

乾燥大麻植物中のカリフォルニア州 規制対象農薬の高感度かつ堅牢な検出

著者

Anastasia A. Andrianova and
Jessica L. Westland
Agilent Technologies, Inc.
Wilmington, DE, USA

Melissa Churley
Agilent Technologies, Inc.
Santa Clara, CA, USA

概要

現在、米国の州規制対象となっている大麻中の農薬リストの多くは、LC/MS/MS でのみ分析できます。しかし、カリフォルニア州、フロリダ州、ネバダ州では例外的に GC/MS/MS での分析も要求されています。GC/MS 測定対象化合物数が増え要求される検出限界が低くなるにつれて、GC/MS 分析を必要とする州の数も増加すると考えられます。

大麻中の低濃度の農薬の定量は、Agilent 8890 GC システムおよび 7010B トリプル四重極質量分析装置を、アジレントの標準化された大麻用サンプル前処理手順と組み合わせることで実現できます。Agilent MassHunter 農薬および環境汚染 MRM データベースには、カリフォルニア州のターゲットリストにある農薬の情報が含まれており、リテンションタイムロッキングによるシンプルで高速なシステムセットアップが可能です。同時に、ミッドカラムバックフラッシュにより、カラムの寿命を延ばし、イオン源のクリーニング頻度を低減することができます。

この手法を採用することで、カリフォルニア州の大麻管理局が規制している 43 種類の GC 検査可能な農薬について、規定された定量下限 (LOQ) に適合しました。36 種類の農薬がバイアル中で $LOQ \leq 0.08$ ppb (乾燥大麻物質中 ≤ 10 ppb、100 % の農薬回収率を仮定)、43 種類すべてがバイアル中で $LOQ \leq 0.8$ ppb (乾燥大麻物質中 ≤ 100 ppb) でした。

はじめに

2018 年末までに、米国の 9 つの州とワシントン DC、カナダのすべての州で、嗜好用大麻の使用が合法化されました。こういった大麻合法化のグローバルな動きにより、農業残留物を検出するための大麻分析用テストメソッドの需要が拡大しています。販売を許可された小売業者は、法規制を遵守したテストにより大麻製品を分析することが義務付けられています。米国では大麻の規制は州ごとに異なりますが、カリフォルニア州では現在、嗜好用大麻に含まれるテスト対象農薬のターゲットリストが最も多くなっています。カナダ保健省が命じるカナダのターゲットリストでは概して、米国のどの州よりも低い LOQ 値が要求されています²。大麻中の農業残留物について記載されたカナダの測定手法では、規定されたサンプル前処理手順と最先端の GC および LC トリプル四重極質量分析装置を用いる場合の分析上の課題が示されています³。

大麻中の農業分析を困難にする要因は、カンナビノイドやテルペンといった内在する化学物質の濃度 (重量パーセント) が高いことです。これによって MS/MS での測定すら困難になっています。分析対象成分の後に溶出する高沸点のマトリックスは、次の分析でのキャリアオーバーやゴーストピークを回避するために、焼き出し時間の延長が必要です。最も沸点の高い汚染物質がカラムヘッドに堆積し、頻繁なカラムトリミングや、リテンションタイムのシフトによる MRM リテンションタイムウィンドウの調整が必要になることがあります。アジレントが推奨するサンプル前処理手順に従い、ミッドカラムバックフラッシュとリテンションタイムロッキング (RTL) を使用すれば、州規制の定量下限で農薬の定量を容易に実現できます。

このアプリケーションノートは、カリフォルニア州の大麻管理局が規制している GC 測定可能な農薬のトリプル四重極 GC/MS 分析に焦点を当てています。また、LC/MS 分析でよく問題となるキャブタン、クロロデン、ペンタクロ

ロニトロベンゼンといった農薬について特別に取り上げました。43 種の農薬でカリフォルニア州の LOQ を十分に満たしました。カリフォルニア州で規制されている残りの農薬は、他の資料で報告されているように、LC/MS によって LOC レベルで分析することができます³。

実験方法

アジレントのシステムは、極めて高い感度を達成し、高マトリックスの大麻サンプルでの農業分析における潜在的な問題を最小限に抑えられるように構成しました。次に、これを実現するための最も重要な要素を紹介します。

- **超高感度イオン源 (HES):** 最大 20 倍以上のイオンを生成することにより、超微量レベルのアプリケーションに対応する信頼性の高い微量分析を実現します。
- **ミッドカラムバックフラッシュ:** この機能を使用して、MS データの収集後に、オープンをポストランモードで最終温度に保ち、第 1 カラムからのキャリアガスフローを逆流させます。この逆流によって、データ収集終了時にカラム内に存在する高沸点化合物がカラムヘッドからスプリットベントラインへ運ばれます。この逆流はアジレントのページ付き Ultimate Union (PUU) が提供する機能です。PUU は挿入して用いる部品であり、この場合は 2 つの同一の 15 m カラムの間に挿入されます。分析中、Agilent 8890 GC ニューマティクス切り替えデバイス (PSD) モジュールからの少量のメークアップキャリアガスを接続部に流します。バックフラッシュ中、PSD からのメークアップ流量が大幅に上昇し、第 1 カラムは逆流、第 2 カラムは MS 側に流れることによって高沸点化合物を排出します。この構成の場合、バックフラッシュ時間は 1.3 分でした。

- **パルスドスプリットレス注入:** 注入口から GC カラムへの成分の移送を最大化します。50 psi のパルス圧力で 3 μ L の ACN を注入可能にして、大麻サンプルにおける検出下限 (LOD) を実現します。
- **PSD:** バックフラッシュアプリケーション用に最適化された Agilent 8890 GC ニューマティクスモジュールです。バックフラッシュ中の高圧時、固定リストリクタには数百 mL/min の無駄なガスが流れる可能性があります。PSD では、高圧時もユーザーが定義した設定値 (デフォルトは 3 mL/min) に保持されるため、必要なガス流量を大幅に低減できます。また、PSD がミッドカラムバックフラッシュ構成に存在する場合、パルススプリットレスモードのセットアップを簡便に行えます。これは、カラム 1 とカラム 2 の両方のカラム流量が、それぞれパルス時間中に増加するためです。
- **Agilent MassHunter 農薬および環境汚染 MRM データベース:** 成分ごとに最大 8 個の MRM トランジションを含んでおり、ユーザーは農業分析の取り込みメソッドを容易に構築できます。データベースには、リテンションタイムロッキングメソッドのリテンションタイムが含まれます。
- **ダイナミック MRM モード:** 多成分分析に対応する能力と、自動で高効率のドゥエルタイム設定によって狭いピークを正確に定量する能力を得ることができます。
- **リテンションタイムロッキング:** カラムや機器を新しくする場合も MRM データベースや既存メソッドと一致するリテンションタイムを使用でき、メソッドメンテナンスやシステムセットアップを簡便化できます。

- GC/TQ 用の Agilent MassHunter Optimizer** はプリカーサとプロダクトイオンの選択、コリジョンエネルギーの最適化など、MRM トランジションの自動最適化が可能になります。Optimizer を使用して、カナダのターゲットリストにある農薬、キノプレンの MRM トランジションを最適化しました。

図 1 に、このアプリケーションで使用したシステムの構成を示します。

表 1 と表 2 に、使用した機器の操作パラメータを示します。キノプレンと重水素化内部標準を除くすべての農薬の MRM トランジションは、MassHunter 農薬および環境汚染 MRM データベースのものを使用しました。

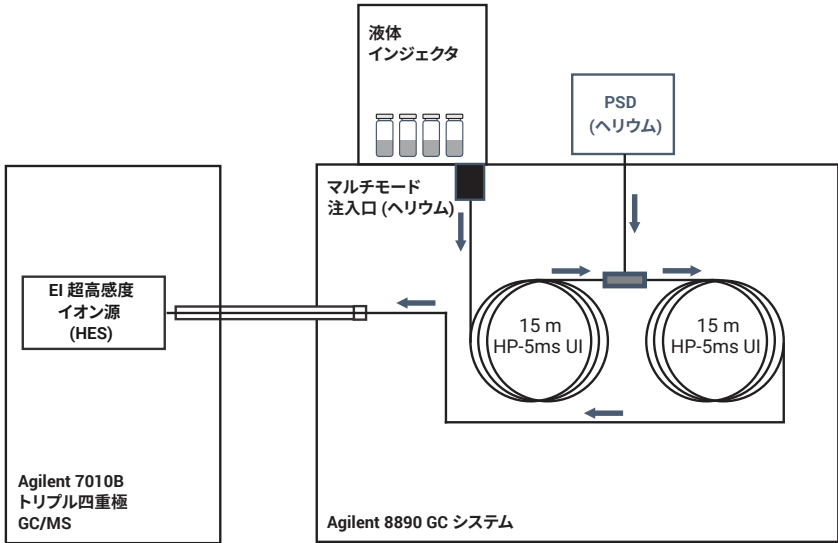


図 1. システム構成

表 1. 農薬分析の GC および MS 条件

Agilent 8890 GC システムと高速オープン、オートインジェクタ、トレイ	
インレット	マルチモード注入口 (MMI)
モード	パルススプリットレス
注入パルス圧力	50 psi、0.7 分間
スプリットベントへのバージ流量	0.7 分で 50 mL/min
セプタムバージ流量モード	切り換え
注入力	3.0 µL
注入の種類	2 層逆転サンドイッチ
L1 エアギャップ	0.2 µL
L2 注入力	0.4 µL
L2 エアギャップ	0.2 µL
注入口温度	280 °C
キャリアガス	ヘリウム
注入口ライナ	Agilent 4 mm シングルテーパー、ガラスウール入り (p/n 5190-2293)
オープン	
初期オープン温度	60 °C
初期オープン保持	1 分
昇温速度 1	40 °C/min
最終温度 1	170 °C
最終オープン保持 1	0 分
昇温速度 2	10 °C/min
最終温度 2	310 °C
最終オープン保持 2	3 分
合計分析時間	20.75 分
ポストラン時間	1.3 分
平衡化時間	0.5 分

カラム 1	HP-5MS UI、15 m × 0.25 mm、0.25 µm (p/n 19091S-431UI)
コントロールモード	コンスタントフロー
流量	1.091 mL/min
注入口接続	MMI
出口接続	PSD (PUU)
ポストラン流量 (バックフラッシュ)	-12.906 mL/min
カラム 2	HP-5MS UI、15 m × 0.25 mm、0.25 µm (p/n 19091S-431UI)
コントロールモード	コンスタントフロー
流量	1.291 mL/min
注入口接続	PSD (PUU)
出口接続	MSD
ポストラン流量 (バックフラッシュ)	13.429 mL/min
MS	
モデル	Agilent 7010B トリプル四重極 GC/MS
イオン源	超高感度イオン源 (HES)
真空ポンプ	パフォーマンススターボ
チューニングファイル	Atunes.eihs.tune.xml
モード	dMRM
溶媒ディレイ	3 分
EM 電圧ゲインモード	10
四重極温度 (MS1 および MS2)	150 °C
イオン源温度	280 °C
トランスファーライン温度	280 °C
He クエンチガス	2.25 mL/min
N ₂ コリジョンガス	1.5 mL/min

表 2. 定量および定性に用いる MRM トランジション

名前	RT (分)	定量イオン	確認イオン 1	確認イオン 2	確認イオン 3
ジクロロボス-d6	4.646	115.0 → 83.0	151.0 → 115.0	193.0 → 99.0	82.9 → 47.0
ジクロロボス	4.673	185.0 → 93.1	144.9 → 109.0	109.0 → 79.0	
メビンボス	5.598	127.0 → 94.9	127.0 → 109.0	109.0 → 78.9	
アセフェート	5.650	94.0 → 47.0	94.0 → 64.0	136.0 → 94.0	
オキサミル	6.297	115.0 → 72.0	98.0 → 69.0	98.0 → 58.0	162.0 → 114.9
プロボスキル	6.833	110.0 → 63.0	110.0 → 64.0	152.0 → 110.0	
エトプロボス	7.019	157.9 → 97.0	157.9 → 114.0	138.9 → 97.0	
ナレド	7.248	145.0 → 109.0	109.0 → 79.0	185.0 → 93.0	
ジメトエート	7.776	125.0 → 47.0	125.0 → 79.0	87.0 → 46.0	
カルボフラン	7.847	164.2 → 149.1	149.1 → 121.1	149.1 → 77.1	
ペンタクロロニトロベンゼン	8.227	248.8 → 213.8	141.9 → 106.9	176.9 → 141.9	
ダイアジノン	8.285	137.1 → 84.0	137.1 → 54.0	199.1 → 93.0	
スピロキサミン	9.084	100.0 → 58.1	101.0 → 59.0	126.0 → 84.0	
パラチオンメチル	9.160	263.0 → 109.0	109.0 → 79.0	125.0 → 79.0	125.0 → 47.0
カルバリル	9.237	144.1 → 116.1	144.1 → 89.0	115.1 → 89.0	
メタラキシル	9.337	234.0 → 146.1	234.0 → 174.1	220.0 → 192.1	
メチオカルブ	9.580	168.0 → 109.1	168.0 → 153.1	153.0 → 109.1	
マラチオン	9.734	126.9 → 99.0	157.8 → 125.0	173.0 → 99.0	
キノプレン	9.740	149.0 → 77.0	149.0 → 91.0	221.0 → 109.2	
クロルピリボス	9.959	313.8 → 257.8	198.9 → 171.0	196.9 → 169.0	
MGK-264	10.441	164.0 → 98.1	164.0 → 80.1	111.0 → 82.0	
フィプロニル	10.648	366.8 → 212.8	254.9 → 228.0	350.8 → 254.8	367.0 → 213.0
キャプタン-d6	10.705	84.0 → 81.0	84.0 → 53.0	112.1 → 84.0	154.0 → 84.1
キャプタン	10.755	149.0 → 70.0	149.0 → 79.1	151.0 → 79.0	151.0 → 80.0
クロルデン-trans	11.045	375.0 → 266.0	271.7 → 236.9	372.8 → 265.8	
バクロブトラゾール	11.099	236.0 → 125.0	236.0 → 167.1	125.1 → 89.0	
クロルデン-cis	11.318	375.0 → 266.0	271.7 → 236.9	372.8 → 265.8	
フルジオキソニル	11.557	248.0 → 127.1	248.0 → 182.0	248.0 → 154.1	
ミクロブタニル	11.711	179.0 → 125.1	179.0 → 90.0	150.0 → 123.0	
クレソキシムメチル	11.829	116.0 → 89.0	116.0 → 63.0	131.0 → 89.0	
クロルフェナビル	12.055	247.0 → 227.0	249.0 → 112.0	328.0 → 247.0	
トリフロキシストロビン	12.920	116.0 → 89.0	116.0 → 63.0	131.0 → 89.0	172.0 → 95.0
プロピコナゾール I	13.108	172.9 → 109.0	172.9 → 145.0	172.9 → 74.0	
プロピコナゾール II	13.247	172.9 → 109.0	172.9 → 145.0	172.9 → 74.0	
テブコナゾール	13.279	250.0 → 125.0	125.0 → 99.0	125.0 → 89.0	
スピロメシフェン	13.711	272.0 → 254.2	272.0 → 209.2	273.0 → 255.1	
ビフェントリン-d5	13.954	181.0 → 165.2	187.1 → 171.1	141.0 → 91.0	170.1 → 119.1
ビフェントリン	13.977	181.0 → 165.2	181.0 → 166.2	166.2 → 165.2	
ベルメトリン	15.719	163.0 → 127.0	182.9 → 155.1	183.1 → 153.1	183.1 → 168.1

ピリダベン	15.761	147.2 -> 117.1	147.2 -> 132.2	147.2 -> 105.1	
クマホス	15.840	361.9 -> 109.0	210.0 -> 154.1	225.9 -> 198.1	225.9 -> 163.1
シフルトリン	16.244	163.0 -> 127.0	162.9 -> 90.9	206.0 -> 150.0	
ボスカリド	16.561	140.0 -> 76.0	140.0 -> 112.0	111.9 -> 76.0	
シベルメトリン	16.563	163.0 -> 127.0	163.0 -> 91.0	181.0 -> 152.1	
エトフェンプロックス	16.770	163.0 -> 107.1	163.0 -> 135.1	135.0 -> 107.0	
アゾキシストロビン-d4	18.426	348.2 -> 333.1	348.2 -> 183.1	348.2 -> 172.0	348.2 -> 156.0
アゾキシストロビン	18.445	344.1 -> 171.9	344.1 -> 182.9	344.1 -> 329.0	
ジメトモルフ	18.433	300.9 -> 165.0	302.9 -> 164.9	386.8 -> 300.9	

マトリックスマッチングキャリブレーション標準液は、無農薬で育てた大麻の花を乾燥させてその抽出物で準備しました。図 2 に、アジレント推奨のサンプル前処理手順を示します。

結果と考察

43 種類の GC 検査可能な農薬がカリフォルニア州規定の LOQ に適合

43 種類の農薬について、カリフォルニア州で規定されている LOQ を適切に満たしました。42 種類の農薬はバイアル中で $LOQ \leq 0.8$ ppb (乾燥大麻植物 ≤ 100 ppb) となり、この 42 種類中 36 種類はバイアル中で $LOQ \leq 0.08$ ppb (乾燥大麻植物 ≤ 10 ppb。ただし、植物中の ppb は ng/g に相当) でした。キャプタン、*cis*- および *trans*-クロルデン、ペンタクロロニトロベンゼン (表 3 で強調表示) は、一般的に LC/MS 分析で問題が発生しますが、このメソッドではそれぞれ規定の LOQ を満たしました。

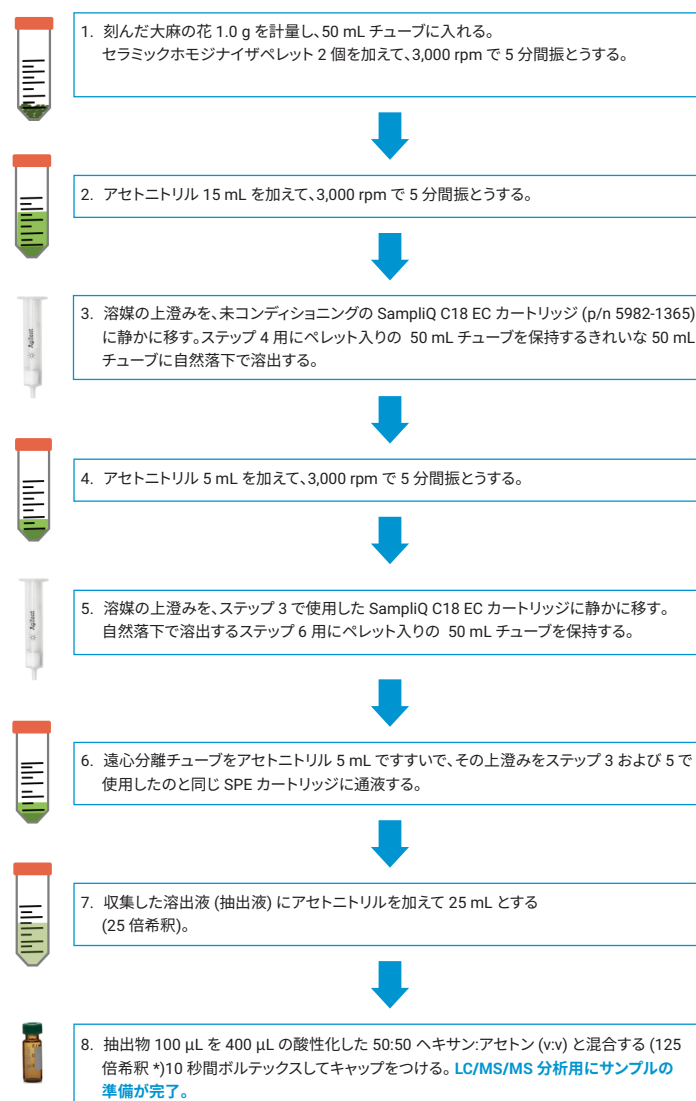


図 2. GC/MS/MS 分析用のサンプル前処理の略図。* 希釈溶媒は 0.1 % 酢酸で酸性化

表 3. カリフォルニア州規定の LOQ に適合する、選択した GC 検査可能な農薬

化合物	RT (分)	カリフォルニア州の検出下限 (ppb、乾燥大麻植物中)	カナダの検出下限 (ppb、乾燥大麻植物中)	LOQ* (8890/7010) (ppb、乾燥大麻植物中)	LOQ (ppb、バイアル中)	キャリブレーション上限 (ppb、バイアル中)	R ²
アセフェート	5.650	100	20	100	0.8	10	0.9978
アゾキシストロビン	18.445	100	20	10	0.08	5	0.9945
ビフェントリン	13.977	3,000	開発中 (100)	100	0.8	50	0.9971
ボスカリド	16.561	100	20	6.25	0.05	5	0.9960
キャプタン	10.755	700	N/A	100	0.8	25	0.9997
カルバリル	9.237	500	50	10	0.08	25	0.9986
カルボフラン	7.847	100	20	10	0.08	5	0.9947
クロルデン- <i>cis</i>	11.318	100	N/A	6.25	0.05	5	0.9996
クロルデン- <i>trans</i>	11.045	100	N/A	6.25	0.05	5	0.9995
クロルフェナビル	12.055	100	開発中 (100)	6.25	0.05	5	0.9948
クロルピリホス	9.959	100	開発中 (10)	6.25	0.05	5	0.9982
クマホス	15.840	100	20	6.25	0.05	5	0.9985
シフルトリン	16.244	2,000	開発中 (3,750)	6.25	0.05	5	0.9976
シベルメトリン	16.563	1,000	開発中 (3,750)	10	0.08	25	0.9981
ダイアジノン	8.285	100	開発中 (10)	6.25	0.05	5	0.9985
ジクロルボス	4.673	100	100	6.25	0.05	5	0.9933
ジメトエート	7.776	100	20	6.25	0.05	5	0.9940
ジメトモルフ	18.433	2,000	N/A	6.25	0.05	25	0.9992
エトプロホス	7.019	100	20	6.25	0.05	5	0.9977
エトフェンブロックス	16.770	100	開発中	10	0.08	5	0.9997
フィプロニル	10.648	100	60	6.25	0.05	5	0.9907
フルジオキシニル	11.557	100	20	6.25	0.05	5	0.9933
キノブレン	9.740	N/A	開発中	100	0.8	25	0.9998
クレソキシムメチル	11.829	100	開発中 (10)	6.25	0.05	5	0.9980
マラチオン	9.734	500	20	6.25	0.05	25	0.9998
メタラキシル	9.337	2,000	20	6.25	0.05	25	0.9997
メチオカルブ	9.580	100	20	6.25	0.05	5	0.9965
メチルパラチオン	9.160	100	開発中	6.25	0.05	5	0.9924
メピンホス	5.598	100	50	6.25	0.05	5	0.9927
MGK-264	10.441	100	開発中	6.25	0.05	5	0.9982
ミクロブタニル	11.711	100	20	100	0.8	10	0.9964
ナレド	7.248	100	開発中	18.75	0.15	5	0.9935
オキサミル	6.297	500	3,000	312.5	2.5	50	0.9995
バクロブトラゾール	11.099	100	20	6.25	0.05	5	0.9932
ベンタクロロニトロベンゼン	8.227	100	N/A	6.25	0.05	5	0.9994
ベルメトリン	15.719	500	開発中 (500)	6.25	0.05	25	0.9993
プロピコナゾール I	13.108	100	開発中 (10)	6.25	0.05	5	0.9920
プロピコナゾール II	13.247	100	開発中 (10)	6.25	0.05	5	0.9937
プロボスキル	6.833	100	20	6.25	0.05	5	0.9955
ピリダベン	15.761	100	50	6.25	0.05	5	0.9992
スピロメシフェン	13.711	100	3000	6.25	0.05	5	0.9953
スピロキサミン	9.084	100	開発中	6.25	0.05	5	0.9987

テブコナゾール	13.279	100	開発中 (10)	6.25	0.05	5	0.9963
トリフロキシストロビン	12.920	100	20	100	0.8	10	0.9968

* 乾燥大麻植物の LOQ は、100 % の農薬回収率を仮定して、決定しました。ジクロロボス、キャプタン、ピフェントリン、アゾキシストロビンについては、内部標準 (ISTD) マトリックス適合キャリブレーションを実行しました。ISTD は、サンドイッチ注入によって追加しました。残りの分析対象農薬については、外部標準 (ESTD) マトリックス適合キャリブレーションを実行しました。キャリブレーション範囲の上限は、各農薬で規定されている LOQ を基に選択しました。

LC/MS では分析困難な農薬を GC/MS で適切に分析

図 3 に、ペンタクロロニトロベンゼン、クロルデン-*trans*、クロルデン-*cis*、キャプタンの LOQ レベルでの GC/MS MRM クロマトグラムを示します。これらの農薬は一般的に LC/MS では分析困難です。ここで説明している GC/MS メソッドを使用することで、これらの農薬においてカリフォルニア州の規定よりも低い LOQ が得られました。

報告された LOQ は、所定の濃度で行った 10 回繰り返し連続注入を基にしたもので、% RSD < 20 を実現しました。マトリックスマッチングキャリブレーション標準溶液を LOQ レベルで 10 回繰り返し連続注入することによって、各農薬について fg オンカラムで機器検出下限 (IDL) を決定しました。図 3 に、この結果を示します。式 1 に従って、IDL を計算しました。10 回の測定の t-検定統計の値は 99 % の信頼区間 (t_0) で 2.821 でした。表 3 に求めた IDL を示します。

IDL = (t_0)(RSD)(オンカラムの標準の量)/100 %

式 1.

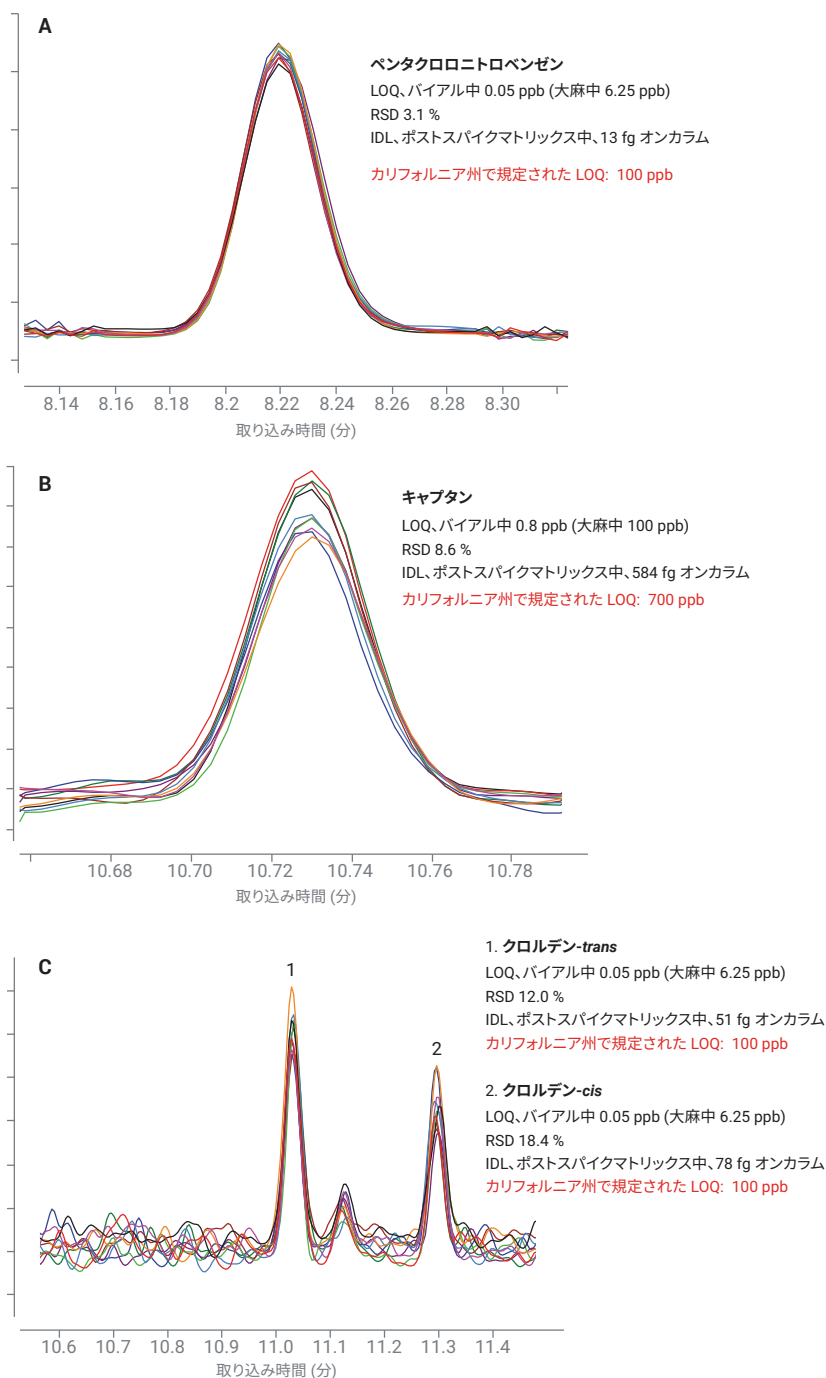


図 3. ペンタクロロニトロベンゼン (キントゼン)、キャプタン、クロルデン-*trans*、クロルデン-*cis* の LOQ レベルでの 10 回連続注入による MRM クロマトグラム

カリフォルニア州規定の LOQ を満たした 43 種類の農薬すべてが、キャリブレーション範囲で良好な直線性を示しました。表 3 にそれぞれの R² 値を、図 4 に選択した検量線を示します。

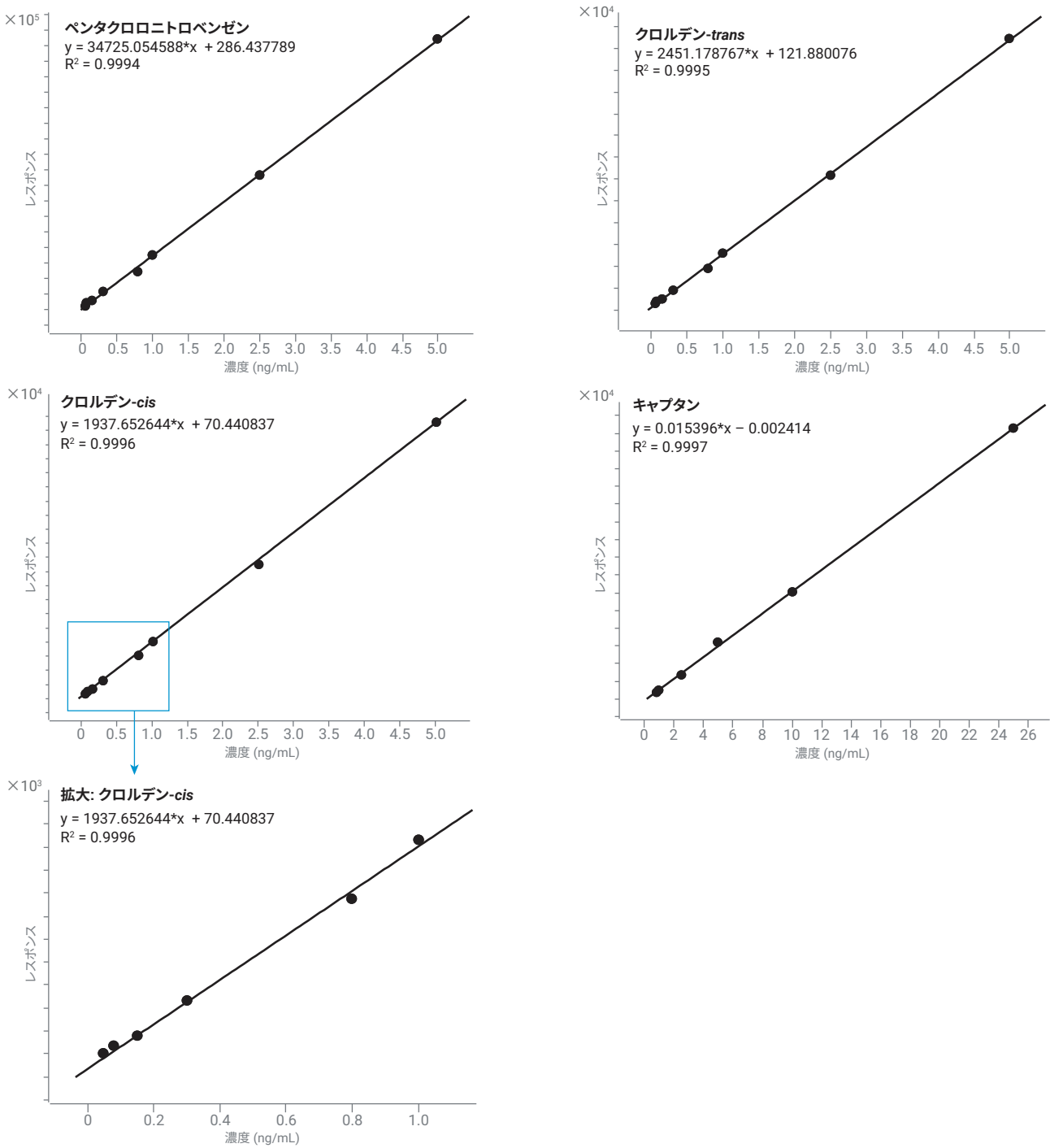


図 4. ペンタクロロニトロベンゼン (キントゼン)、クロルデン-trans、クロルデン-cis、キャプタンの選択した直線性のある検量線

30 種類の GC 検出可能な農薬が、 カナダの現行の規定 LOQ に適合

カナダで規定されている大麻中の農薬の LOQ² の要求値は、一般的に米国の規定よりも低い値です。表 3 に、30 種類の農薬がカナダで規定および提案されている LOQ に適合することを示します。このうち 24 種類の農薬は、カナダで義務付けられている各 LOQ 値がカリフォルニア州の規定よりも低い値です。例えば、メタラキシルの LOQ は 100 分の 1 未満に規定されています。具体的には、カリフォルニア州の 2 ppm に対し、カナダでは 20 ppb です。今回検討した分析メソッドを使用し、Agilent 8890 GC システムと Agilent 7010B トリプル四重極 GC/MS を組み合わせることにより、規定の LOQ を適切に満たすことができました。

キノブレンの定量: カナダで規制されている分析困難な農薬

キャプタン、クロルデン、ペンタクロロニトロベンゼンと同様に、キノブレンは LC/MS での分析が困難であることが知られています。また、キノブレンは GC/MS でも分析困難な化合物の 1 つです。現在、キノブレンはカナダにおいてのみ、生の大麻および植物と大麻油中で規制されています。しかし、USEPA の環境アセスメントではキノブレンは毒性の強い化合物として分類されています⁴。

図 5 は、Agilent 8890 GC システムと Agilent 7010B トリプル四重極 GC/MS を組み合わせて、バイアル中 0.8 ppb (乾燥大麻物質中 100 ppb) の LOQ でキノブレンを定量できたことを示しています。大麻マトリックス中のキノブレンの MRM トランジションは、GC/TQ 用 MassHunter Optimizer を用いて最適化しました。

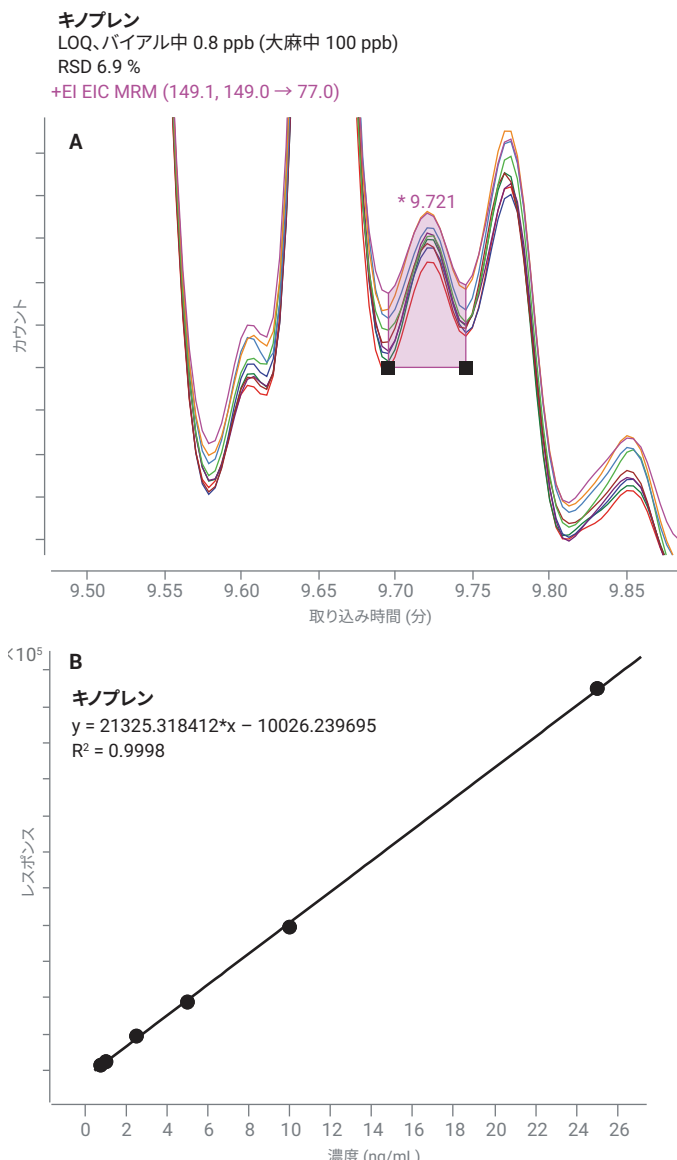


図 5. キノブレンの LOQ での 10 回連続 MRM クロマトグラムの重ね表示と直線性のある検量線

最適化されたサンプル前処理によって優れた LOQ を実現

他の植物や野菜と比べて、大麻はマトリックス成分の量が多く、テルペン、カンナビノイド、フラボノイド、フェノール、脂肪酸は特に高濃度です。大麻マトリックスの複雑さによって、微量濃度の農薬の検出と正確な定量がより困難なものになります。アジレントが推奨するサンプル前処理法は、簡便化と分析時間の短縮を実現するとともに、感度と分析時間を同時に向上できるようなクリーンアップを提供できるように開発されました。

図 2 に示すように、アセトニトリルを用いて大麻植物から農薬を抽出し、Agilent SampliQ C18 EC SPE カートリッジ (p/n 5982-1365) でクリーンアップしました。これは、GC/MS/MS および LC/MS/MS による大麻分析のためのアジレントのマルチプラットフォーム手法に沿った、標準的なサンプル前処理手順です³。その後、GC/MS/MS 分析の前に、得られた大麻抽出物をさらに希釈しました。125 倍希釈以下の高い濃度の植物抽出物の分析は、MS イオン源および EM 検出器のオーバーロードを招くことがあるため、推奨しません (図 6)。

大麻における規定 LOQ が ≥ 100 ppb の場合、より高い倍率での希釈を推奨します。Agilent 8890 GC システムと HES 搭載 Agilent 7010B トリプル四重極 GC/MS を組み合わせることにより、500 倍希釈の大麻抽出物において 70 種類のターゲット農薬の 85 % について、100 ppb の LOQ を達成しました。詳細は他の資料に記載されています^{5,6}。より高い希釈率により、システムへのマトリックス負荷を低減し、メンテナンス頻度を下げることができます (図 6)。

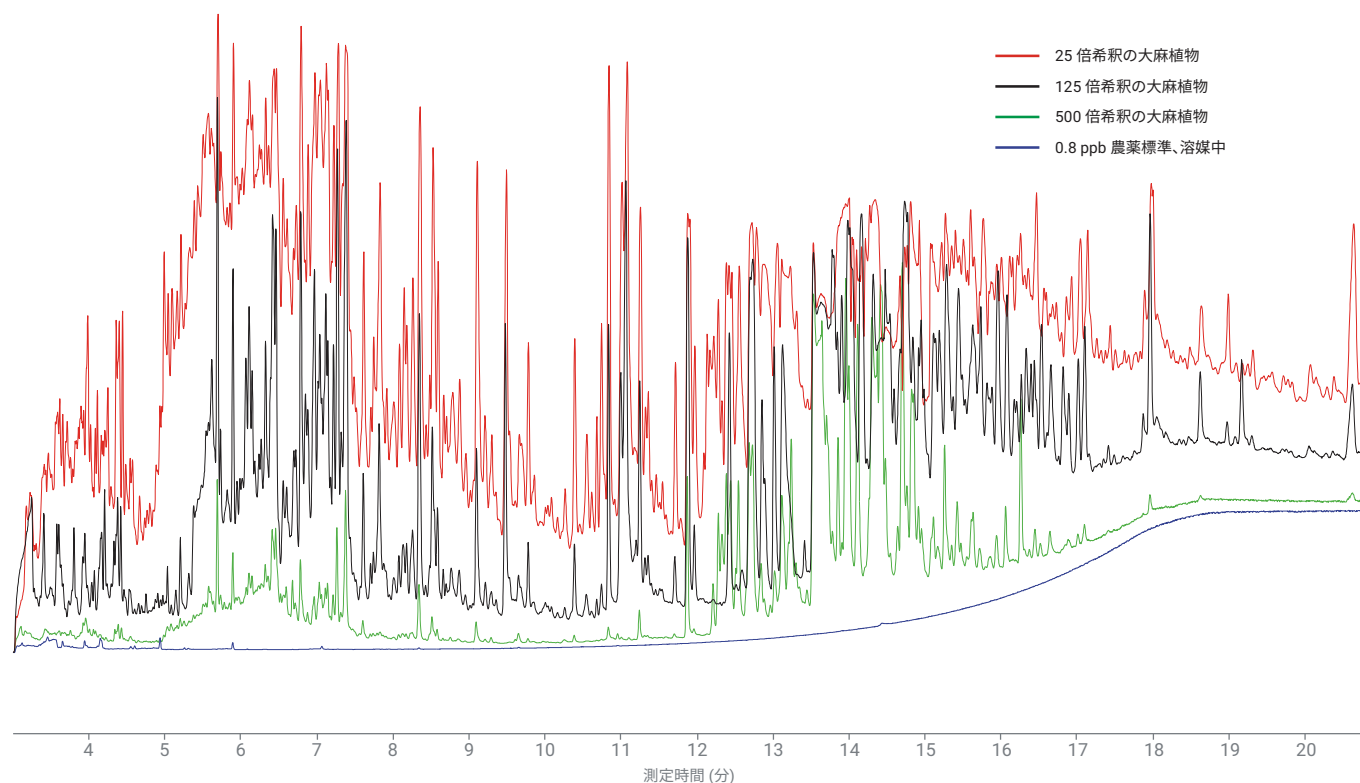


図 6. 同一スケールで表示した、25、125、500 倍希釈した大麻抽出物と 0.8 ppb (バイアル中) の農薬標準の TIC のスキャン

結論

MassHunter 農薬および環境汚染 MRM データベースには、カリフォルニア州のターゲットリストに記載された主要な農薬に対応した MRM トランジションが含まれており、取り込みメソッドの作成を大幅に簡便化することができました。GC/TQ 用 MassHunter Optimizer を使用すると、新しい対象化合物の MRM 条件の検討を容易に行うことができます。バックフラッシュによりシステムのメンテナンスの必要性が低減されるため、ラボの生産性が向上します。Agilent 8890 GC システムの PSD により、カラムバックフラッシュで使用するパルススプリットレス注入モードが簡素化され、ヘリウム流量を大幅に低減できるため、ヘリウムガスの節約と運用コストの削減が可能になります。Agilent 7010B トリプル四重極 GC/MS は複雑な大麻マトリックス中の農薬の分析に優れた感度と選択性を提供します。

大麻管理局によって規制されている 43 種類の GC 検査可能農薬について、カリフォルニア州の LOQ を満たすことができました。125 倍希釈の大麻抽出物の分析時、36 種類の農薬の LOQ がバイアル中 ≤ 0.08 ppb (乾燥大麻植物中 ≤ 10 ppb、100 % の農薬回収率を仮定) で、43 種類の農薬の LOQ がバイアル中 ≤ 0.8 ppb (乾燥大麻植物中 ≤ 100 ppb) でした。

謝辞

今回の調査にご協力くださいました、Bruce Quimby 氏、Ron Honnold 氏、Pete Stone 氏に感謝いたします。

参考文献

1. Bureau of Cannabis Control. California Code of Regulations. Title 16, Division 42. Regular Regulations Text. October **2018**.
2. Pest Control Products Act. Government of Canada (S.C. 2002, c. 28), Current to October 3, **2018**. <http://laws-lois.justice.gc.ca/eng/acts/P-9.01/page-1.html>
3. Roy, J-F.; *et al.* A Sensitive and Robust Workflow to Measure Residual Pesticides and Mycotoxins From the Canadian Target List in Dry Cannabis Flower. *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5994-0429EN, In press, **2018**.
4. United States Environmental Protection Agency. Prevention, Pesticides and Toxic Substances (7508W).
5. Asanuma, L.; *et al.* A novel comprehensive strategy for residual pesticide analysis in cannabis flower. *Agilent Technologies*, publication number 5991-9030, **2018**.
6. Churley, M.; *et al.* A Novel Approach to Sensitive Pesticide Analysis in Cannabis by GC/MS/MS. *Poster #60 NACRW* **2017**.

アジレントの製品および溶液は、大麻の品質管理および安全性試験の目的のために、州/国の法律で許可されているラボでの使用を想定しています。

ホームページ

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。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2019
Printed in Japan, April 16, 2019
5994-0568JAJP