

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

著者

Limian Zhao
Agilent Technologies, Inc.

概要

このアプリケーションノートでは、タバコに含まれる残留農薬の多成分残留分析メソッドの開発と最適化について説明します。このメソッドでは、Agilent Bond Elut QuEChERS EN 抽出キットを使用したサンプル抽出、続いて Agilent Captiva Enhanced Matrix Removal-Low Pigment Dry (EMR-LPD) を使用したパススルークリーンアップを行い、その後 LC/MS/MS および GC/MS/MS による分析を実施します。新たに開発したこのメソッドは、効率的なマトリックス除去と許容可能なターゲット定量結果の取得が可能で、タバコ中の幅広い農薬の分析における失敗率も低いことが実証されました。LC と GC で検査できる 300 種類余りの農薬に対して優れたメソッド定量結果を達成し、タバコ中の対象成分の 95% 以上で平均回収率 70 ~ 120%、98% 以上で平均 RSD が 20% 未満でした。乾燥残渣重量によるマトリックス除去評価では、タバコ共溶出物の約 60% が除去されたことが示されました。パススルークリーンアップでは、時間と労力を節約できる簡単なメソッドとしての性能が実証されました。

はじめに

タバコは、世界中で消費される重要な商品作物です。生産者が作物の品質と収穫量を維持できるように、害虫や病気の制御を目的として、栽培・保管・輸送中に農薬が使用されています。そのため、タバコの使用による農薬への公衆の曝露が、世界的に大きな注目を集めています。そのような中で、タバコに含まれる残留農薬の監視には、CORESTA によって規制されている指導残留レベル (GRL) ¹ に準拠した安全性評価が実施可能な信頼できる分析メソッドが必要です。

タバコは、炭水化物、タンパク質、脂肪酸、ワックス、色素、アルカロイド、ニコチンなど、多種多様な成分を含む複雑な乾燥マトリックスです。^{2,3} その複雑なマトリックスのため、複数残留農薬の同時抽出とマトリックス除去のサンプル前処理が難しくなります。一般的に使用されるサンプル前処理法では、QuEChERS または改良 QuEChERS 抽出を使用し、それに続いて分散 SPE クリーンアップを行います。^{4,6}

Carbon S カートリッジを搭載した Captiva EMR は、パススルークリーンアップ手法を適用して、サンプルマトリックスを迅速かつ効率的に除去します。Captiva EMR 汎用色素ドライ (EMR-GPD) および EMR 低色素ドライ (EMR-LPD) カートリッジは、複雑な植物乾燥マトリックスを特に対象としています。いずれのカートリッジにも、アジレント独自の充填剤である Carbon S と Captiva EMR-Lipid が用いられており、最適化された配合で 1 級 -2 級アミン (PSA) と C18 がブレンドされています。Captiva EMR-Lipid 充填剤は、選択性が高く効率的な脂質除去を実現します。一方で PSA 充填剤は脂肪酸やその他の酸を効率的に除去します。Carbon S 充填剤は色素を効果的に除去し、EC-C18 は疎水性マトリックスをさらにクリーンアップします。これらの配合は慎重に開発・最適化されたもので、異なるレベルの色素成分を含む複雑な乾燥マトリックスに対して、マトリックス除去とターゲット回収の最良のバランスを実現します。一般的な色素乾燥マトリックスには通常、Captiva EMR-GPD が推奨され、低色素乾燥マトリックスには Captiva EMR-LPD が推奨されます。

本検討では、タバコに含まれる 300 種類を超える一般的な農薬の LC/MS/MS および GC/MS/MS 分析のために、QuEChERS 抽出とそれに続いて Captiva EMR-LPD パススルークリーンアップを実施するサンプル前処理メソッドを開発しました。新しいクリーンアップメソッドと従来の分散 SPE (dSPE) クリーンアップの徹底的な比較も行いました。

実験方法

材料および試薬

農薬標準と内部標準 (IS) は、標準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 (米国、ペンシルベニア州、ベルフォント) から入手するか、Sigma-Aldrich (米国、ミズーリ州、セントルイス) から個別の標準原液または粉末として入手しました。HPLC グレードのアセトニトリル (ACN) は Honeywell (米国、ミシガン州、マスキーゴン) から購入しました。試薬グレードの酢酸アンモニウムおよびフッ化物アンモニウムも Sigma-Aldrich から入手しました。

溶液および標準試料

LC および GC 標準スパイク溶液をはじめとする標準スパイク溶液と、IS スパイク溶液は、1 : 1 ACN/水または ACN で 10 µg/mL に調製し、冷凍庫で -20 °C で保存しました。標準スパイク溶液と IS スパイク溶液は、十分に室温に戻し、使用前に超音波処理し、使用後は保存しました。

1 % 酢酸抽出溶媒を含む ACN は、10 mL の氷酢酸を 990 mL の ACN に加えて調製し、室温で保存しました。

実験器具と材料

LC/MS/MS 検討は、Agilent 6490 トリプル四重極 LC/MS に接続された Agilent 1290 Infinity LC システムを使用して実施しました。1290 Infinity LC システムの構成は、Agilent 1290 Infinity バイナリポンプ (G4220A)、Agilent 1290 Infinity オートサンブラ (G4226A)、Agilent 1290 Infinity サーモスタットカラムコンパートメント (G1316C) としました。接続された 6490 トリプル四重極 LC/MS には、Agilent Jet Stream エレクトロスプレーイオン源を装備しました。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 検討は、Agilent 8890 GC および Agilent 7000E トリプル四重極 GC/MS システム (GC/TQ) を使用して実施しました。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。このシステムでは、マルチモード注入口 (MMI) を使用しました。ミッドカラムバックフラッシュ構成は、2 つの同一の 15 m カラムを Agilent パージ付き Ultimate ユニオン (PUU) で接続することによりセットアップし、Agilent 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。GC/TQ 構成については、Andrianova による Agilent アプリケーションノート⁷ を参照してください。

データはダイナミック MRM (dMRM) モードで取り込みました。この取り込みメソッドでは、Agilent MassHunter 農業および環境汚染 MRM データベース (P & EP 4) のリテンションタイムと一致するようにリテンションタイムロックを適用し、MS メソッドをシームレスに作成するために使用しました。データ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用いました。

他にサンプル前処理には次の装置を使用しました。Centra CL3R 遠心分離機 (Thermo IEC、米国、マサチューセッツ州)、Geno/Grinder (SPEX、米国、ニュージャージー州)、Multi Reax テストチューブシェーカー (Heidolph、ドイツ、シュワバハ)、ピペットとリピーター (Eppendorf、米国、ニューヨーク州)、Agilent 加圧式マニホールド 48 プロセッサ (PPM-48) (部品番号 5191-4101)、Agilent Bond Elut QuEChERS EN 抽出キット (部品番号 5982-5650)、Agilent Captiva EMR-LPD カートリッジ、6 mL (部品番号 5610-2092)、Agilent Bond Elut QuEChERS EMR-Lipid MgSO₄ 脱水キット (部品番号 5982-0102)、セラミックホモジナイザ、50 mL チューブ用 100 個パック (部品番号 5982-9313) です。

分析条件

表 1 に、LC/MS/MS 条件を示します。ターゲットの動的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⁸ を参照してください。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 農業および環境汚染 MRM Database (P & EP 4) (部品番号 G9250AA) を参照してください。

図 1 は、QuEChERS EN 抽出と、それに続く Captiva EMR-LPD クリーンアップによって前処理された 100 ng/g レベルの添加タバコサンプル中の、ターゲット農薬の代表的な MRM クロマトグラムです。

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

パラメータ	設定値		
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 821725-9011)		
流量	0.3 mL/min		
カラム温度	40 °C		
注入量	2 μL		
移動相	A : 中 10 mM 硝酸アンモニウム、0.5 mM フッ化アンモニウム含有 0.125 % FA 水溶液 B : 10 mM 硝酸アンモニウム、0.5 mM フッ化アンモニウム 0.125 % FA 含有 ACN : 水(95 : 5)溶液		
ニードル洗浄	1 : 1 : 1 ACN : MeOH : IPA : 0.2 % 硝酸水溶液		
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の両方)		
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 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

パラメータ	設定値
カラム	Agilent HP-5ms UI, 15 m × 0.25 mm、膜厚 0.25 μm (2) (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
注入ロライナ	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)
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、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、 その後 10 °C /min で 310 °C まで昇温し、2.25 分間保持

パラメータ	設定値
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 ポストラン総流量 25 mL/min
トランスファライン温度	280 °C
イオン源	3 mm レンズ付き不活性エクストラクタイオン源、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

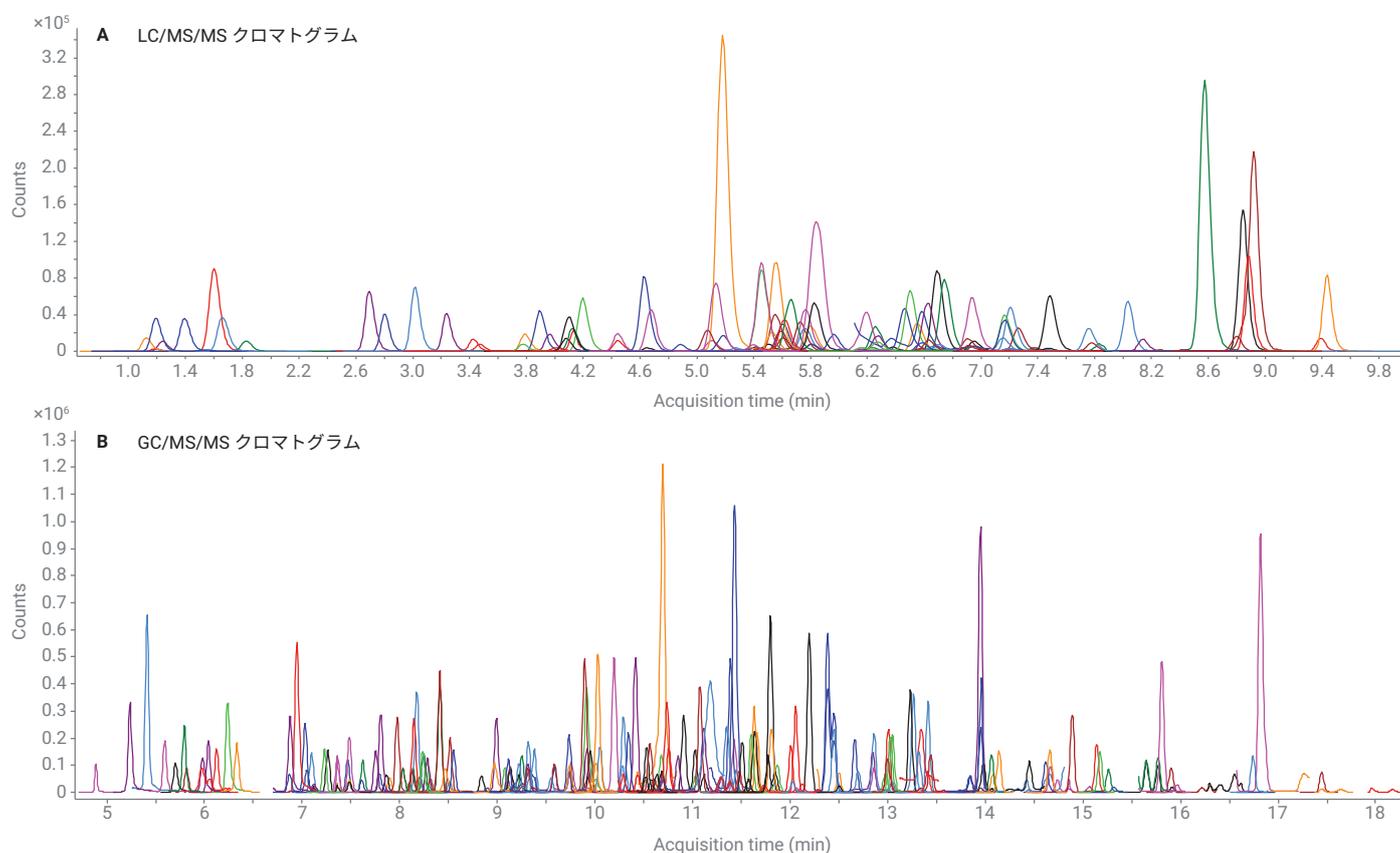


図 1. 対象農薬 100 ng/g を添加したタバコ抽出サンプルの LC/MS/MS MRM クロマトグラム (A) および GC/MS/MS MRM クロマトグラム (B)。サンプルは、Agilent Bond Elut QuEChERS EN 抽出キットを使用して前処理した後、Agilent Captiva EMR-LPD によるクリーンアップを行いました。

サンプル前処理

タバコは地元の食料品店から購入し、タバコの葉を取り出してすりつぶして粉末にしました。タバコ粉末 1 グラムを 50 mL の遠心管に量り入れました。水 5 mL を添加しました。次に、サンプルを 20 分間、ボルテックスして、乾燥マトリックスを完全に水和および平衡化しました。サンプル混合物を、QuEChERS EN メソッドに従って抽出しました。次に、Captiva EMR-LPD 6 mL カートリッジを使用して粗抽出物をクリーンアップし、無水 $MgSO_4$ で脱水しました。脱水ステップは、GC タイプの検出を使用する場合および LC と GC タイプの検出を組み合わせる場合のみ必要となります。LC タイプの検出のみを使用する場合、乾燥ステップは省略できます。最終的なサンプル溶出液を注入するか、さらに水または緩衝液で希釈することができます。これでサンプルを GC/MS/MS に直接注入することも、LC/MS/MS 検出前にさらに希釈することもできるようになります。図 2 にサンプル前処理の詳細な手順を示します。このサンプル前処理手順全体で、タバコ中の対象成分の濃度から、サンプル抽出とマトリックスクリーンアップ後の最終的なタバコ抽出物まで、10 倍になります。

メソッドの性能評価

開発したサンプル前処理法を、マトリックス除去、ターゲットの回収率・再現性・マトリックス効果、マトリックス適合検量線の直線性とタバコの定量下限 (LOQ) といった観点から評価しました。回収率・再現性・マトリックス効果を評価するために、プレススパイク品質管理 (PR-QC) サンプルをタバコの 20 ng/g および 100 ng/g で $n=6$ で調製しました。これらは、抽出後の粗サンプル抽出物では 2 ng/mL および 10 ng/mL 濃度に相当します。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調製しました。ポストスパイク QC (PO-QC) は、水で希釈する前にマトリックスブランク抽出物で調製しました。これらは、2 ng/mL および 10 ng/mL 濃度に相当します。次に QC は、LC 標準スパイク溶液のみを使用して、試薬ブランク (1 % 酢酸を含む ACN) に 2 ng/mL および 10 ng/mL で直接スパイクし、水で適切に希釈しました。各タイプの QC を $n=6$ で調製しました。

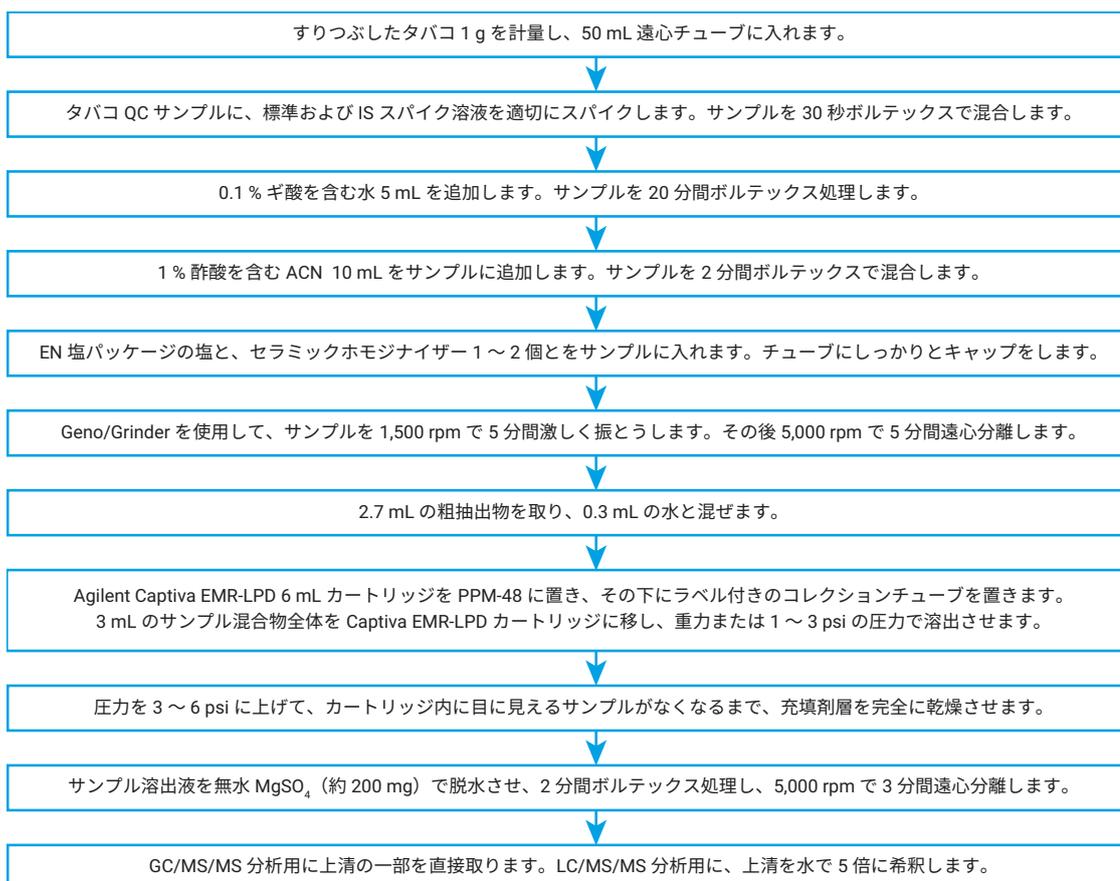


図 2. Agilent Bond Elut QuEChERS EN 抽出とその後の Agilent Captiva EMR-LPD パススルークリーンアップによるタバコサンプルのサンプル前処理手順

ターゲットの回収率は、PR-QC と PO-QC の対応するターゲットのピーク面積比を使用して計算しました。PR-QC のピーク面積を使用して、RSD 計算によりサンプル前処理法の再現性を評価しました。PO-QC とブランク QC の対応するターゲットのピーク面積比を、ターゲットマトリックス効果の計算に使用しました。マトリックス適合検量線の直線性と LOQ は、タバコマトリックスブランク抽出液中の 1、2、5、10、50、100、250、400、500 ng/g のレベル（タバコ中の10 ~ 5,000 ng/g に相当）でポストスパイクすることによって評価しました。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。

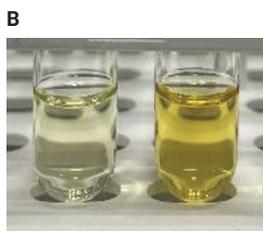
結果と考察

メソッドの開発と最適化

タバコの葉の粉末は黄色から薄茶色です。QuEChERS 抽出後の粗抽出物は淡黄色であるため、Captiva EMR-LPD の選択は適切です。挽いたタバコ粉末は非常に乾燥していたため、乾燥粉末 1 g あたり 5 mL の水溶性緩衝液を添加して、超音波処理で長時間（20 ~ 30 分）混合する必要がありました。これにより、完全に水和したホモジネートが生成されました。



A タバコ



B Agilent Captiva EMR-LPD クリーンアップを使用したタバコ抽出物（左）とクリーンアップなし（右）



C Captiva EMR-LPD クリーンアップを使用したタバコ抽出物乾燥残渣（左）とクリーンアップなし（右）

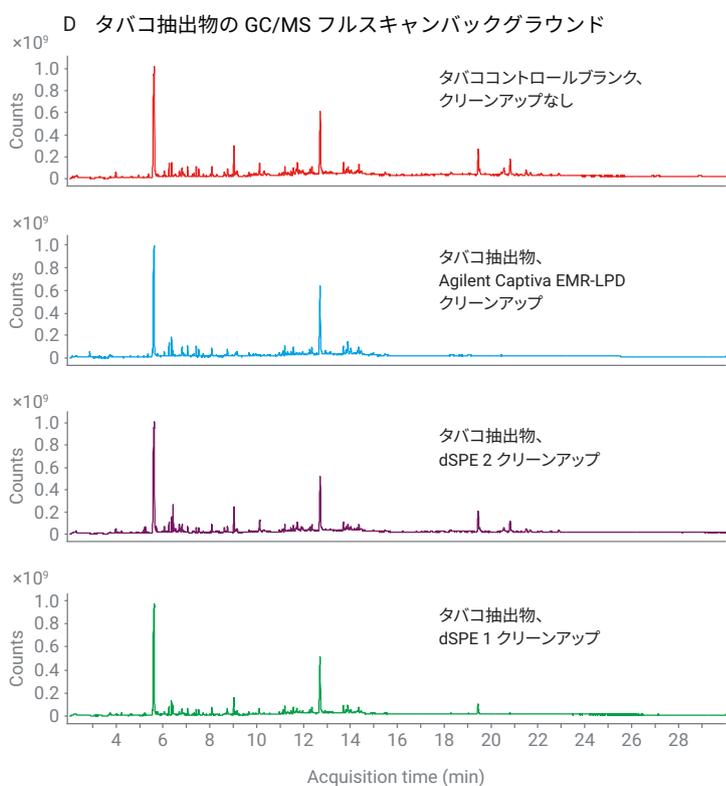


図 3. タバコマトリックスに関する予備検討。(A) 典型的なタバコ乾燥葉、(B) Captiva EMR-LPD クリーンアップあり/なしの QuEChERS 抽出後のタバコ抽出物、(C) Captiva EMR-LPD クリーンアップあり/なしのタバコ抽出物乾燥残渣、(D) タバコ抽出物 GC/MS フルスキャンクロマトグラフのバックグラウンド

10 倍に希釈した 1 g のタバコを使用して、マトリックスの複雑性の予備検討とマトリックス除去効率について、サンプルマトリックスのスクリーニングを行いました。図 3A は、その色を示した典型的なタバコの写真です。3B は、Captiva EMR-LPD クリーンアップを行った場合と行わない場合のタバコ抽出物を示しており、クリーンアップによる色素の除去効果を示しています。3C は、EMR-LPD クリーンアップを行った場合と行っていない場合のタバコ抽出物乾燥残渣を示しています。図 3D は、タバコ抽出物 GC/MS フルスキャンクロマトグラムのバックグラウンドを示したものです。一番上のパネルはクリーンアップなしの粗抽出物、2 番目のパネルは Captiva EMR-LPD クリーンアップによる抽出物、下の 2 つは従来の dSPE クリーンアップによる抽出物です。従来の dSPE クリーンアップと比較して、Captiva EMR-LPD は dSPE 1 クリーンアップと同等のクリーンアップ効率を実現しましたが、dSPE 2 クリーンアップよりも優れたクリーンアップ効率を提供しました。

サンプルサイズは、1 g と 2 g のタバコサンプルの抽出を比較することによって検討しました。タバコの葉の粉末は非常に乾燥していたため、水和にはより多くの水溶性緩衝液が必要でした。1 g のサンプルには 5 mL の水溶性緩衝液を加え、2 g のサンプルには 10 mL の水溶性緩衝液を加えました。次に、同じ抽出およびクリーンアップ手順を使用して、サンプルピューレを抽出し、クリーンアップしました。評価は、マトリックス除去と定量結果を考慮して行いました。抽出に 2 g のタバコを使用すると、1 g のタバコの抽出と比較してマトリックス共溶出残留物がほぼ 2 倍になり、クロマトグラムのバックグラウンドがより複雑になるため、抽出後のサンプルクリーンアップがより困難になりました。Captiva EMR-LPD クリーンアップは、依然として許容できるマトリックス除去効率を実現できますが、10 ~ 15 % 低下します。1 g のサンプル抽出では、クリーンアップにより共溶出残留物の 70 % が除去されました。2 g のサンプルでは、クリーンアップにより共溶出残留物の 56 % が除去されました。ターゲット定量結果の比較を図 4 に示します。

定量結果は、回収率 (REC) に関しては 70 ~ 120 %、RSD では 20 % 未満、マトリックス効果 (ME) では 60 ~ 130 % という許容基準の統計的目標合格率として示されています。全体として、1 g のサンプルサイズは 2 g のサンプルサイズよりもわずかに良い結果を示しました。ターゲット回収率の合格率は 5 ~ 6 % 高く、ターゲット ME の合格率は 6 ~ 10 % 高くなりました。許容可能なメソッド感度と機器にとってよりクリーンなサンプルマトリックスの利点を考慮して、本検討では 1 g のサンプルサイズを使用しました。ただしメソッドの感度が検出限界を満たせない場合は、2 g のサンプルサイズを直接使用できることとしました。

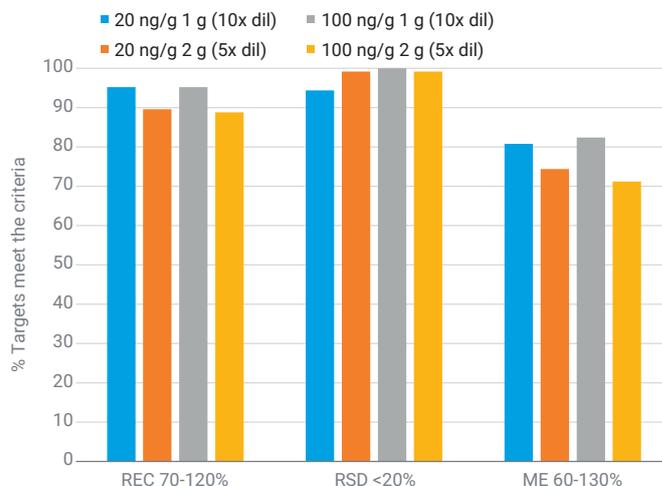


図 4. 許容可能な定量結果を伴うターゲット合格率：サンプルサイズの比較 (1 g 対 2 g)。回収率、再現性 (RSD)、およびマトリックス効果 (LC/TQ のみ) に関する性能評価のために、タバコサンプルを 20 ng/g および 100 ng/g でスパイクしました。

メソッド定量性能評価

メソッド定量性能は、ターゲットの回収率、再現性、LC/MS/MS に対するマトリックスの影響、およびマトリックス適合キャリブレーションの直線性と定量下限 (LOQ) によって評価しました。

A) ターゲットの回収率、再現性、マトリックス効果

これらのパラメータは、メソッドの定量精度とデータ品質に直接関係します。したがって、これらのパラメータを使用して定量メソッドの性能を実証することが特に重要です。図 5 は、メソッド性能の統計結果を示したものです。結果は、20 ng/g および 100 ng/g のスパイクレベル (各レベルに 6 つの複製) の平均に基づいて計算しました。ターゲットの 97 % 余りで 70 ~ 120 % の回収率が達成されたことを示しています。再現性については、ターゲットの 98 % 余りで RSD が 20 % 未満でした。LC/MS/MS に対するマトリックス効果については、ターゲットの 80 % 余りが 60 ~ 130 % の範囲内でした。

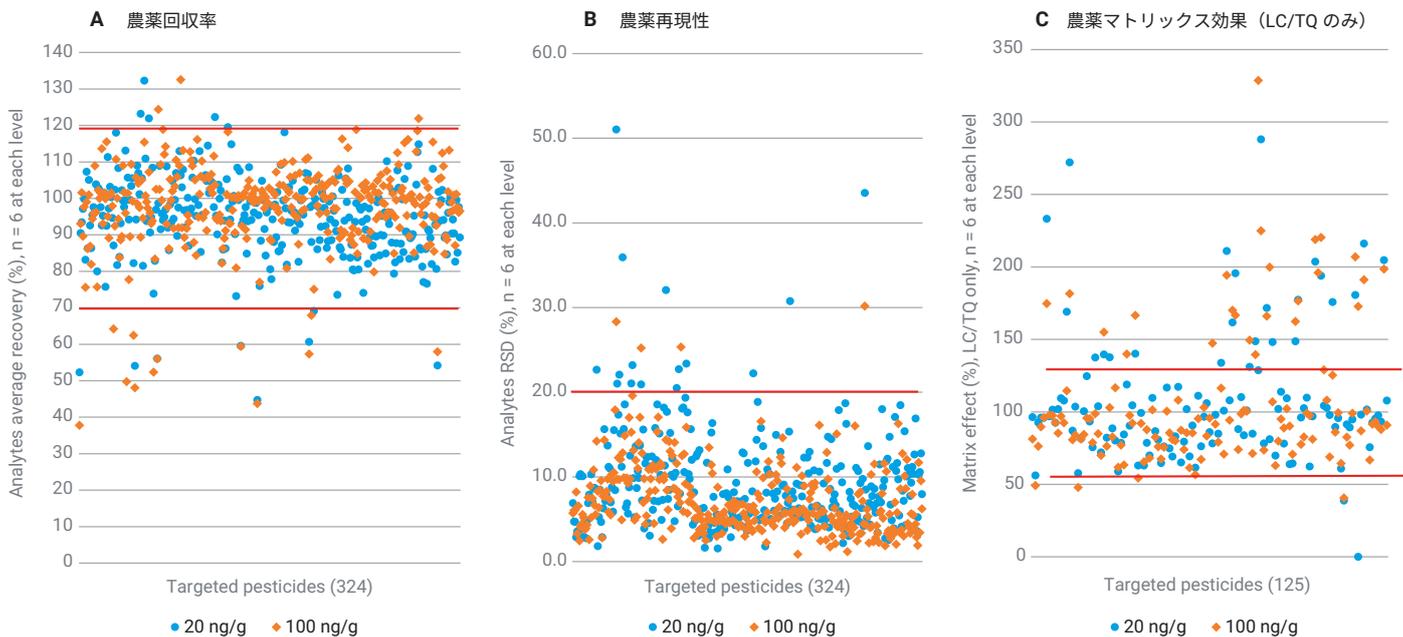


図 5. (A) 農薬回収率、(B) 農薬再現性、および (C) 農薬マトリックス効果 (LC/TQ のみ) に対する、タバコの 20 および 100 ng/g レベルでのメソッド定量の個々のターゲット結果

B) マトリックス適合キャリブレーションと LOQ

1 ~ 500 ng/mL の範囲で標準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作成しました。サンプル抽出中に得た 10 倍の希釈係数を考慮すると、これはタバコでの 10 ~ 5,000 ng/g に相当します。検量線の作成には線形回帰と $1/x^2$ 重みを使用し、一部の例外で二次回帰または $1/x$ 重みを使用しました。キャリブレーションのダイナミックレンジは、LOQ の感度と選択性の要件、および検量線との高濃度レベルのアライメントに基づいて決定しました。図 6 は、タバコにおける対象農薬のマトリックス適合検量線の結果の概要です。合計 300 種類を超える農薬について、線形回帰で $R^2 > 0.99$ を達成する完全なダイナミックキャリブレーション範囲 (タバコで 10 ~ 5,000 ng/g) がターゲットの 84% で達成されたことを示しています。また、二次回帰によるフルダイナミックレンジと $R^2 > 0.99$ がターゲットの約 4% で達成されました。325 個のターゲットのうち 34 個が、線形回帰または二次回帰のいずれかで範囲が変更され、 $R^2 > 0.99$ を示しました。これは、低いキャリブレーションレベルでの感度または選択性の欠如、またはマトリックス陽性の発生により LOQ が上昇したためです。

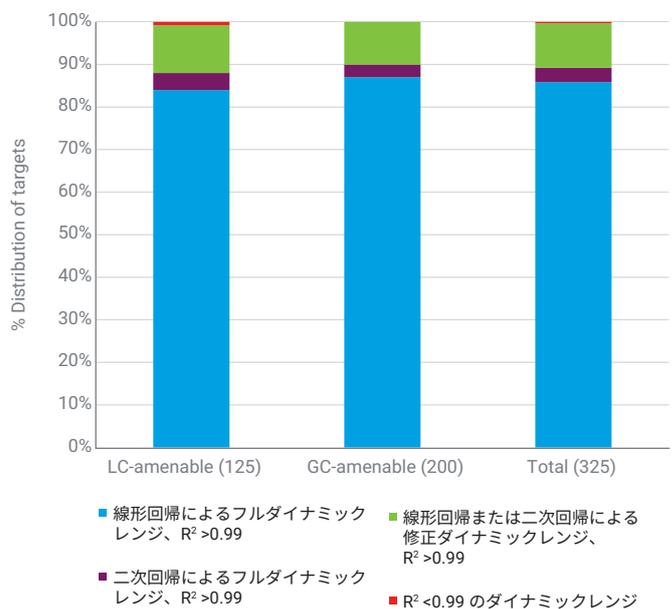


図 6. LC/MS/MS および GC/MS/MS 検出を用いたタバコ中の標的農薬のマトリックス適合検量線の結果。フルダイナミックレンジはタバコ中で 10 ~ 5,000 ng/g

C) Captiva EMR-LPD と従来の dSPE クリーンアップの比較

Captiva EMR-LPD パススルークリーンアップを、ターゲット定量結果における従来の分散 SPE (dSPE) クリーンアップと徹底的に比較しました。クリーンアップメソッドの影響を直接比較するために、未処理のタバコマトリックスブランクを大量に収集し、20 ng/mL レベルで標準をスパイクして、さまざまなクリーンアップメソッドに使用しました。dSPE 1 キットには PSA (50 mg)、GCB (7.5 mg)、C18 (50 mg)、および MgSO₄

(150 mg) が含まれ、dSPE 2 キットには PSA (25 mg)、GCB (2.5 mg)、および MgSO₄ (150 mg) が含まれます。結果は、ターゲットの回収率、RSD、LC/MS/MS に対するマトリックス効果に基づいて比較しました。図 7 は、(A) 回収率、(B) RSD、(C) ME に関して、代表的な高感度農薬を使用した結果の比較を示しています。

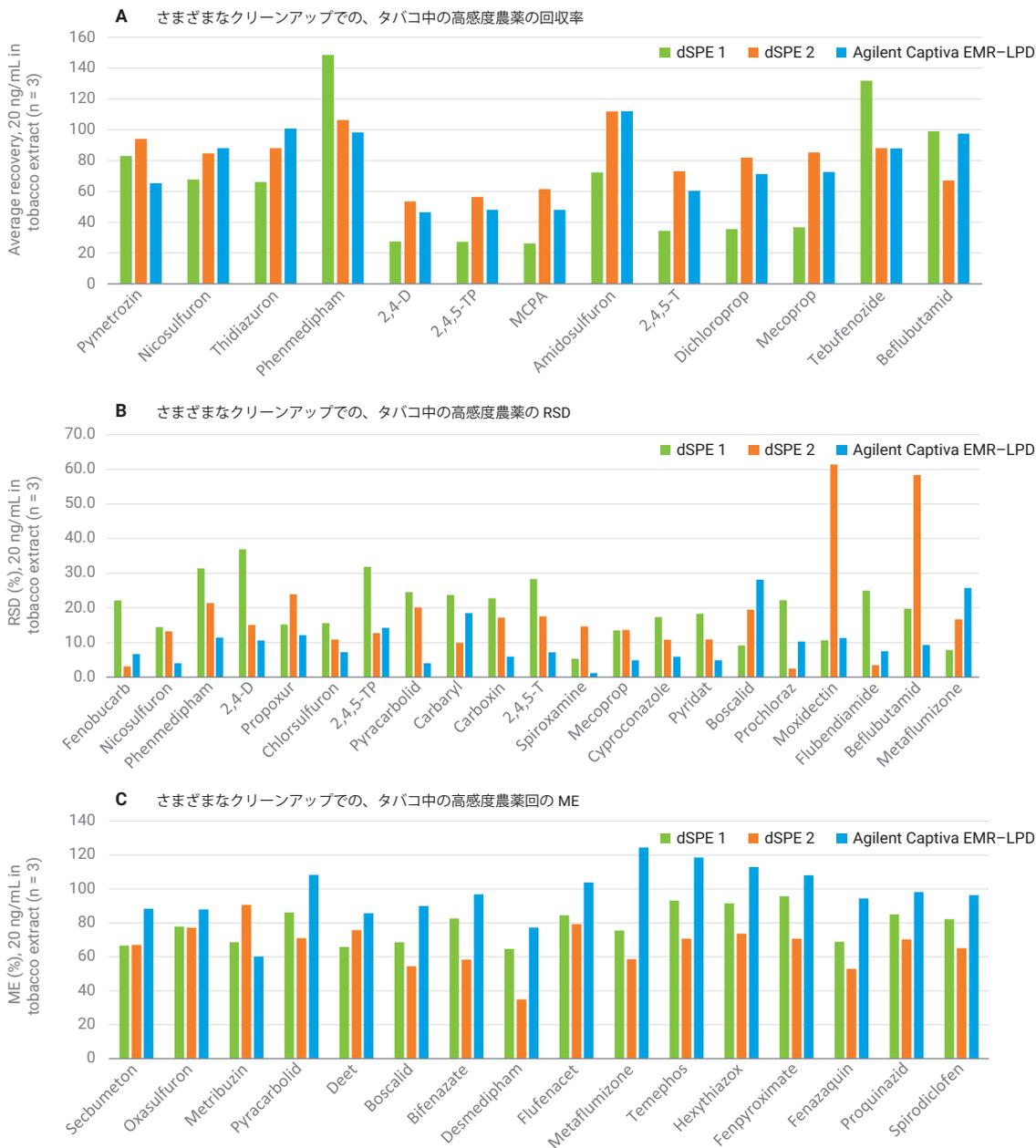


図 7. (A) 回収率、(B) RSD、および (C) マトリックス効果に関して、感度の高い農薬でのタバコマトリックスのクリーンアップを行った場合の Agilent Captiva EMR-LPD パススルークリーンアップと 2 つの一般的な dSPE クリーンアップを比較した結果

dSPE 1 クリーンアップと比較して、Captiva EMR-LPD クリーンアップは、ほぼ同等のマトリックスクリーンアップ効率とマトリックス効果ですが、回収率と再現性の結果は向上しました。dSPE 2 クリーンアップと比較した場合、Captiva EMR-LPD クリーンアップは、ターゲット（特に酸性農薬などの敏感なターゲット）の回収率と再現性を損なうことなく、マトリックスのクリーンアップ効率を向上させ、マトリックス効果を低減しました。クリーンアップ手順を考慮すると、パススルークリーンアップは従来の dSPE クリーンアップに比べてより単純化されたメソッドであり、分析担当者が小さな dSPE チューブを操作する際の作業時間と労力を節約します（例えば、キャップの取り外しと取り付け、遠心分離、サンプルの移動）。カートリッジの溶出は通常重力で行うことができ、3 mL のサンプル溶出には 10 ～ 15 分かかります。

結論

Agilent Bond Elut QuEChERS EN 抽出とそれに続く Agilent Captiva EMR-LPD カートリッジパススルークリーンアップを使用したシンプルで迅速かつ信頼性の高いメソッドを開発し、LC/MS/MS および GC/MS/MS を用いてタバコ中の 300 種類を超える農薬について検証しました。新規の Captiva EMR-LPD クリーンアップメソッドは、便利で簡素化されたサンプルパススルークリーンアップ、タバコの選択的かつ効率的なマトリックス除去、ターゲットの高い合格率を実現しつつ、許容可能な農薬回収率、再現性、マトリックス効果を達成します。

参考文献

1. CORESTA GUIDE No. 1, Agrochemical Guidance Residue Levels, (2019)
2. Leffingwell, J. C. et al. Basic Chemical Constituents of Tobacco Leaf and Differences among Tobacco Types. In Tobacco: Production, Chemistry and Technologies (1st edition); Blackwell Science (Pub), New Jersey, 1999, pp 265–284.
3. Rodgman, A.; Perfetti, T. A. The Chemical Components of Tobacco and Tobacco Smoke (2nd edition). CRC Press (Pub), Boca Raton, 2013.
4. Bernardi, G. et al. An Effective Method for Pesticides Residues Determination in Tobacco by GC-MS/MS and UHPLC-MS/MS Employing Acetonitrile Extraction with Low-temperature Precipitation and d-SPE Clean-up. *Talanta* 2016, 161, 40–47.
5. Li, M. et al. Rapid Determination of Residual Pesticides in Tobacco by the Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, and Safe Sample Pretreatment Method Coupled with LC-MS. *J. Sep. Sci.* 2013, 36, 2500–2529.
6. Lee, J-M. et al. Comparative Study of Pesticide Multi-residue Extraction in Tobacco for Gas Chromatography-Triple Quadrupole Mass Spectrometry. *J. Chrom. A* 2008, 1187, 25–33.
7. Andrianova, A. 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, 5994-4965JAJP, 2022.
8. Zhao, L.; Wei, T. 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, Agilent Technologies application note, 5994-4765JAJP.

付録：ターゲット農薬リスト

1) LC 対応ターゲット

- | | | | | |
|------------|-----------------|----------------|--------------|---------------|
| - ピメトロジン | - テブチウロン | - ピラカルボリド | - イプロバリカルブ | - フルベンジアミド |
| - メタミドホス | - 4-ニトロフェノール | - フルオメツロン | - ハロフェノジド | - ベフルブタミド |
| - アセフェート | - チアクロプリド | - ホルクロールフェヌロン | - ピリデート | - ジノセブ |
| - オメトエート | - ニコスルフロン | - カルバリル | - フェナミホス | - クレソキシムメチル |
| - アミノカルブ | - チジアズロン | - ホスチアゼート | - プロメカルブ | - ピコキシストロピン |
| - プロパモカルブ | - セクブメトン | - アザコナゾール | - ミクロブタニル | - ピラクロストロピン |
| - ジノテフラン | - オキサスルフロン | - メトプロトリン | - アゾキシストロピン | - イソフェンホス-メチル |
| - カルベンダジム | - ベンタゾン | - ディート | - マンジプロパミド | - ジフルフェニカン |
| - モノクロトホス | - カルフェントラゾン-エチル | - フェンプロピジン | - フェンアミドン | - トリフロキシストロピン |
| - ニテンピラム | - イマザリル | - カルボキシシ | - ボスカリド | - メトラフェノン |
| - チアベンダゾール | - レナシル | - ジウロン | - スピノサド D | - メタフルミゾン |
| - フベリダゾール | - メトリブジン | - 2,4,5-T | - フルオピコリド | - フルアジナム |
| - チアメトキサム | - シアゾファミド | - スピロキサミン | - イソキサベン | - テメホス |
| - シモキサニル | - フェンメディファム | - メトプロムロン | - ビフェナゼート | - ピリプロキシフェン |
| - メキサカルベート | - 2,4-D | - メコプロップ | - デスメディファム | - ヘキシチアゾックス |
| - エチリモール | - プロボスキル | - ジメトモルフ I | - ペンコナゾール | - トラルコキシジム |
| - メタミトロン | - クロルスルフロン | - ジメタクロール | - プロクロラズ | - ブプロフェジン |
| - フェヌロン | - ジオキサカルブ | - クロラントラニリプロール | - フルオキサストロピン | - フェンピロキシメート |
| - クロリダゾン | - カルボフラン | - クロマゾン | - イソプロチオラン | - フェナザキン |
| - イミダクロプリド | - メタベンズチアズロン | - ジメトモルフ II | - ロテノン | - プロキナジド |
| - シミアゾール | - 2,4,5-TP | - シプロコナゾール | - フルフェナセット | - ピリダベン |
| - ジメトエート | - MCPA | - フララキシル | - ジモキシストロピン | - スピロジクロフェン |
| - フェノブカルブ | - アミドスルフロン | - クロロクスロン | - シプロジニル | |
| - アセタミプリド | - シクルロン | - スピノサド A | - モキシデクチン | |
| - メトスルフロン | - クロロトルロン | - リニューロン | - アジンホスエチル | |
| - フルメツラム | - フルトリアホル | | - テブフェノジド | |

2) GC 対応ターゲット

- アリドクロル	- ジクロラン	- トランスフルトリン	- イソプロパリン	- ブロムフェンビンホス
- ジクロロベンゼンニトリル、2,6-	- ペンタクロロアニソール	- パラチオンメチル	- イソドリン	- ヨードフェンホス
- ビフェニル	- アトラジン	- クロルピリホスメチル	- MGK-264	- フェナミホス
- メビンホス、E-	- クロマゾン	- トルクロホスメチル	- ペンジメタリン	- プロチオホス
- 3,4-ジクロロアニリン	- β-BHC	- アラクロール	- メタザクロル	- フルジオキシソニル
- ペブレート	- プロフルラリン	- プロピソクロール	- ペンコナゾール	- プロフェノホス
- エトリジアゾール	- γ-BHC	- ヘプタクロル	- クロゾリナート	- プレチラクロール
- cis-1,2,3,6-テトラヒドロフタルイミド	- テルブチラジン	- メタラキシル	- アレトリン	- DDE-p,p'
- N-(2,4-ジメチルフェニル)ホルムアミド	- テルブホス	- ロンネル	- ヘプタクロル exo-トリルフルアニド	- オキサジアゾン
- メタクリホス	- プロピザミド	- プロジアミン	- フィプロニル	- ディルドリン
- クロロネブ	- ペンタクロロニトロベンゼン	- フェニトロチオン	- クロルフェンビンホス	- オキシフルオルフェン
- 2-フェニルフェノール	- ホノホス	- ピリミホスメチル	- ブロムフェンビンホスメチル	- トリシクラゾール
- ペンタクロロベンゼン	- ペンタクロロベンゾニトリル	- リニューロン	- 3,4,5-トリフルミゾール	- DDD-o,p'
- テクナゼン	- ダイアジノン	- マラチオン	- キナルホス	- ミクロブタニル
- ジフェニルアミン	- ピリメタニル	- ベンタクロロチオアニソール	- トリアジメノール	- フルシラゾール
- プロバクロール	- フルクロラリン	- ジクロフルアニド	- フォルベット	- ブピリメート
- シクロエート	- テフルトリン	- メトラクロール	- プロシミドン	- ニトロフェン
- 2,3,5,6-テトラクロロアニリン	- ジスルホン	- アントラキノン	- クロルベンシド	- フルアジホップ-p-ブチル
- クロルプロファム	- ターバシル	- フェンチオン	- プロモホスエチル	- エチラン
- エタルフルラリン	- δ-BHC	- アルドリン	- クロルデン-trans	- クロルフェナピル
- トリフルラリン	- イサゾホス	- クロルピリホス	- DDE-o,p'	- エンドリン
- ベンフルラリン	- トリアラート	- パラチオン	- パクロブトラゾール	- クロロベンジレート
- スルホテップ	- クロロタロニル	- トリアジメホン	- テトラクロルビンホス	- エンドスルフアン II
- ジアレート I	- エンドスルフアンエーテル	- ジクロロベンゾフェノン、4,4'-	- エンドスルフアン I	- DDD-p,p'
- ホレート	- ペンタクロロアニリン	- DCPA	- クロルデン-cis	- DDT-o,p'
- BHC-アルファ	- プロパニル	- フェンソン	- フルトリアホル	- エチオン
- ヘキサクロロベンゼン	- ジメタクロール	- プロモホス	- ノナクロル, cis-	- ノナクロル, cis-
	- アセトクロール	- ジフェナミド	- クロルフェンソン	- クロルチオホス
	- ピンクロゾリン	- ピリミホスエチル	- フルトラニル	- エンドリンアルデヒド

- スルプロホス
- トリアソホス
- カルボフェノチオン
- メトキシクロロオレフィン
- 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
- ピペロニルブトキシド
- レスメトリン
- イプロジオン
- ニトラリン
- テトラメトリンI
- ビリダフェンチオン
- エンドリンケトン
- ホスメット
- ブロモプロピレート
- EPN
- メトキシクロル, p,p'
- フェンプロパスリン
- 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
- ビリプロキシフェン
- 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
- ベルメトリン, (1R) -cis-
- ベルメトリン, (1R) -trans-
- ビリダベン
- フルキンコナゾール
- クマホス
- プロクロラズ
- シフルトリンI
- シベルメトリンI
- フルシトリネートI
- エトフェンプロックス
- 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。

DE38848813

アジレント・テクノロジー株式会社
 © Agilent Technologies, Inc. 2023
 Printed in Japan, March 16, 2023
 5994-5777JAJP

