

Agilent GC Intuvo 9000 と 7010B トリプル四重極 質量分析計と組み合わせた、Agilent IDP-10 ドライ スクロール真空ポンプとオイル粗引きポンプの分析評価 食品中の多成分残留農薬の分析



概要

食品中の多成分残留農薬の分析について、Agilent IDP-10 ドライスクロールポンプと従来のオイル粗引きポンプの分析性能を比較評価しました。この研究には、Agilent Intuvo 9000 GC と 7010B トリプル四重極質量分析計 (GC/MS-MS) を組み合わせて使用しました。評価対象パラメータには、真空数値とチューニングレポートが含まれます。

この分析では、レモンマトリックス中の 30 種類の農薬を対象に、2 種類の構成を用いて生成されるクロマトグラム、検量線、再現性、S/N 比を検討しました。

著者

Alice Borin

Application Specialist - dtoLABs

Michele Pozzebon

Lab Manager - dtoLABs

はじめに

IDP-10 ポンプはロータリーポンプと比べて、コンパクトで環境に優しく、ノイズレベルが低いことがわかっています。IDP-10 ドライスクロールポンプは、メンテナンスが容易なオイルフリー真空ポンプです。インバーター駆動のモーターによって、世界各国の周波数および入力電圧で同一の真空性能を可能にしています。モーターおよびすべてのベアリングを真空パスから隔離したハーメチックデザインにより、軸受け寿命が延び、クリーンでドライな真空を提供します。オプションの一体型吸入口保護バルブはポンプフレームに内蔵されているので、ポンプの高さが増すことはありません。

2 つのステップで、ポンプのデータ取得性能を比較しました。最初のデータセットはオイル粗引きポンプを、2 番目のデータセットは IDP-10 ドライスクロール真空ポンプを用いて取得しました。各ステップの前にチューニングを実行しました。

分析方法

材料

Intuvo 9000 GC と 7010B トリプル四重極 MS システム

注入口: スプリット/スプリットレス

注入モード、注入量: パルスドスプリットレス、1 μL

化合物: アクリナトリン、ピフェントリン、プロモプロピレート、クロルフェンビンホス、クロロタロニル、クロルプロファミン、クロルピリフォス、クロルピリフォスメチル、クマホス、Lambda シハロトリン、デルタメトリン、エンドスルファン I、エンドスルファン II、硫酸エンドスルファン、フェンバレーレート I、フェンバレーレート II、フィプロニル、フルキンコナゾール、フルバリネート I、フルバリネート II、フォルペット、インドキサカルブ、イプロジオン、クレソキシムメチル、マイクロブタニル、ペンコナゾール、ペンジメタリン、プロシミドン、キノキシフェン、cis-テフルトリン、テトラコナゾール、テトラメトリン I、トルクロホスメチル、トリフロキシストロピン

内部標準物質: アセナフテン-d10、クリセン-d12、ペリレン-d12、フェナントレン-d10

マトリックス: レモン

結果と考察

チューニングと真空

MS 検出器はチューニングして、正しく m/z 調整する必要があります。この研究では、PFTBA (パーフルオロトリブチルアミン) をバルブでイオン源に導入してチューニングしました。この化合物によって特徴的なスペクトルが形成され、これらのイオンの一部を使用して MS が設定されます。表 1 に、オイル粗引きポンプとアジレントの IDP-10 スクロールポンプを使った GC/MS-MS 設定のチューニングレポートを示します。両システムでの真空数値は類似しており、水 (<20%)、空気 (酸素 <2.5% および窒素 <10%) も推奨範囲内です。いずれのシステムも、システム検証に合格しています。

表 1. 両方の構成のチューニング値の比較

パラメータ	オイル粗引きポンプ	IDP-10 スクロールポンプ
低真空、mTorr	1.29E+02	1.28E+02
高真空、Torr	8.32E-05	8.27E-05
ターボ速度、%	100	100
ターボ出力、W	20.2	28.8
EMV、V	901	912
水、% (<20%)	0.11	0.12
酸素、% (<2.5%)	0.18	0.16
窒素、% (10%)	0.67	0.61

マトリックス前処理 (レモン)

ホモジナイズしたレモンサンプルの重量は 10 g (± 0.1 gr) (農薬を除く)

事前に 4°C で冷却した、600 μL の 5mM NaOH と、アセトニトリル 10 mL を添加後、ボルテックスミキサーで 20 分間攪拌。

セラミックホモジナイザ (cod.5982-9313) と QuEChERS 塩 EN メソッド (cod.5982-5650) を添加し、ボルテックスで 1 分間攪拌後に遠心分離

6 mL の上澄みを分散 SPE EN メソッド (一般的な果物および野菜、cod.5982-5056) に添加し、ボルテックスミキサーで 1 分間攪拌後に遠心分離

1 mL の上澄みをバイアルに添加し、GC/MS-MS で分析

マトリックスのキャリブレーションと再現性

両タイプの構成を用いてキャリブレーションを実施しました。各キャリブレーションは、0.2, 0.5, 1, 2, 5, 10, 20, 50 $\mu\text{g/L}$ (レモンマトリックス中) で示されています。図 1 に、マトリックス標準 (20 $\mu\text{g/L}$) の TIC クロマトグラムと MRM トランジションを示します。

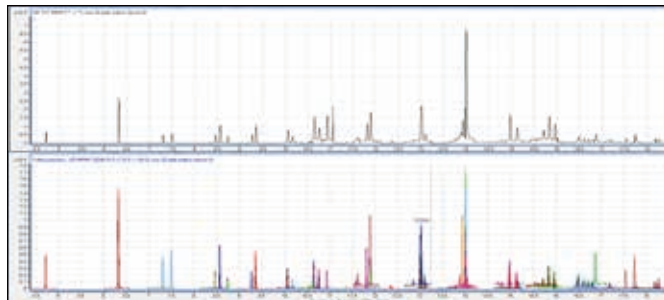


図 1. TIC クロマトグラムとダイナミック MRM トランジション (20 $\mu\text{g/L}$ のマトリックス標準)

1 $\mu\text{g/L}$ のマトリックス標準の 10 回繰り返し分析を実施し、日内再現性 (RSD%) を計算しました。表 2 は、面積カウントの平均 (1 $\mu\text{g/L}$ で 10 回繰り返し分析)、絶対面積に基づく RSD% (10 回繰り返し分析の標準偏差と平均の間の割合、全体を 100) と、キャリブレーション相関係数 (R2) をまとめたものです。R2 については、すべての化合物であまり違いはありませんでしたが、%RSD についてはほとんどの化合物で大きな差異が見られ、IDP-10 スクロールポンプを使用した場合の RSD% は、ロータリーポンプを使用した場合より優れていました。

表 2. 両方の構成を用いて取得した相関係数 (R2)、面積カウントおよび RSD% のまとめ

化合物	オイル粗引きポンプ			IDP-10 スクロールポンプ		
	面積カウント	RSD%	R2	面積カウント	RSD%	R2
クロロプロファミン	32696	7.4	0.994	48989	4.0	0.994
テフルトリン、シス	42255	4.5	0.997	58587	3.2	0.999
クロロタニコル	11714	5.5	0.994	13732	5.6	0.995
クロロピリホスメチル	17268	3.6	0.996	21819	3.7	0.999
トルクロホスメチル	40012	3.7	0.995	51890	2.7	0.999
クロロピリホス	13494	6.0	0.995	17949	3.5	0.998
テトラコナゾール	11779	8.1	0.990	15052	5.8	0.995
ベンジメタリン	9466	10.0	0.994	11202	6.9	0.994
ペンコナゾール	30970	9.2	0.993	40771	6.9	0.995
フィプロニル	6700	13.3	0.996	9487	11.6	0.994
クロルフェンピホス	19371	10.2	0.990	27897	5.9	0.994
プロシミドン	18210	7.7	0.999	25660	5.9	0.998
フォルベット	1514	27.1	0.978	2801	12.9	0.994
エンドスルファン I	2057	7.3	0.999	2573	7.0	0.999
マイクロブタニル	49080	9.4	1.000	53917	6.7	0.999
エンドスルファン II	3710	7.1	0.999	5067	6.5	0.999
キノキシフェン	61561	6.8	1.000	73813	5.7	0.999
硫酸エンドスルファン	16348	8.5	1.000	21956	6.3	0.998
イブプロジオン	1714	12.8	0.995	2206	10.2	0.999
テトラメトリン	56949	7.6	1.000	82908	7.7	0.997
プロモプロピレート	29964	8.0	1.000	43623	5.0	0.999
シハロトリン (lambda)	20046	8.1	1.000	26726	5.9	0.999
アクリナトリン	7762	8.2	1.000	10306	7.3	0.999
フルキンコナゾール	24979	8.4	1.000	28364	6.4	0.999
クマホス	11796	6.6	1.000	14196	5.2	0.999
フェンバレレート I	33164	5.7	0.999	38453	5.1	0.999
フルバリネート-タウ I	628	10.5	0.998	1144	8.7	0.998
フルバリネート-タウ II	798	4.9	0.998	1189	10.0	0.998
インドキサカルブ	10334	6.3	1.000	13169	4.0	1.000
デルタメトリン	6943	8.2	0.999	9359	8.4	0.996

S/N 比とピーク形状

RMS (二乗平均平方根) アルゴリズムを使って、各化合物の S/N 比を計算しました。分析対象のほとんどの化合物の S/N 比は大きく異なり、ロータリーポンプより IDP-10 スクロールポンプの方が、性能が優れていました。表 3 に S/N 比を示します。

表 3. 両方の構成を用いて取得した S/N 比

化合物	RT	S/N 比 - オイル粗引きポンプ	S/N 比 - IDP-10 スクロールポンプ
クロルプロファミ	7.303	17.4	16.0
テフルトリン、シス	8.564	400.5	950.9
クロロタロニル	8.735	318.1	326.8
クロルピリホスメチル	9.271	580.1	1087.9
トルクロホスメチル	9.355	334.2	406.2
クロルピリホス	10.059	639.0	724.2
テトラコナゾール	10.159	791.1	1216.4
ベンジメタリン	10.615	315.2	383.5
ペンコナゾール	10.643	829.6	813.4
フィプロニル	10.736	229.6	392.9
クロルフェンビンホス	10.754	48.7	20.4
プロシミドン	10.930	210.8	517.2
フォルベット	10.935	27.5	46.5
エンドスルファン I	11.352	48.6	75.3
マイクロブタニル	11.808	226.2	174.8
エンドスルファン II	12.351	149.0	175.3
キノキシフェン	12.997	547.2	588.9
硫酸エンドスルファン	13.097	423.7	611.9
イプロジオン	13.770	57.6	129.7
テトラメトリン	13.884	24.4	25.4
プロモプロピレート	13.994	593.8	417.6
シハロトリン (lambda)	14.965	125.3	166.3
アクリナトリン	15.118	117.1	26.0
フルキンコナゾール	15.952	337.3	331.4
クマホス	15.955	120.0	92.8
フェンバレレート I	17.530	36.9	25.9
フルバリネート・タウ I	17.708	24.4	36.3
フルバリネート・タウ II	17.757	26.1	36.2
インドキサカルブ	18.178	49.0	37.8
デルタメトリン	18.258	90.3	52.1

図 2 に、両方の構成におけるクロロタロニルのピーク形状を示します。すべての化合物のレスポンスとピーク高は、両方の構成で類似しています。

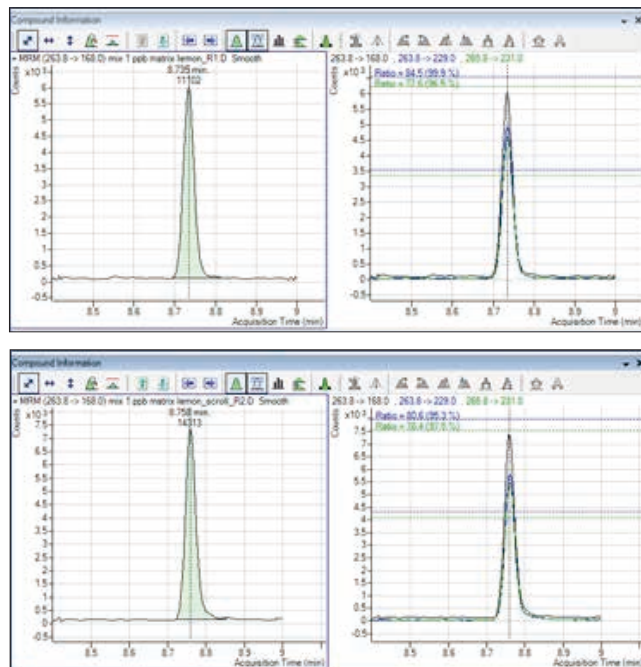


図 2. 1 µg/L での クロロタロニルの MRM トランジション (クオンティファイアが 1 つ、クオリファイアが 2 つ)

結論

Agilent IDP-10 ドライスクロール真空ポンプの分析性能を従来のオイル粗引きポンプと比較評価しました。両方のポンプの真空数値とチューニングパラメータは同等でした。Agilent IDP-10 ドライスクロール真空ポンプを用いた場合、分析性能も同程度でした。

ホームページ

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

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。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2018
Printed in Japan, March 20, 2018
5991-9201JAJP