

## セロリおよびブドウ中の農薬の定量分析

Carbon S が含まれる Agilent Bond Elut QuEChERS  
汎用分散 SPE キットでのクリーンアップを用いた  
LC/MS/MS による分析

### 著者

Xia Yang and Zongyuan Li  
Agilent Technologies, Inc.  
Shanghai, China

### 概要

このアプリケーションノートでは、LC/MS/MS によるブドウおよびセロリ中の 45 種類の代表的な農薬の分析における、Carbon S が含まれる Agilent Bond Elut QuEChERS 汎用分散 SPE キットのアプリケーションについて評価します。Carbon S またはグラファイトカーボンブラック (GCB) が含まれる Agilent Bond Elut QuEChERS 汎用 dSPE キット間で、一般的な形式の汎用 dSPE (2 および 15 mL) について評価して比較しました。ターゲットの回収率と再現性に基づいて、2 つの汎用 dSPE クリーンアップメソッドを比較しました。従来の GCB が含まれる汎用 dSPE (GCB が含まれる U-dSPE) と比較して、新しい Carbon S が含まれる汎用 dSPE (Carbon S が含まれる U-dSPE) では、平面構造を持つ農薬については良好な回収率と RSD が得られ、平面構造を持たない農薬については同等の性能が得られました。

## はじめに

新鮮な果物および野菜中の天然色素は含量が多く、有機溶媒を使用した抽出方法により簡単に抽出できます。色素共溶出物を十分に除去しない場合、LC/MS/MS や GC/MS/MS のような検出機器で非常に色素が多いサンプル抽出物を直接注入すると、LC/MS/MS でのマトリックスによるイオン抑制、GC/MS/MS でのマトリックス干渉、検出流路および MS イオン源でのマトリックス堆積物の蓄積など、複数のマトリックス効果を引き起こす場合があります。そのため、機器による分析の前に十分なクリーンアップを実施して、色素共溶出物を除去することが重要です。

色素除去で最も吸収性の高い充填剤である GCB は、食品分析の標準 QuEChERS 分散キットで一般的に採用されています。ただし、GCB 充填剤は色素除去の効率は高いですが、チアベンダゾールやシプロジニルなど、特に平面構造を持つ化合物に対して、不要な成分損失を引き起こす場合もあります。したがって、標準 QuEChERS 分散キットの製剤は、GCB 充填剤の量を制限するよう慎重に最適化されています。さまざまな dSPE キットの中でも、汎用 dSPE は、多数の生鮮食品の一般的な dSPE クリーンアップとして広く受け入れられています。この dSPE キット用の汎用製剤では、1 級-2 級アミン (PSA)、エンドキャッピング C18 (EC-C18)、GCB、および  $MgSO_4$  が混合されています。この汎用製剤は、さまざまな果物および野菜マトリックスに対して簡単に選択することができるため便利であり、食品分析ラボでのサンプル前処理メソッドおよび結果の一貫性が改善されます。

Agilent Carbon S 充填剤は、炭素の含有量が最適化されてポア構造を持つ高度なハイブリッドの炭素材です。この改善された充填剤は、植物由来のサンプルマトリックスからの色素除去が GCB 充填剤と同等またはより良好ですが、影響を受けやすい分析対象物の回収率が大幅に向上しています。結果として、Carbon S 充填剤は、分析対象物の回収率とマトリックス色素除去の効率の間のバランスをより適切に保っています。このアプリケーションノートでは、LC/MS/MS によるセロリおよびブドウの一般的な色素の多いマトリックス中の 45 種類の一般的な農薬の分析における、Carbon S が含まれる U-dSPE を使用したサンプル前処理について調査します。

## 実験方法

### 材料および試薬

サンプル前処理で使用した試薬と溶媒はすべて HPLC または分析グレードであり、LC/MS 分析で使用した試薬と溶媒は LC/MS グレードでした。アセトニトリル (ACN) およびメタノール (MeOH) は Honeywell (マスキーゴン、ミシガン州、米国) から購入しました。ギ酸 (FA)、酢酸、およびギ酸アンモニウムは Anpel (上海、中国) から入手しました。フッ化アンモニウムは Sigma-Aldrich から入手しました。1,000  $\mu g/mL$  のアセトニトリル溶液になっている農薬標準はすべて Alta (天津、中国) から購入し、 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  で保管しました。

### 機器および消耗品

- Eppendorf Centrifuge 5810R (ハンブルク、ドイツ)
- SPEX SamplePrep 2010 Geno/Grinder (メアチエン、ニュージャージー州、米国)
- 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 (部品番号 5982-5755CH)
- Agilent Bond Elut QuEChERS 汎用分散 SPE キット、2 mL、50 mg PSA、50 mg C18、7.5 mg GCB、150 mg  $MgSO_4$  (部品番号 5982-0028)
- Agilent Bond Elut QuEChERS 汎用分散 SPE キット、15 mL、400 mg PSA、400 mg C18、45 mg GCB、1,200 mg  $MgSO_4$  (部品番号 5982-0029)
- Carbon S 入り Agilent Bond Elut QuEChERS 汎用分散 SPE キット、2 mL、50 mg PSA、50 mg C18、10 mg Carbon S、150 mg  $MgSO_4$  (部品番号 5610-2058)
- Carbon S 入り Agilent Bond Elut QuEChERS 汎用分散 SPE キット、15 mL、400 mg PSA、400 mg C18、80 mg Carbon S、1,200 mg  $MgSO_4$  (部品番号 5610-2060)

### 分析条件

Agilent 1290 Infinity II ハイスピードポンプ (G7120A)、Agilent 1290 Infinity II マルチサンブラ (G7167B)、Agilent 1290 Infinity II マルチカラムサーモスタット (G7116B) を含む、Agilent 1290 Infinity II LC システムを、Agilent Jet Stream エレクトロスプレーイオンソース付きの Agilent トリプル四重極 LC/MS (G6470A) と組み合わせて使用し、LC/MS/MS 検出を実行しました。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。表 1 に、LC/MS/MS メソッド条件を示します。表 2 に、MRM トランジションと設定値を示します。

### サンプル前処理

サンプル前処理に、Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 抽出キットを使用した、バッファ QuEChERS プロトコルによるサンプル抽出、および Agilent Bond Elut QuEChERS 汎用分散 SPE キットを使用した、dSPE クリーンアップを行ないました。ホモジナイズしたブドウとセロリ 15 g を 50 mL ポリプロピレンチューブに計量し、1 % 酢酸を含む 15 mL の ACN を使用して抽出しました。AOAC 抽出キットを添加した後、Geno/Grinder により 1,000 rpm でサンプルを 5 分間激しく振とうしました。その後、チューブを 10 °C において 4,000 rpm で 5 分間遠心分離しました。

15 mL の汎用 dSPE では、8 mL の上澄み ACN 層を dSPE チューブに移し、2 mL の汎用 dSPE では、1 mL の上澄み移しました。チューブにキャップを付けて 1 分間振とうし、再度 5 分間 (a) 通常の遠心機用の 15 mL チューブを 4,000 rpm で、また (b) 小型遠心機用の 2 mL チューブを 10,000 rpm で遠心分離しました。上澄み層から、200 µL を移動して 800 µL の水と混合し、LC/MS/MS 分析を実施しました。

表 1. LC/MS/MS メソッド条件

LC/MS/MS パラメータ	設定値		
カラム	Agilent InfinityLab Poroshell 120 EC-C18、2.1 × 100 mm、2.7 µm カラム (部品番号 695775-902)		
カラム温度	40 °C		
オートサンブラ温度	10 °C		
注入量	2 µL		
移動相	A) 水溶液：4.5 mM ギ酸アンモニウム、0.5 mM フッ化アンモニウム 0.1 % ギ酸を含む B) メタノール溶液：4.5 mM ギ酸アンモニウム、0.5 mM フッ化アンモニウム、0.1 % ギ酸を含む		
グラジエント	時間 (分)	%A	流量 (mL/min)
	0	98	0.4
	0.5	98	
	3	80	
	16	0	
	18	0	
	18.1	98	
	20	98	
ストップタイム	20 分		
イオン源パラメータ			
ガス温度	250 °C		
ガス流量	10 L/min		
ネブライザ	40 psi		
シースガス温度	350 °C		
シースガス流量	11 L/min		
キャピラリー電圧	+3500		
ノズル電圧	+300		
時間セグメント			
Agilent 1290 Infinity II ハイスピードポンプ			
開始時間 (分)	スキャンタイプ	ダイバートバルブ	デルタ EMV (+)
0	dMRM	廃液へ	0
1.2	dMRM	MS へ	400
19	dMRM	廃液へ	0

表 2. 農薬の MRM 条件

化合物名	プリカーサイオン	プロダクトイオン	リテンションタイム (分)	フラグメンタ	コリジョンエネルギー	セル加速電圧
3-ヒドロキシカルボフラン	238.1	220 163.1	6.2	80	5 10	4
アセフェート	183.9	143 49	2.72	70	2 20	3
アセタミプリド	223	126.1 90.1	6.24	80	18 35	4
アルジカルブ	208	116 89.1	7.31	65	6 10	4
アルジカルブスルホン	223.1	86.1 148	3.89	80	8 1	4
アルジカルブスルホキシド	207.1	131.9 89.1	3.61	65	2 10	4
ブプロフェジン	306.1	201.2 116	14.04	105	9 15	4
カズサホス	271.1	159 97	13.35	90	8 40	4
カルバリル	202	145 127.1	9.07	65	2 28	3
カルベンダジム	192.1	160.1 65.2	4.72	105	16 52	3
カルボフラン	222.1	165.1 123.1	8.62	80	6 20	4
クロラントラニリプロール	483.9	452.9 286	10.67	105	16 12	5
クロロジメホルム	197.1	117 89	5.08	110	25 64	3
クロルピリホス	351.9 349.9	199.9 97	14.38	100	15 36	4
クマホス	363	289.1 226.9	12.86	120	22 28	4
シモキサニル	199	128.1 111.1	6.55	50	6 15	3
ダイアジノン	305.1	169 97.1	12.9	105	26 36	4
ジクロルボス	220.9	109 95.1	8.3	100	12 32	4
ジフロベンズロン	311	158 141	12.36	80	18 46	4
ジメトエート	230	199 125	5.94	70	4 24	4
エトプロホス	243	173.1 97	12.02	90	12 30	4
フェナザキン	307.2	161.1 57.1	15.1	105	12 25	4
ホノホス	247.0	137.0 109.0	12.76	80	5 15	4
ホルクロルフエヌロン	248.1	129 92.9	10.23	110	16 40	4
イサゾホス同位体	316	122 96.9	11.72	85	34 46	4
イソフェンホス-メチル	332.1	273 231	12.61	80	0 8	4
メタラキシル	280.1	220 192	10.15	95	10 20	4
メタミドホス	142	125 94.1	1.98	85	10 12	3

化合物名	プリカーサ イオン	プロダクト イオン	リテンション タイム (分)	フラグメンタ	コリジョン エネルギー	セル加速電圧
メソミル	162.9	106.1 88.1	4.33	50	6 4	3
オメトエート	214	183 125	3.23	80	6 20	4
バクプロトラゾール	294.1	125 70.1	11.41	115	44 18	4
ホレート	261	75.1 47	13.04	60	6 35	4
ホレートスルホン	293.0	171 143	9.82	80	6 15	4
ホレートスルホキシド	277.0	199 171	9.63	80	5 12	4
ホサロン	368	182 111.1	13.11	70	10 45	4
ホキシム	299.06	129.1 125.1	13.01	70	12 8	4
プロクロラズ	376	308 70.1	13.04	70	4 24	4
ピリダベン	365.1	309.1 147.1	15.19	85	8 25	4
テブフェノジド	353	297.2 133.1	12.44	95	5 15	4
テルブホススルホン	321.04	171 97	10.86	80	5 48	4
テルブホススルホキシド	305.1	186.9 96.9	10.89	50	10 50	4
チアベンダゾール	202	175.1 131.1 65.1	5.48	151	22 30 46	4
チジアズロン	221	127.9 101.9	8.64	107	12 14	4
トリアジメホン	294.1	197 69.1	11.57	111	6 14	4
トリアゾホス	314.1	119.1 92	11.79	111	42 50	4

## 結果と考察

### セロリに関する結果

セロリのマトリックスに基づいて、従来の GCB が含まれる U-dSPE (2 および 15 mL)、Carbon S が含まれる U-dSPE (2 および 15 mL) の、4 種類の汎用 dSPE キットについて調査しました。セロリ中でプレスパイクした QC の 2 つの濃度 4 ng/g および 50 ng/g を使用した 5 回の繰り返し分析により、回収率と RSD を比較しました。図 1 に、比較の統計データを示します。全体的に見て、Carbon S が含まれる U-dSPE は、現行の GCB が含まれる U-dSPE と同等の性能を示しており、45 種類の農薬すべてにおいて、平均回収率は 80 % を超えており、RSD は ≤ 10 % でした。

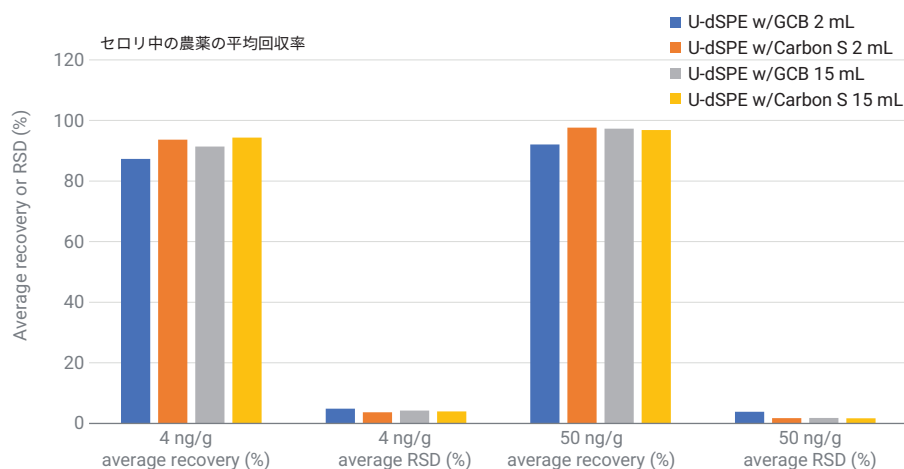


図 1. セロリ中の農薬の平均回収率と RSD に関する、Carbon S または GCB が含まれる Agilent Bond Elut QuEChERS 汎用分散 SPE キット (2 および 15 mL) の比較 (n = 5)

これら 2 つのタイプの汎用 dSPE における唯一の違いは、色素除去に使用した充填剤である、Carbon S または GCB です。平面構造を持つ農薬の回収率について特に比較するために、実験を実施しました。ターゲットグループの 8 種類の平面構造を持つ農薬では、図 2 に示すように、Carbon S が含まれる U-dSPE において、GCB が含まれる U-dSPE よりも良

好な回収率と再現性が得られました。この結果は、dSPE で GCB の代わりに Carbon S 充填剤を使用すると、影響を受けやすい平面構造を持つ農薬の回収率を向上できることを明確に実証しています。さらに、2 つのタイプの汎用 dSPE での回収率の差は、15 mL キットよりもむしろ 2 mL キットの方が大きくなりました。これは、15 mL キットの製剤と比較し

て 2 mL キットの製剤で使用されている GCB の割合が比較的高かったためです。2 および 15 mL 汎用 dSPE キット間の製剤の割合の差により、GCB が含まれる U-dSPE において、GCB が原因の平面構造を持つ農薬の損失という欠点が拡大されてしまいました。

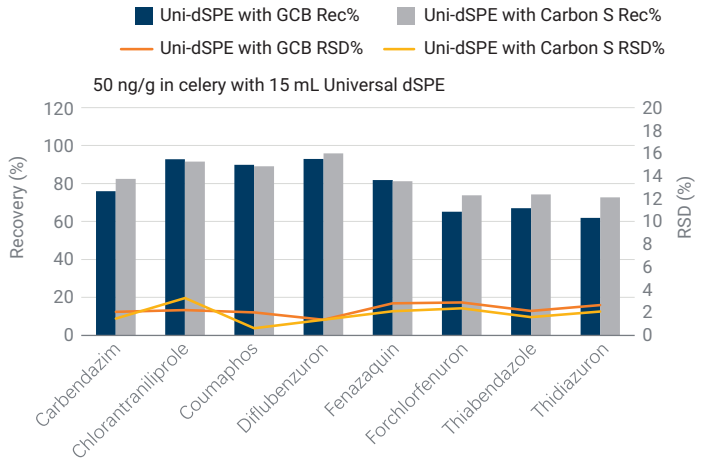
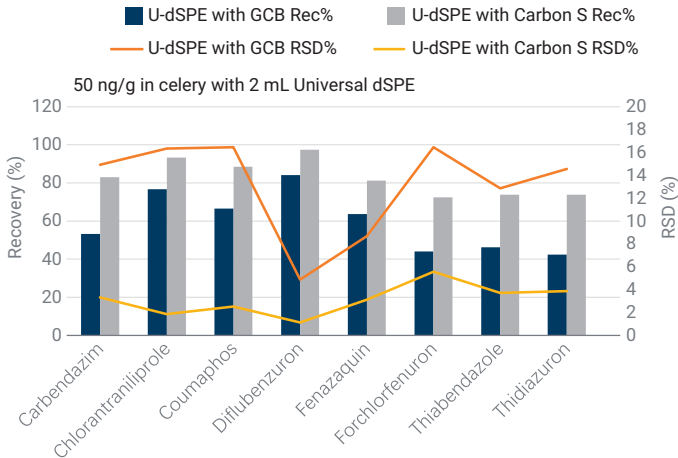
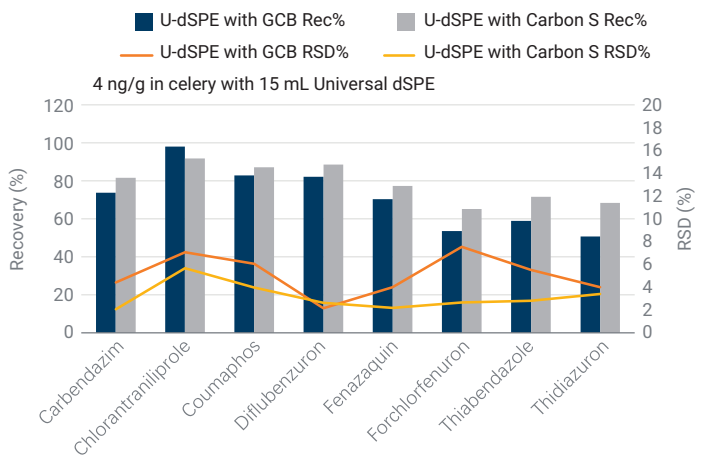
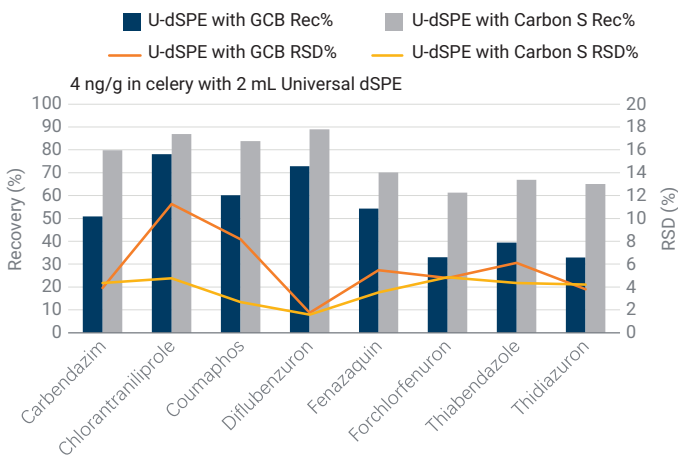


図 2. セロリ中の平面構造を持つ農薬に関する、GCB または Carbon S が含まれる Agilent Bond Elut QuEChERS 汎用分散 SPE キット (2 および 15 mL) の性能の比較 (n = 5)

### ブドウに関する結果

同様に、ブドウのマトリックスで4種類の汎用dSPEキットについて調査しました。平均回収率およびRSDの統計データを図3に示します。一般的に、スパイクレベル4 ng/gでは、Carbon Sが含まれるU-dSPEの方がGCBが含まれるU-dSPEよりも多少良好な結果を示し、スパイクレベル50 ng/gでは、同等の結果を示しました。

平面構造を持つ農薬では、特に低スパイクレベルにおいて、Carbon Sが含まれるU-dSPEが非常に良好な回収率を示しましたが、これは、平面構造を持つ農薬が低濃度においてGCBの影響を受けやすいためです。比較してみると、Carbon Sが含まれるU-dSPEは平面構造を持つ農薬に対して、低および高の両方のスパイクレベルで一貫性のある優れた回収率を示しました。

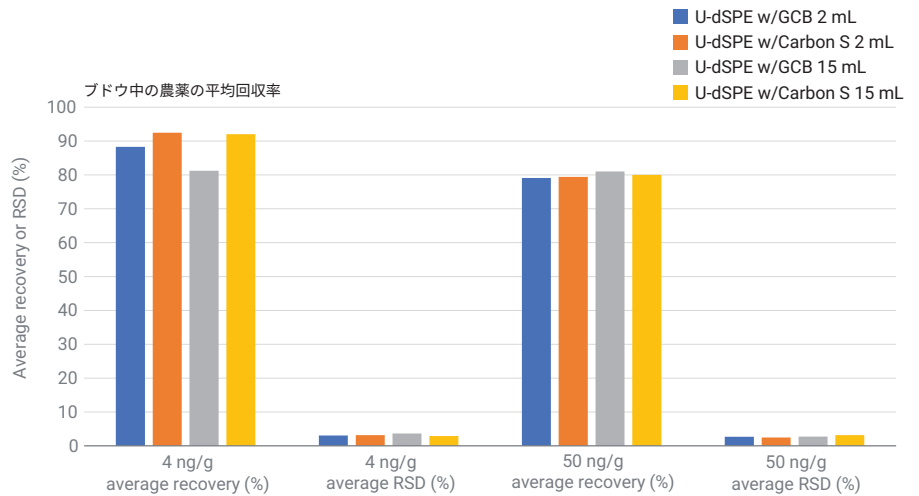


図3. ブドウ中の農薬の平均回収率とRSDに関する、GCBまたはCarbon Sが含まれるAgilent Bond Elut QuEChERS汎用分散SPEキット(2および15 mL)の比較(n=5)

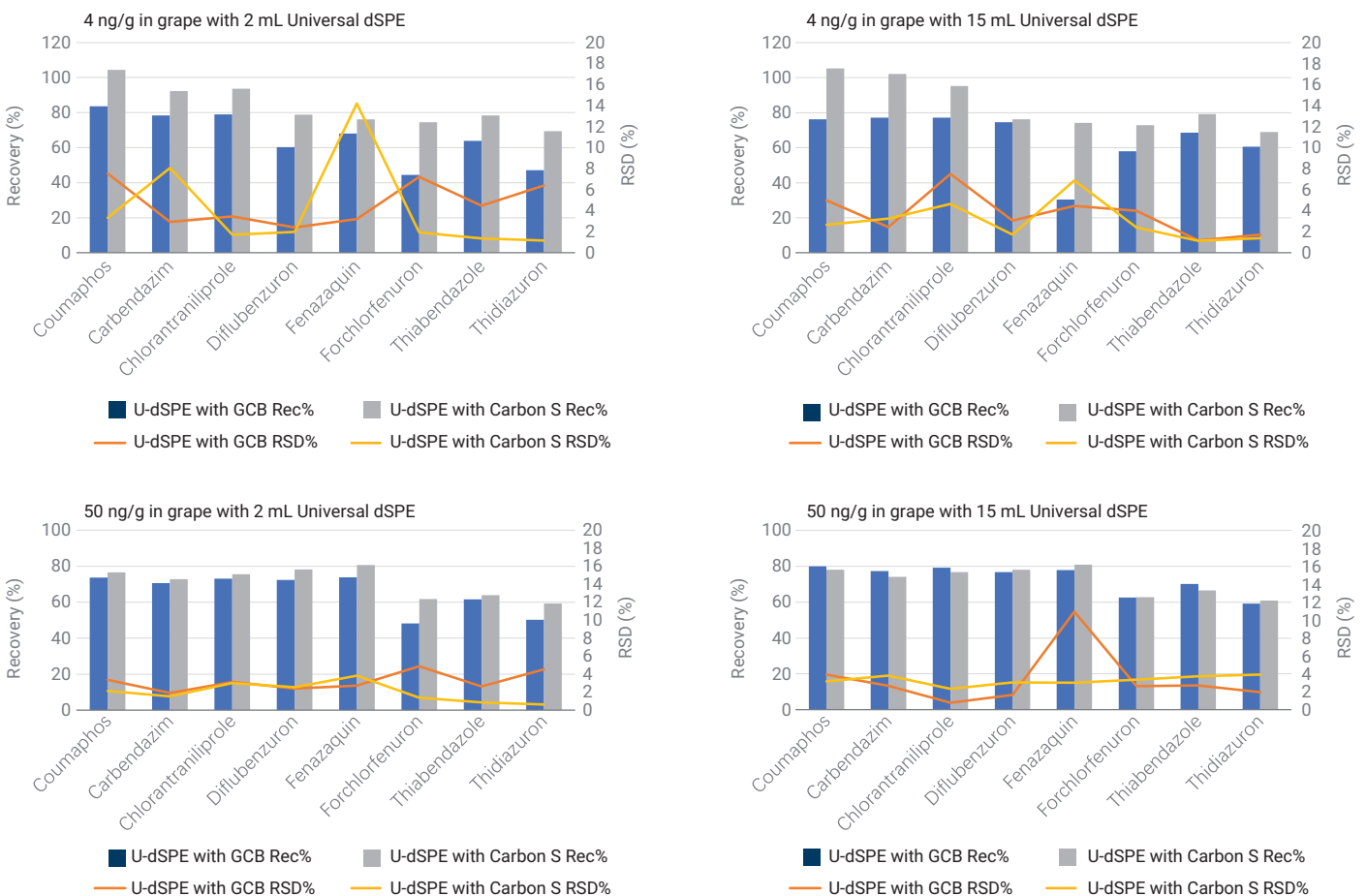


図4. ブドウ中の平面構造を持つ農薬に関する、GCBまたはCarbon Sが含まれるAgilent Bond Elut QuEChERS汎用分散SPEキット(2および15 mL)の性能の比較(n=5)

### マトリックス色素の除去

平面構造を持つ農薬に対して Carbon S が含まれる U-dSPE を使用した際の結果は、GCB が含まれる U-dSPE を使用した際の結果と比較して、優れた回収率を示しています。ただし、色素除去に影響が出るかどうかが問題でした。図 5 に、GCB が含まれる U-dSPE (中央) および Carbon S が含まれる U-dSPE (右) を使用した dSPE クリーンアップ後のセロリサンプルの上澄みを示します。見てわかるように、両方のサンプルともに無色で透明ですが、これは、Carbon S または GCB が含まれる汎用 dSPE キットを使用した際の色素除去の効率が同等であることを示しています。

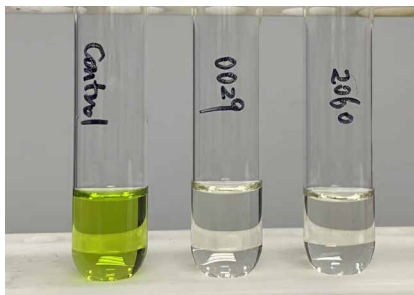


図 5. Agilent Bond Elut QuEChERS AOAC 抽出したセロリサンプル (左)、その後の GCB (中央) または Carbon S (右) が含まれる Agilent Bond Elut QuEChERS 汎用分散 SPE キットを使用した dSPE クリーンアップ後の上澄み

### メソッドバリデーション

検量線の直線性とダイナミックレンジ、および新しい Carbon S が含まれる U-dSPE (15 mL) を使用した際の低および高スパイクレベルにおける成分真度と精度に基づいて、定量メソッドをバリデーションしました。セロリおよびブドウの定量結果をそれぞれ、表 3 および 4 に示します。

8 段階以上の標準溶液を使用して、1 ~ 100 ng/g のダイナミックレンジにわたる検量線を生成しました。直線回帰適合と  $1/x$  の重み付けを使用しました。すべてのターゲットに対して、相関係数 ( $R^2$ ) > 0.997 という優れた検量線の直線性を示しました。許容できるターゲット精度として、平面構造を持たない農薬では > 75 %、平面構造を持つ農薬では > 60 % を達成しました。データの 99 % に対して、RSD < 10 % というメソッド再現性を示しました。

表 3. Carbon S が含まれる Agilent Bond Elut QuEChERS U-dSPE (15 mL) を使用した、セロリ中の 45 種類の農薬のメソッド比較結果

ターゲット	CF R <sup>2</sup>	キャリブレーション 範囲 (ng/g)	15 mL Carbon S dSPE キットによる QC			
			4 ng/g		50 ng/g	
			精度 (%)	RSD (%)	精度 (%)	RSD (%)
3-ヒドロキシカルボフラン	0.9999	1 ~ 100	100	5.2	101	1.7
アセフェート	0.9998	0.5 ~ 100	93	1.6	93	1.1
アセタミプリド	0.9999	0.5 ~ 100	98	2.6	101	1.1
アルジカルブ	0.9989	0.5 ~ 100	92	4.5	100	1.8
アルジカルブスルホン	0.9995	1 ~ 100	98	5.6	100	1.5
アルジカルブスルホキシド	0.9997	0.5 ~ 100	96	3.4	97	1.2
ブプロフェジン	0.9997	0.5 ~ 100	100	3.2	101	0.7
カズサホス	0.9999	0.5 ~ 100	95	2.9	101	0.9
カルバリル	0.9999	0.5 ~ 100	100	3.0	101	2.4
カルベンダジム	0.9997	1 ~ 100	82	2.1	82	1.5
カルボフラン	1.0000	0.5 ~ 100	101	2.3	102	1.0
クロラントラニプロール	0.9992	0.5 ~ 100	92	5.6	92	3.3
クロロジメホルム	0.9995	0.5 ~ 100	82	4.6	89	2.4
クロルピリホス	0.9998	0.5 ~ 100	96	3.2	99	1.9
クマホス	0.9999	0.5 ~ 100	87	4.0	89	0.6
シモキサニル	0.9998	0.5 ~ 100	101	2.1	101	2.0
ダイアジノン	0.9999	1 ~ 100	100	4.0	101	1.3
ジクロルボス	0.9974	4 ~ 100	99	13.9	109	3.0
ジフロベンズロン	0.9995	0.5 ~ 100	89	2.6	96	1.4
ジメトエート	0.9999	0.5 ~ 100	96	0.8	100	1.3
エトプロホス	0.9999	0.5 ~ 100	100	5.7	100	1.0
フェナザキン	0.9998	0.5 ~ 100	77	2.2	81	2.1
ホノホス	0.9997	2 ~ 100	90	9.1	98	1.9



ターゲット	CF R <sup>2</sup>	キャリブレーション 範囲 (ng/g)	15 mL Carbon S dSPE キットによる QC			
			4 ng/g		50 ng/g	
			精度 (%)	RSD (%)	精度 (%)	RSD (%)
ホルクロルフェヌロン	0.9999	0.5 ~ 100	65	2.6	74	2.4
イサゾホス同位体	0.9999	0.5 ~ 100	100	2.2	98	2.0
イソフェンホス-メチル	0.9990	1 ~ 100	99	9.4	100	3.4
メタラキシル	0.9997	0.5 ~ 100	100	1.4	102	1.8
メタミドホス	0.9997	0.5 ~ 100	89	1.3	88	1.7
メソミル	0.9998	0.5 ~ 100	99	3.4	100	0.8
オメトエート	0.9995	0.5 ~ 100	93	2.6	95	2.0
バクロトラゾール	0.9999	0.5 ~ 100	97	3.4	100	0.9
ホレートスルホン	0.9997	0.5 ~ 100	94	7.6	101	2.0
ホレートスルホキンド	0.9998	0.5 ~ 100	114	2.8	111	2.3
ホレート	0.9991	1 ~ 100	102	2.7	100	1.1
ホサロン	0.9993	1 ~ 100	91	9.2	102	1.7
ホキシム	0.9999	0.5 ~ 100	103	1.1	102	0.9
ブクロラズ	0.9997	0.5 ~ 100	99	2.6	98	1.5
ピリダベン	0.9999	0.5 ~ 100	99	2.4	102	1.8
テブフェノジド	0.9997	0.5 ~ 100	104	3.7	101	2.4
テルブホススルホン	0.9997	1 ~ 100	102	6.0	103	2.4
テルブホススルホキンド	0.9999	0.5 ~ 100	101	3.0	103	1.1
チアベンダゾール	0.9999	0.5 ~ 100	71	2.8	74	1.6
チジアズロン	0.9997	0.5 ~ 100	68	3.4	73	2.1
トリアジメホン	1.0000	1 ~ 100	98	7.6	101	1.7
トリアゾホス	0.9998	0.5~100	96	3.1	99	1.1

表 4. Carbon S が含まれる Agilent Bond Elut QuEChERS U-dSPE キット (15 mL) を使用した、ブドウ中の 45 種類の農薬のメソッド定量結果

ターゲット化合物	CF R <sup>2</sup>	キャリブレーション 範囲 (ng/g)	15 mL Carbon S dSPE キットによる QC			
			4 ng/g		50 ng/g	
			精度 (%)	RSD (%)	精度 (%)	RSD (%)
3-ヒドロキシカルボフラン	0.9995	1 ~ 100	99	2.6	78	3.1
アセフェート	0.9995	0.5 ~ 100	93	1.4	76	3.6
アセタミプリド	0.9999	0.5 ~ 100	96	1.7	80	3.5
アルジカルブ	0.9998	1 ~ 100	89	3.5	81	3.5
アルジカルブスルホン	0.9998	0.5-100	106	4.0	81	2.7
アルジカルブスルホキンド	0.9997	0.5 ~ 100	95	2.4	79	3.7
ブプロフェジン	0.9997	0.5 ~ 100	91	2.2	83	2.3
カズサホス	0.9995	0.5 ~ 100	93	1.9	82	3.0
カルバリル	0.9997	0.5 ~ 100	92	1.2	81	2.6
カルベンダジム	0.9995	0.5 ~ 100	102	3.3	74	3.8
カルボフラン	0.9999	0.5 ~ 100	93	1.1	82	2.6
クロラントラニプリロール	0.9995	0.5 ~ 100	95	4.7	77	2.3
クロロジメホルム	0.9994	0.5 ~ 100	86	4.4	66	4.1
クロルピリホス	0.9994	0.5 ~ 100	87	4.3	85	2.0
クマホス	0.9997	0.5 ~ 100	105	2.7	78	3.2
シモキサニル	0.9996	0.5 ~ 100	94	5.1	82	2.9
ダイアジノン	0.9996	0.5 ~ 100	97	2.0	93	1.8
ジクロルボス	0.9995	2 ~ 100	86	3.7	82	4.7
ジフロベンズロン	0.9995	0.5 ~ 100	76	1.7	78	3.1

ターゲット化合物	CF R <sup>2</sup>	キャリブレーション 範囲 (ng/g)	15 mL Carbon S dSPE キットによる QC			
			4 ng/g		50 ng/g	
			精度 (%)	RSD (%)	精度 (%)	RSD (%)
ジメトエート	0.9996	0.5 ~ 100	93	5.9	80	3.3
エトプロホス	0.9999	1 ~ 100	96	2.0	81	2.7
フェナザキン	0.9970	0.5 ~ 100	74	6.9	81	3.0
ホノホス	0.9986	4 ~ 100	91	2.2	81	1.7
ホルクロルフェヌロン	0.9999	0.5 ~ 100	73	2.4	63	3.3
イサゾホス同位体	1.0000	0.5 ~ 100	99	2.9	82	3.6
メタラキシル	0.9999	0.5 ~ 100	91	2.4	83	1.9
メタミドホス	0.9998	0.5 ~ 100	103	1.3	73	3.5
メソミル	0.9998	0.5 ~ 100	85	0.6	80	3.4
オメトエート	0.9996	0.5 ~ 100	94	1.7	78	3.8
パクロプロタゾール	0.9999	0.5 ~ 100	94	2.0	82	1.8
ホレート	0.9995	1 ~ 100	91	2.4	86	4.0
ホレートスルホン	0.9998	0.5 ~ 100	97	2.2	82	1.7
ホレートスルホキンド	0.9999	0.5 ~ 100	94	1.3	81	2.1
ホサロン	0.9995	0.5 ~ 100	86	1.5	81	4.4
ホキシム	0.9995	0.5 ~ 100	99	4.7	87	3.7
ブクロロラス	0.9994	0.5 ~ 100	94	4.4	81	2.5
プロフェノホス	0.9994	0.5 ~ 100	96	2.5	81	2.5
ピリダベン	0.9969	0.5 ~ 100	95	3.4	101	4.5
テブフェノジド	0.9997	0.5 ~ 100	96	2.5	82	4.9
テルブホススルホン	0.9998	0.5 ~ 100	90	9.6	82	4.1
テルブホススルホキンド	0.9999	0.5 ~ 100	97	3.0	81	2.2
チアベンダゾール	0.9997	0.5 ~ 100	79	1.2	67	3.7
チジアズロン	0.9997	0.5 ~ 100	69	1.4	61	3.9
トリアジメホン	0.9999	0.5 ~ 100	96	4.8	85	3.5
トリアゾホス	0.9998	0.5 ~ 100	94	1.5	83	3.8

さらに、Carbon S が含まれる U-dSPE による dSPE クリーンアップを使用した際に、セロリ中の数種類の農薬で、S/N 比が向上した高いレスポンスを示しました。図 6 にあるように、フェナザキンとクロルピリホスの 2 つが良い例を示しています。4 ng/g のポストスパイクレベルにおいて、Carbon S が含まれる U-dSPE は、GCB が含まれる U-dSPE よりも非常に高いレスポンスを示しました。ただし、マトリックス適合キャリブレーションによるセロリ中の 4 ng/g でプレススパイクしたサンプルの回収率に関して、これら 2 つのキット間で明確な差は認められず、クロルピリホスで 80 % 超、フェナザキンで 70 % 超です。これは、イオン抑制が低いマトリックス除去に関する Carbon S の利点を示しています。

## 結論

新しい Carbon S が含まれる Agilent Bond Elut QuEChERS U-dSPE キットは、従来の GCB が含まれる Agilent Bond Elut QuEChERS U-dSPE キットと比較して、平面構造を持つ農薬と平面構造を持たない農薬の両方の分析に対して優れた性能を示すことが実証されました。Carbon S が含まれる 2 および 15 mL の U-dSPE キットの両方で、平面構造を持つ農薬に対して高い回収率と再現性が得られていますが、これは、一貫性のある信頼性の高い定量結果です。

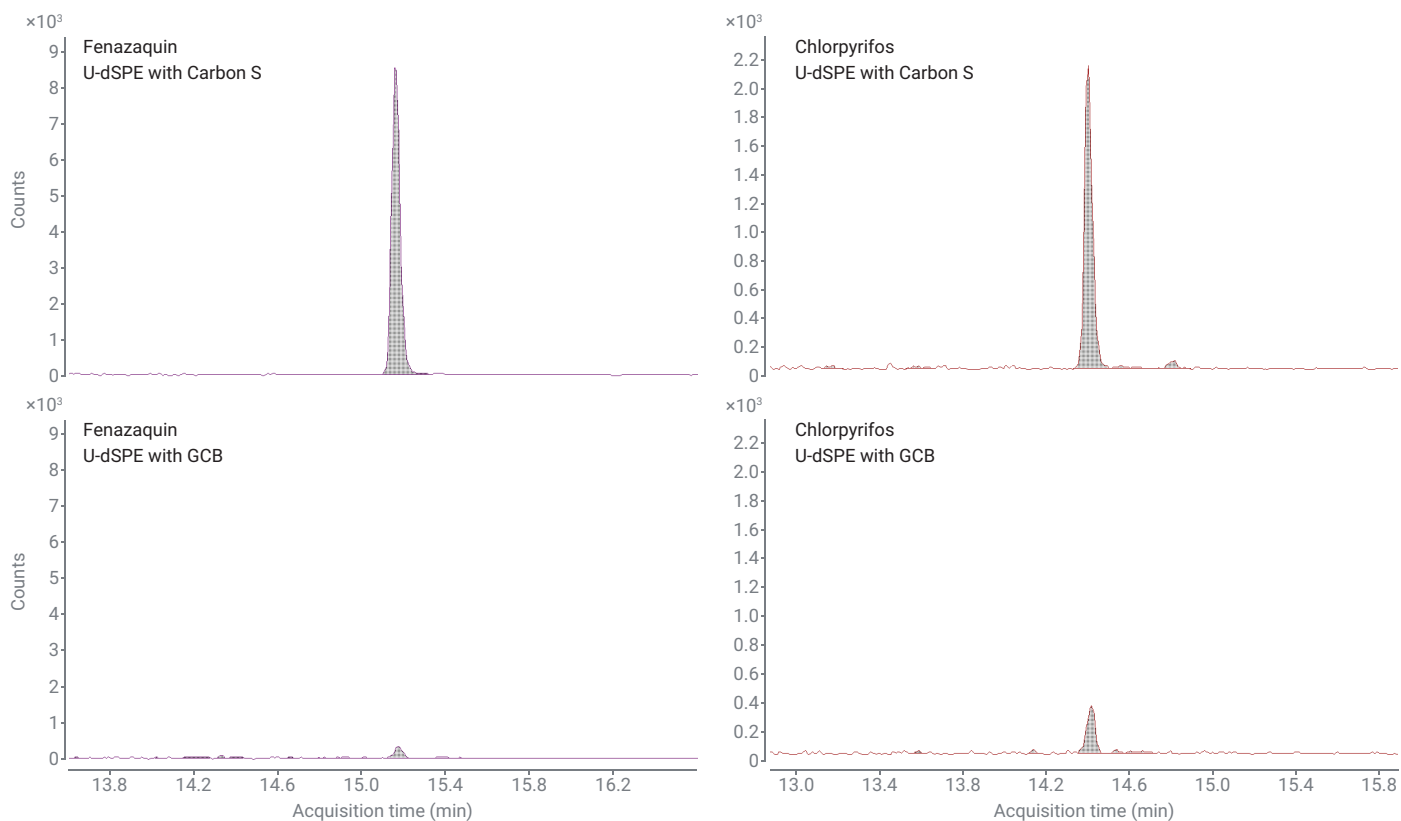


図 6. GCB または Carbon S が含まれる Agilent Bond Elut QuEChERS 汎用 dSPE キットを使用した、セロリ中の 4 ng/g ポストスパイクにおけるフェナザキンおよびクロルピリホスのクロマトグラム

ホームページ

[www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp)

カスタムコンタクトセンタ

**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。

DE63471617

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2022, 2023

Printed in Japan, September 6, 2023

5994-4763JAJP