルブチラジソ	
			- テルブホス	

- ジスルホン
- ターバシル
- δ-BHC
- イサゾホス
- トリアラーと
- クロロタロニル
- エンドスルファンエーテル
- ペンタクロロアニリン
- プロパニル
- ジメタクロール
- アセトクロール
- ピンクロゾリン
- トランスフルトリン
- パラチオンメチル
- クロルピリホスメチル
- トルクロホスメチル
- アラクロール
- プロピソクロール
- ヘプタクロル
- メタラキシル
- ロンネル
- プロジアミン
- フェニトロチオン
- ピリミホスメチル
- リニューロン
- マラチオン
- ペンタクロロチオ
アニソール
- ジクロルフルアニド
- メトラクロール
- アントラキノン
- フェンチオン
- アルドリン
- クロルピリホス
- パラチオン
- トリアジメホン
- ジクロロベンゾフェノン、
4,4'-
- DCPA
- フェンソン
- プロモホス
- ジフェナミド
- ピリミホスエチル
- イソプロパリン
- シプロジニル
- イソドリン
- MGK-264
- ベンジメタリン
- メタザクロル
- ベンコナゾール
- クロゾリナート
- アレトリン
- ヘプタクロルエキソ
エポキシド
- トリルフルアニド
- フィプロニル
- クロルフェンビンホス
- ブロムフェンビンホスメチル
- トリフルミゾール
- キナルホス
- トリアジメノール
- フォルベット
- プロシミドン
- クロルベンシド
- プロモホスエチル
- クロルデン-trans
- DDE-*o,p'*
- パクロブトラゾール
- テトラクロルビンホス
- エンドスルファンI
- クロルデン-cis
- フルトラアホル
- ノナクロル、*trans*-
- クロルフェンソン
- フルトラニル
- ブロムフェンビンホス
- ヨードフェンホス
- フェナミホス
- プロチオホス
- フルジオキソニル
- プロフェノホス
- プレチラクロール
- DDE-*p,p'*
- オキサジアゾン
- デイルドリン
- オキシフルオルフェン
- トリシクラゾール
- DDD-*o,p'*
- ミクログタニル
- フルシラゾール
- ブピリメート
- ニトロフェン
- フルアジホップ-*p*-ブチル
- エチラン
- クロルフェナピル
- エンドリン
- クロロベンジレート
- エンドスルファンII
(β異性体)
- DDD-*p,p'*
- DDT-*o,p'*
- エチオン
- ノナクロル、*cis*-
- クロルチオホス
- エンドリンアルデヒド
- スルプロホス
- トリアゾホス
- カルボフェノチオン
- メトキシクロルオレフィン
- カルフェントラゾン-エチル
- エジフェンホス
- ノルフルラゾン
- 硫酸エンドスルファン
- DDT-*p,p'*
- レナシル
- メトキシクロル、*o,p'*
- ヘキサジノン
- テブコナゾール
- ピペロニルプトキシド
- レスメトリン
- イプロジオン
- テトラメトリンI
- ピリダフェンチオン
- エンドリンケトン
- ビフェントリン
- ホスメット
- プロモプロピレート
- EPN
- メトキシクロル、*p,p'*
- フェンプロバスリン
- テブフェンピラド
- フェノトリンI
- テトラジホン
- ホサロン
- アジンホスメチル
- ピリプロキシフェン
- レプトホス
- シハロトリン
- マイレックス
- アクリナトリン
- フェナリモル
- ピラゾホス
- アジンホスエチル
- ピラクロホス
- ベルメトリン、(1R)-*cis*-
- ベルメトリン、(1R)-*trans*-
- ピリダベン
- フルキンコナゾール
- クマホス
- ブロクロラズ
- シフルトリンI
- シペルメトリンI
- フルシトリネートI
- エトフェンブロックス
- フルリドン
- フェンバレレートI
- フルバリネート-タウI
- デルタメトリン

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おりません。
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。

DE22774215

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2023

Printed in Japan, January 18, 2023

DE22774215JAJP