

## ミッドカラムバックフラッシュによる 高クロロフィル葉野菜中の農薬のスピード、 柔軟性、信頼性に優れた GC/MS/MS 分析



食品に含まれる微量の残留農薬の高スループットルーチン分析には大きな困難が伴います。残留農薬メソッドには、厳しい規制と限られた時間の下で、高い信頼性と感度のデータが求められます。化学物質クラスの異なる数百に及ぶ残留農薬は、通常、25分から10分以下のサイクル時間でスクリーニングされます。

マトリックスが蓄積し、データ品質が低下すると、サンプルスループットに大きな影響が及ぶ可能性があります。分析を中止して、MSをベントし、カラムをトリミングし、注入口の消耗品を交換するなど、ルーチンメンテナンスを実施することになります。このような計画外のダウンタイムは、ラボに多大な損害を招きます。さらに、現在は、断続的に発生するヘリウム供給の混乱によって、予定外のダウンタイムが増加する可能性があります。水素キャリアガスに簡単に切り替えられるメソッドは、キャリアガス供給の混乱に対する安全性レベルを向上させます。

本書に示す2つのGC/MS/MS残留物スクリーニングメソッドは、高サンプルスループットのルーチン分析に必要なスピードと感度を提供します。どちらも分析後に逆流を発生させ、不要なマトリックス干渉を除去するミッドカラムバックフラッシュ手法を採用しており、メンテナンス頻度が低減します。したがって機器のダウンタイムが抑制され、データ品質が向上します。

### アジレントの高スループットスクリーニングメソッド

幅広い範囲の濃度でキャリブレーション性能を実証しました。この性能はSANTE/11312/2021ガイドラインを満たすとともに、政府機関や、一般消費者に食品を製造、包装、販売している民間企業のほか、食品安全性を管理するラボのニーズに対応します。

分析時間を短縮し、カラムのトリミングとイオン源の汚染を低減するために、ミッドカラムバックフラッシュに、高いマトリックス除去効果をもたらすサンプル前処理手順を組み合わせました。迅速なメソッド開発と変換を実現し、日常業務の効率化を促進するために、Agilent MRM データベース P&EP 4.0 とリテンションタイムロッキング (RTL) を使用しました。この手法では、HydroInert イオン源を用いて、示されているようにカラム寸法を調整することにより、水素キャリアガスに切り替えることも可能です。

クロロフィルが豊富に含まれる、分析が非常に困難な葉野菜、ホウレンソウでワークフローを実証しました。このワークフローは、他の高クロロフィル葉野菜の農薬分析に拡張することも可能です。

さらに、アジレントのソフトウェアとハードウェアは、農業のワークフローでの使いやすさを追及して設計されています。MRM データベース P&EP 4.0 は短期間で価値を創出し、最高のリテンションタイムロッキング (RTL) を提供します。また Hydrolnert イオン源が水素キャリアガスへの切り替えを実現します。

ミッドカラムバックフラッシュ、サンプル前処理、メソッド変換、リテンションタイムロッキング (RTL) 手法を取り入れることにより、メソッド開発、メンテナンス、変換のコストを削減でき、日常業務が促進されます。この手法では、Hydrolnert イオン源を追加することにより、水素キャリアガスに切り替えることも可能です。

### 農業分析のためのシステム構成の最適化に関する推奨事項

**サンプル前処理法：**マトリックス除去を向上させるためにシンプルな 2 ステップのプロセスを採用しました (図 1)。従来の QuEChERS 抽出 (AOAC または EN 抽出) によりサンプル抽出を行ってから、Captiva Enhanced Matrix Removal (EMR) による Carbon S パススルークリーンアップを実行しました。ホウレンソウは、色素除去が必要な高クロロフィルの葉マトリックスと考えられています。Captiva EMR-HCF1 と HCF2 は、特に高クロロフィルの葉野菜マトリックスのクリーンアップを対象としています。どちらのカートリッジも高効率なクロロフィル色素除去性能を備えておりますが、平面化合物を含むグラファイトカーボンへの吸着性が高い農業の回収率を損なうことがありません。



図 1. 従来の Agilent QuEChERS 抽出、その後の Agilent Captiva EMR-HCF1 または HCF2 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<sup>1</sup>

**システム設定:** ミッドカラムによるバックフラッシュの構成 (図 2 および図 3) を採用して分析後カラムバックフラッシュを実行しました。注入口メンテナンス、GC カラムトリミング、MS イオン源クリーニング、または MS 再チューニングの頻度が低減されました。ヘリウムと水素キャリアガスの両方、および従来の 20 分と高スループットの 10 分の分析時間でのカラム構成を示しています。

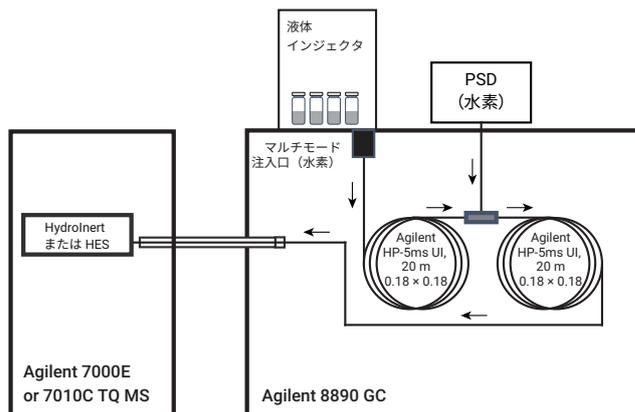
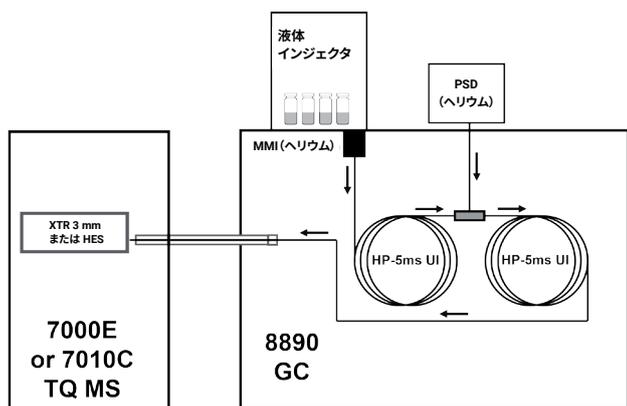
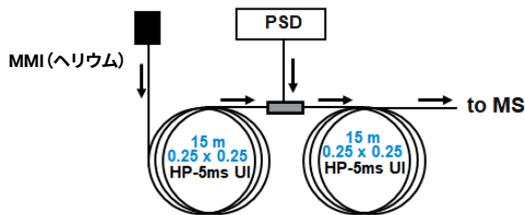


図 3. 水素キャリアガスでの Agilent 8890/7010C GC/TQ システム構成<sup>2</sup>

従来の 15 x 15 m ミッドカラムバックフラッシュ構成:



ナローボア 10 x 10 m ミッドカラムバックフラッシュ構成:

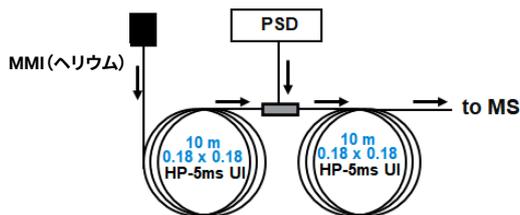


図 2. 2 つのミッドカラムバックフラッシュ構成 (下) を使用した Agilent 8890/7010C GC/TQ システム (上)<sup>1</sup>

**カラム寸法:**

表 1. 200 種類以上の農薬に対する高速 10 分間分析の推奨カラム寸法

	従来の分析時間	高スループット分析時間
ヘリウムキャリア	(2) HP-5ms UI 15 m x 0.25 mm x 0.25 μm	(2) HP-5ms UI 10 m x 0.18 mm x 0.18 μm
代替水素キャリアガス	(2) HP-5ms UI 20 m x 0.18 mm x 0.18 μm	(2) HP-5ms UI 10 m x 0.18 mm x 0.18 μm

**流量:** 最適範囲 0.9 ~ 1.4 mL/min、カラム構成とキャリアガスによって異なります。

## 温度

表 2. ヘリウムキャリアガスでのサンプルオープンプログラム<sup>1</sup>

GC オープン条件		
	15 × 15 m	10 × 10 m
オープン初期温度	60 °C	60 °C
初期オープン保持	1 分	0.5 分
昇温速度 1	80 °C /min	80 °C /min
到達温度 1	170 °C	170 °C
到達オープン温度保持 1	0 分	0 分
昇温速度 2	35 °C /min	20 °C /min
到達温度 2	310 °C	310 °C
到達オープン温度保持 2	3.625 分	1.125 分
合計分析時間	10 分	10 分
ポストラン時間	1.5 分	1.5 分
平衡化時間	0.25 分	0.25 分

表 3. 水素キャリアガスでのサンプルオープンプログラム<sup>2</sup>

GC オープン条件	
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
到達温度 1	170 °C
到達オープン温度保持 1	0 分
昇温速度 2	10 °C /min
到達温度 2	310 °C
到達オープン温度保持 2	2.25 分
合計分析時間	20 分
ポストラン時間 (バックフラッシュ時間)	1.5 分
平衡化時間	0.5 分

実施したワークフローにより、複数の種類の農業分析において生産性と柔軟性を向上させることが可能です。分析時間は、従来の 20 分間、または高効率のミニボアカラムを使用した場合は 10 分未満となります。これらのワークフローは、示されたようにカラム寸法を調整し、HydroInert イオン源を設置することによってリテンションタイムロッキングを維持しつつ、水素キャリアガスに切り替えることができます。ミッドカラムバックフラッシュにより、マトリックス汚染によるルーチンメンテナンスの頻度を低減できます。

## 参考文献

このワークフローで使用されているアプリケーションノート一覧：

1. GC/MS/MSを用いたハウレンソウ中の残留農業多成分一斉分析— 10 分間的高速分析 — [5994-4967.JA.JP](#)
2. 水素キャリアガスを用いた GC/MS/MS による色素のある食物中の農業分析 [5994-6505.JA.JP](#)

## 標準品、カラム、消耗品などの情報

品名	部品番号
<b>サンプル前処理</b>	
Bond Elut QuEChERS EN 抽出キット	5982-5650CH
Bond Elut QuEChERS AOAC 抽出キット	5982-5755CH
Captiva EMR-HCF1, 3 mL カートリッジ	5610-2088
Captiva EMR-HCF2, 3 mL カートリッジ	5610-2089
無水 MgSO <sub>4</sub>	5982-0102
加圧式マニホールド 48 プロセッサ	5191-4101
<b>分析カラム</b>	
J&W HP-5ms ウルトライナート GC カラム、15 m、0.25 mm、0.25 μm、スマートキー付き、1 個 (2 個必要) (従来のカラム構成による、従来および高速のヘリウムキャリアガスメソッドに推奨)	19091S-431UI-KEY
J&W HP-5ms ウルトライナート GC カラム、10 m、0.18 mm、0.18 μm、7 インチケージ、1 個 (2 個必要) (高速ヘリウムまたは高速水素キャリアガスメソッドに推奨)	19091S-571UI
J&W HP-5ms ウルトライナート GC カラム、20 m、0.18 mm、0.18 μm、7 インチケージ、1 個 (2 個必要) (従来の水素キャリアガスメソッドに推奨)	19091S-577UI
<b>GC 消耗品</b>	
Agilent ウルトライナート 2 mm ディンプルライナ	5190-2297
金メッキフレキシブルメタルフェラル	G2855-28501
カラー付きセルフタイトカラムナット、GC 注入口用	G3440-81011
カラー付きセルフタイトカラムナット、MS トランスファーライン用	G3440-81013
85:15 ポリイミド/グラファイトフェラル、内径 0.4 mm、10 個	5181-3323
注入口セパタム、高性能グリーン、ノンスティック、11 mm、50 個	5183-4759
ALS シリンジ、ブルーライン、10 μL、ニードル固定型、23/42/コーン、PTFE チップ付きブランジャ	G4513-80220
パージ付き Ultimate ユニオン (PUU) キット、不活性処理済	G3186-80580
パージ付き Ultimate ユニオン (PUU) アセンブリ、不活性	G3186-60581
8890、PSD (ニューマティクス切り替えデバイス) 付き	オプション #310
<b>サンプル容器</b>	
バイアル、スクリュートップ、茶色、ラベル付、不活性処理済 (シラン処理済)、認定、2 mL	5183-2072
キャップ、スクリュウ、青色、認定、PTFE/シリコン/PTFE セパタム	5182-0723
バイアルインサート、250 μL、不活性化ガラス、樹脂足付	5181-8872

品名	部品番号
<b>MSD イオン源部品</b>	
フィラメント、高温用、EI イオン源	G7005-60061
9 mm HydroInert 抽出レンズ* (水素キャリアガスに推奨)	G7078-20909
リベラー - HydroInert	G7078-20902
<b>ガスフィルタ</b>	
ガススクリーンキャリアガスケット、1 ポジション、7890 1/8 インチ用。1 個の 1 ポジション 1/8 インチの接続ユニット、フィルタ：1 個のキャリアガス用 (p/n CP17973)、1 個の 7890 取り付けブラケットを含む	CP17988
ガススクリーンキット、8890 および 8860 GC 用。取り付けブラケット、接続ユニット、キャリアガスフィルタを含む	CP179880
ガススクリーンキャリアガスフィルタ交換カートリッジ	CP17973
Agilent 大型ユニバーサルトラップ (水素キャリアガスに推奨)	RMSH-2-SS
キャリアガス用 Agilent ガススクリーンフィルタキット	CP17976
<b>水素キャリアガスに切り替えるための HydroInert イオン源</b>	
7000 TQ 用 HydroInert イオン源アセンブリ一式	G7006-67930
HydroInert GC/TQ アップグレード	5505-0084
ステンレス製取り付けキット	19199S
<b>ソフトウェア</b>	
スタンドアロン農業および環境汚染 MRM データベース	G9250AA
MassHunter GC/MS ソフトウェアアップグレード (MassHunter Acquisition、MassHunter 定性および定量分析を含む)	G6845AA
MassHunter GC/MS データ解析ソフトウェア	G6849AA

## Agilent CrossLab : 「見えない価値」を「目に見える成果」へ

機器という枠を越えて、サービス、消耗品、ラボ全体のリソース管理から構成される CrossLab は、ラボの効率の向上、運用の最適化、機器の稼働時間の延長、ユーザースキルの開発などを支援します。

Agilent CrossLab の詳細と、見えない価値から優れた成果を生み出す例については、ホームページをご覧ください。

お客様のアプリケーションに対応するアジレント推奨カラムと消耗品のガイドブックの一覧をこちらからご覧いただけます。

[www.agilent.com/chem/ordering-guides](http://www.agilent.com/chem/ordering-guides)

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ー

**0120-477-111**

[email\\_japan@agilent.com](mailto: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。

DE17956593

アジレント・テクノロジー株式会社  
© Agilent Technologies, Inc. 2024  
Printed in Japan, January 8, 2024  
5994-7039JAJP