

超高感度イオン源を用いたより高速で より多くの農薬の同定

Agilent 農薬 DRS スクリーニング GC/MSD アナライザ

アプリケーションノート

食品試験・農業

著者

Melissa Churley and Bruce Quimby
Agilent Technologies, Inc.

Agilent 農薬 DRS (Deconvolution Reporting Software) スクリーニング GC/MSD アナライザは、Agilent 7890 GC と Agilent 5977B GC/MSD をベースに構成されており、多数の農薬と内分泌かく乱物質を 1 回の分析で高速にスクリーニングおよび定量することができます。デコンボリューションレポート作成ソフトウェアと、農薬および内分泌かく乱物質のリテンションタイムロックデータベースにより、レポート作成を迅速に行うことができ、より多くのターゲット化合物をスクリーニングできます。5977B GC/MSD と超高感度イオン源 (HES) を用いる構成では、より多くの農薬を同定でき、分析時間も短縮されます。



Agilent Technologies

超高感度イオン源を用いて より多くの農薬を同定

環境サンプルや食品サンプルの残留物のルーチン分析では、高速なレポート作成時間とともに、信頼性の高い同定と優れた検出下限が要求されます。GC/MSD 農薬アナライザは、NIST AMDIS プログラムを使用するデコンボリューションレポート作成ソフトウェア (DRS) で、これらの各ニーズに対応します [1]。農薬および内分泌かく乱物質データベース [2] により、レポート作成を迅速に行うことができ、より多くのターゲット化合物をスクリーニングできます。また、独自のキャピラリー・フロー・テクノロジーのカラムバックフラッシュにより、サイクル時間を短縮し、ケミカルバックグラウンドを低減し、稼働時間を最適化します。

超高感度イオン源を搭載した 5977B GC/MSD は、イオン源で生成されて四重極アナライザへ送られるイオン数を増やすことで、スクリーニング性能を向上させることができます。イオン数が多いほどシグナルが強くなるため、感度が向上します。この応答における増加の結果、スクリーニングプロセス中に検出されるターゲット数が増加し、ライブラリー一致スコアが向上します。フルスキャンモードを用いて、食品サンプルにおいて 10 ng/g の検出レベルで明瞭に同定することができます。

10 および 100 ng/g の濃度の 200 種類以上の農薬をスパイクしたトマト抽出物の DRS 分析を行いました。これは、各農薬をそれぞれ 10 および 100 pg 注入することに相当します。10 ng/g レベルでは、超高感度イオン源により 38 種類のターゲット化合物が同定されたのに対し、エクストラクタイオン源により同定されたターゲット化合物はありませんでした。100 ng/g レベルでは、約 2 倍のターゲットが同定されました (表 1)。図 1 は、フルシトラゾールを検出した AMDIS の解析結果例です。TIC および m/z 233 の抽出イオンクロマトグラムを上段に示し、以下に未処理 (デコンボリューション前) のスペクトル、デコンボリューション後の抽出スペクトル、ライブラリーの登録スペクトルとその一致スコアを示しています。

結論

Agilent 農薬 DRS スクリーニング GC/MSD アナライザで、超高感度イオン源を搭載した Agilent 5977B GC/MSD では、農薬をより高速かつ正確にスクリーニングできます。デコンボリューションソフトウェアと組み合わせれば、フルスキャンモードで、食品中の濃度 10 ng/g の多くのターゲットを明瞭に同定することができます。

表 1. 10 および 100 ng/g でスパイクしたトマトで、エクストラクタイオン源と超高感度イオン源 (MMF = 80) により同定された AMDIS ターゲット数。農薬注入量はそれぞれ 10 および 100 pg でした。10 ng/g レベルでは、超高感度イオン源により 38 種類のターゲット化合物が同定されたのに対し、エクストラクタイオン源により同定されたターゲット化合物はありませんでした。100 ng/g レベルでは、約 2 倍のターゲットが同定されました (表 1)。NIST でヒットしたターゲットに対して、1 番目、2 番目および 3 番目以降の NIST ヒットの内訳 (分布) を示しています。トマトに農薬をスパイクせずに測定を行い、AMDIS マッチスコア 80 以上および NIST ヒットの 3 番目以内に同定されたターゲットも示しています。各イオン源のチューニング条件をカッコ内に示しています。

	エクストラクタイオン源 (atune)		超高感度イオン源 (HES オートチューン)	
	10 ng/g	100 ng/g	10 ng/g	100 ng/g
AMDIS スコア 80 以上の ターゲット数	0	91	38	164
NIST ヒット数の分布				
1 番目にヒット	0	63	26	144
2 番目にヒット	0	12	7	14
3 番目以上のヒット	0	16	5	6
スパイクなし、 3 番目以内にヒット	2*	4**	2*	8***

- * ジエチルフタレートおよびベンゾフェノン
- ** ベンジルアミド、ベンゾフェノン、キントゼン代謝物 (ペンタクロロフェニルメチルスルフィド)、インドキサカルブ、ジオキサカルブ分解物 [フェノール, 2-(1,3-ジオキサラン-2-イル)]
- *** ジエチルフタレート、ベンゾフェノン、ホノホス、フェノール、フタル酸、フタル酸ジ(オクタ-3-イル) エステル、フタルイミド、キントゼン代謝物 (ペンタクロロフェニルメチルスルフィド)、インドキサカルブ、ジオキサカルブ分解物 [フェノール, 2-(1,3-ジオキサラン-2-イル)]

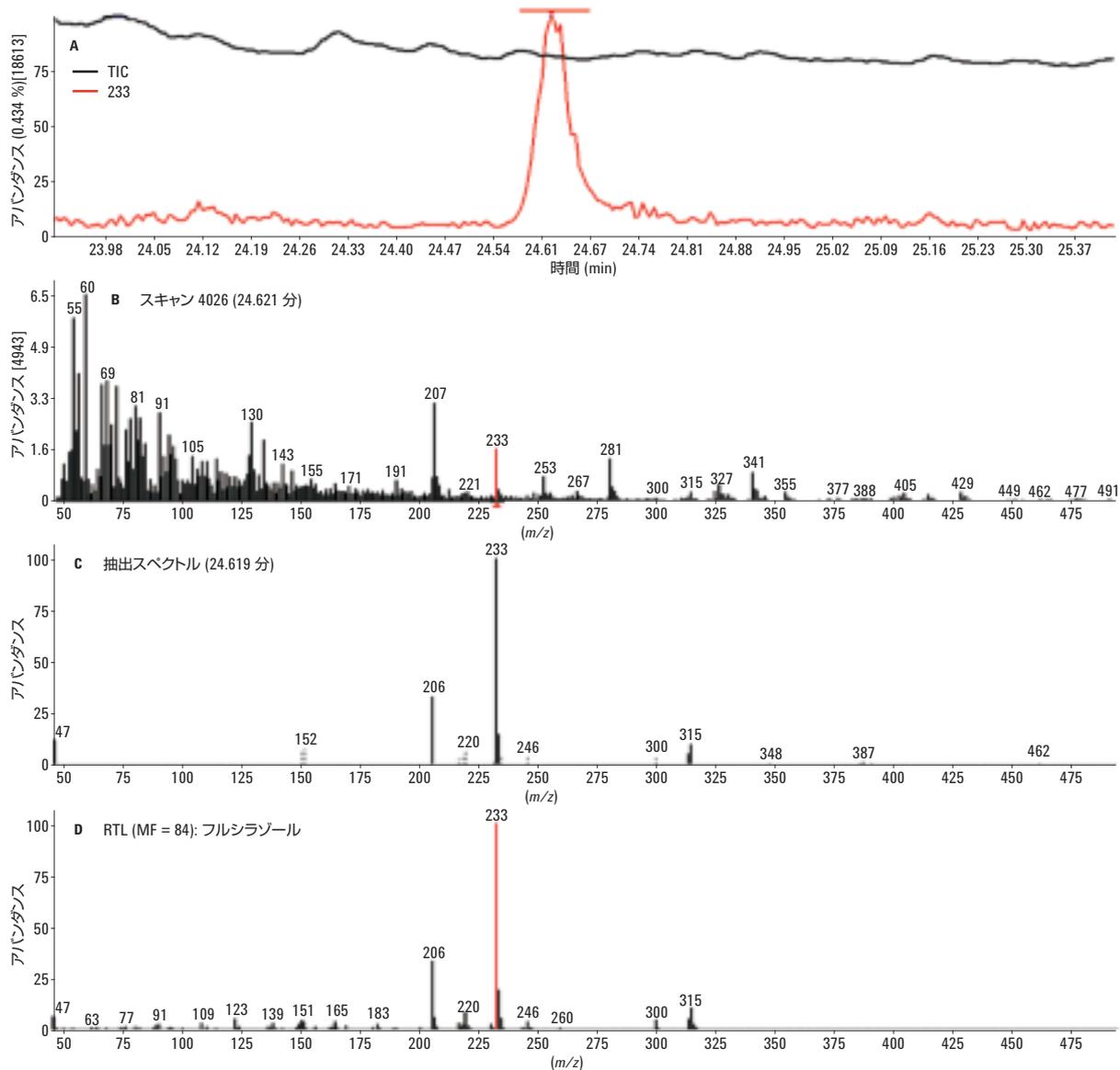


図 1. AMDIS によるトマト中の 10 pg のフルシラゾールの分析。A) 抽出イオン m/z 233 (赤) および TIC (黒) の重ね表示。B) 未処理スペクトル。C) 成分の抽出スペクトル。D) ライブラリスペクトル、AMDIS マッチファクター = 84。NIST リバース一致スコアは 73。

謝辞

Nathan Contino 氏に感謝いたします。

参考文献

1. Anon. NIST Standard Reference Database 1A, NIST/EPA/NIH Mass Spectral Library (NIST 14) and NIST Mass Spectral Search Program (Version 2.2), User's Guide. National Institute of Standards and Technology, U.S. Department of Commerce, Gaithersburg, MD, USA.
<http://www.nist.gov/srd/upload/NIST1aVer22Man.pdf>
2. Wylie, P. L. *Screening for 926 Pesticides and Endocrine Disruptors by GC/MS with Deconvolution Reporting Software and a New Pesticide Library*, Application note, Agilent Technologies, Inc. Publication number 5989-5076EN, **2006**.

詳細情報

本書に記載されたデータは典型的な結果です。

アジレントの製品とサービスの詳細については、アジレントのウェブサイト (www.agilent.com/chem/jp) をご覧ください。

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

本資料に記載の情報、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。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2015

Printed in Japan

October 19, 2015

5991-6355JAJP



Agilent Technologies