

食品安全検査の拡張

Agilent 6546 LC/Q-TOF と MassHunter Quantitative Analysis
ソフトウェア 10.0 の LC/Q-TOF Screener ツールによる
農薬スクリーニング手法

著者

Karen E. Yannell and Kai Chen
Agilent Technologies, Inc.
Santa Clara, CA

概要

このアプリケーションノートでは、幅広い複雑な食品マトリックス中の数百の農薬をスクリーニングする手法について説明します。スクリーニングは、Agilent 6546 Q-TOF LC/MS システムと Agilent MassHunter Quantitative Analysis ソフトウェアの LC/Q-TOF Screener ツールを用いて実行しました。このワークフローソリューションにより、ターゲット化合物の定量とサスペクト化合物のスクリーニングを確実に実行でき、優れた再現性、質量精度、および直線性を達成しています。ターゲット化合物の定量とサスペクト化合物のスクリーニングのワークフローを組み合わせることにより、データ解析の複雑さとデータ確認の負担を低減できます。

はじめに

農業試験ラボでは、多量の成分リストを高い信頼性とスループットで分析する必要があります。従来は、ターゲット取り込み手法でトリプル四重極質量分析装置を使用してリストのターゲット化合物を定量していますが、そのリストの範囲は通常地域の政府計画によって策定されており、多くの場合、年 1 回の頻度で作成されています。一般的に、定量分析では、各成分に対して分析グレードの標準試料を用いた定期的なキャリブレーションを実行する必要があります。しかし、政府計画により、モニタリング対象の農業の数が大幅に増大しています。このため、標準試料の調達と前処理 (通常、複数のマトリックス中で) に関連するコストが制約要因になることがあります。

定期的な定量に用いるターゲット化合物のリストに含まれない化合物を含む試験能力を効率的に拡張できる、代替となるコスト効率の高い手法に対する要求がますます高まっています。多くの場合、化合物はサンプル中に十分に含まれているため、初回のスクリーニング時の定量はコスト効率が高く、1 回の注入で最終的な結果を得ることが可能です。アジレントでは、これらの化合物のことを優先ターゲットと呼んでいます。ただし、それ以外の化合物では、事前にすべての検量線を作成するのではなく、サンプル中で検出された成分に応じてスクリーニング後に定量を実行するのが現実的です。アジレントでは、この方法で処理する化合物のことをサスペクト化合物と呼んでいます。このような化合物の場合、サスペクト化合物のスクリーニング手法により、ラボでの定期的なキャリブレーションの負担が減るため、生産性の向上が可能になります。ただし、次の 2 つの状況によります。

- 1 つ目は、このサスペクト化合物が定義したレベルで存在する場合に、高い信頼性で検出できることです。

- 2 つ目は、フォローアップの定量または確認ステップ時に、後に除去される不正確な結果が多く含まれていないことです。上記を満たせないケースでは、生産性の優位点が失われてしまいます。

これらの条件を満たすために、高分解能四重極飛行時間型 (Q-TOF) 質量分析計は、トリプル四重極システムの代替となる魅力的なシステムです。これは、Q-TOF プラットフォームが分子イオンとフラグメントの両方に対して精密質量と同位体パターンを測定する能力を備えており、高い信頼性の化合物同定が実行できるためです。また、Q-TOF システムは高速でデータを収集でき、分子イオンとフラグメントの両方のデータを収集できると同時に、1 つのクロマトグラフィーで得られたピークに対して十分なデータポイントを確認できます。これは、同時定量される優先ターゲットだけではなくサスペクト化合物に対しても重要です。クロマトグラフィーで得られたピークが正確に生成できている場合、同定がより簡単になります。

近年の画期的な技術で、感度、選択性、およびダイナミックレンジが向上したことにより、Q-TOF システムの定量適合性が大幅に改良されました。Q-TOF は、膨大な農業リストに対する優先ターゲットの定量とサスペクト化合物のスクリーニングを同時に実行することに関心があるラボにとっては、目的に適したプラットフォームに成長しつつあります。

この手法でハイスループットおよび広範囲の Q-TOF スクリーニングを達成するには、シンプルで使いやすいデータ解析ワークフローが重要になります。農業試験ラボでは、定量結果が得られている優先ターゲットについてと同様にサスペクト化合物についても、情報が豊富な Q-TOF データを効率的に有意義なレポートに変換できるワークフローが求められています。

後者については、ソフトウェアが、関連する地域政府のガイドライン、例えば、SANTE/11813/2017¹ で要求されるデータ品質パラメータをレポートしていることが重要になります。また、このようなツールでは、メソッド開発とバリデーションに柔軟に対応することも必要です。これは、指定された食品マトリックスにおいてどのフラグメントイオンが最適な確認イオンであるかを実験して確認することが必要になることが多いからです。

このアプリケーションノートでは、6546 LC/Q-TOF MS および Agilent MassHunter Quantitative Analysis ソフトウェアの LC/Q-TOF Screener について紹介します。これは、データ取り込みとデータ解析の両方の観点から、優先ターゲットの定量とサスペクト化合物のスクリーニングを同時に実行するための効率的なワークフローです。メソッドを迅速に開発するために、アジレントの農業精密質量スペクトルライブラリを使用しました。

以下に示すのは、主な調査を立証する内容です。一般的に検出される農業に対するターゲット化合物の定量の範囲を設定するために、大規模な農業セットを 4 つの代表的な食品の抽出物にスパイクしました。一般的には検出されにくい農業については、SANTE/11813/2017 ガイドラインの同定基準に基づいて、サスペクト化合物として取り扱いました。6546 LC/Q-TOF の向上した低質量分解能 (m/z 118 に対して 30,000 以上)、幅広いスペクトルダイナミックレンジ (5 桁に及ぶ)、優れた同位体パターン忠実度により、生成された結果の信頼性は高く、優れた定量直線性を達成できました。ハードウェアの進歩と MassHunter Quantitative Analysis ソフトウェア 10.0 で実行可能なスクリーニングワークフローを用いることにより、優先ターゲットの定量およびサスペクト化合物のスクリーニングの両方の結果を、1 回の注入で、高い信頼性で得られるようになりました。

実験方法

サンプル前処理、データ取り込み、および分析メソッドの設定

紅茶、ブロッコリ、アボカド、およびイチゴという4つの異なる食品マトリックスを、QuEChERS (EN) プロトコルを用いて前処理しました。図1は、イチゴに関するプロトコルの例を示しています。10 g のホモジナイズした食品果実/野菜サンプルおよび2 g の乾燥紅茶を計量して50 mL のコニカルチューブに入れ、Agilent QuEChERS 抽出キット (p/n 5982-5650CH) により、バッファあり EN 15662 メソッドに従って抽出しました。紅茶サンプルは、抽出の前2時間にわたり8 mL 超純水で吸水しました。次に、未処理の抽出物に対応する分散 SPE キットでクリーンアップしました。アボカドでは Bond Elut EMR—Lipid (p/n 5982-1010)、紅茶では色素の多い果実と野菜向けの dSPE キット (p/n 5982-5356)、ブロッコリでは色素のある果実と野菜向けのキット (p/n 5982-5256)、イチゴでは一般的な果実と野菜向けのキット (p/n 5982-5056) を使用しました。一部のマトリックスでは、有機または非有機の食品サンプルも前処理しました。

農薬標準混合物は、Agilent LC/MS 農薬複合テストミックス製品 (p/n 5190-0551) を用いました。この農薬混合物には、250 個を超える農薬が含まれています。これらのうち195 個を優先ターゲットであると見なしました。この理由は、標準混合物中の特定の成分がポジティブモードでイオン化しなかったため、主要な分子イオンの MS/MS スペクトルが PCDL に存在しなかったためです。この混合物を5 種類の異なるレベルで20 倍原液としました (100、200、400、1,000、および2,000 ng/mL)。次に、これらを各抽出マトリックスに対して20 倍に希釈し、5、10、20、50、および100 ppb レベルでキャリブレーションとしました。抽出時の紅茶の希釈を評価するために、

これらのキャリブレーション原液をマトリックスに対してさらに5 倍に希釈しました。キャリブレーションの他に、12 個の異なる化合物の別の原液を前処理し、10 および100 ppb で添加サンプルとしてマトリックスにスパイクしました。これらの化合物のうち、8 個が優先ターゲットリストの一部であり、4 個がサスペクト化合物でした。後に、サスペクト化合物の Screener ソフトウェアを用いてすべてを個別に評価しまし

た。未知のイチゴサンプルは、デラウェア州およびカリフォルニア州地域の複数の市場で収集しました。これら16 個のサンプルを未知化合物として処理および分析し、存在する農薬を同定し、優先ターゲットを定量しました。サンプルは、注入するまで7 °C のシラン処理済み HPLC バイアルに保管しました。

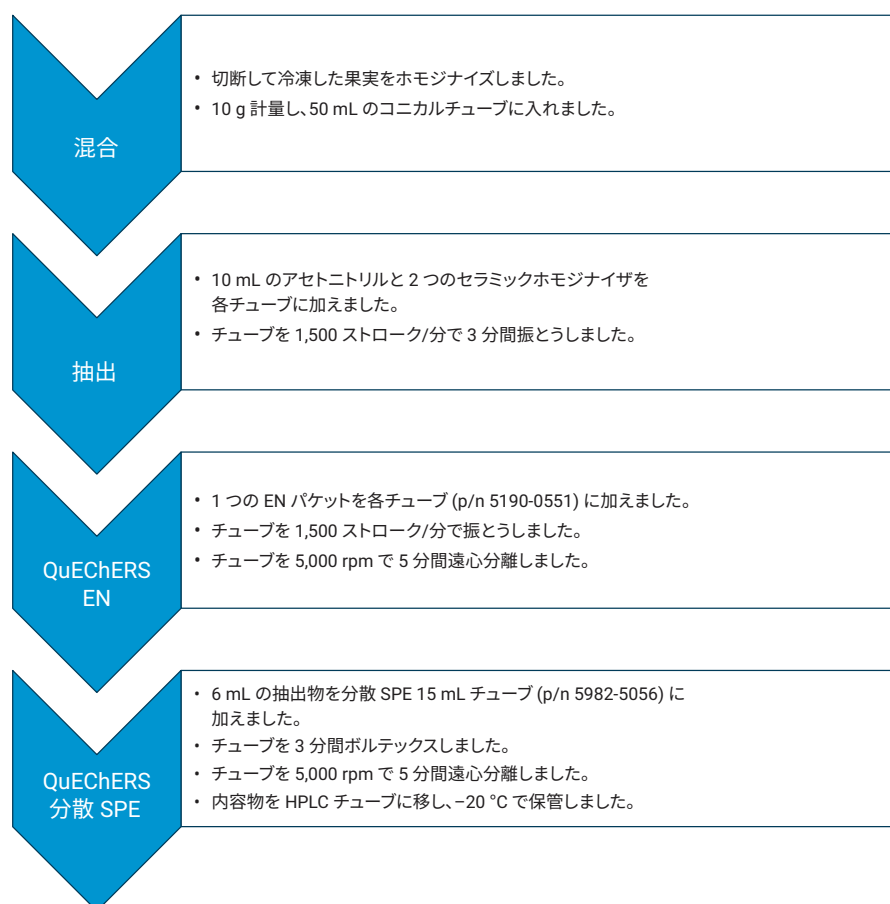


図1. イチゴ果実に対する食品サンプル前処理プロトコルの例

Agilent 1290 Infinity II Prime LC を 6546 LC/Q-TOF と接続しました。表 1 はクロマトグラフィーの詳細、表 2 は Q-TOF パラメータを示しています²。All Ions MS/MS データでは、MS スペクトルを取り込んだのちにコリジョンエネルギーが印加されたスペクトルを取り込みました。この分子イオンとフラグメンテーションデータのノンターゲット取り込みは、Q-TOF に特徴的な有用な機能です。これは、取り込みメソッドを変更しなくても、より多くの化合物情報をデータに追加できるためです。これにより、食品ラボでのデータ解析の柔軟性が向上するため、トリプル四重極スクリーニングに対する Q-TOF スクリーニングの別の重要な利点になります。

分析時には、リファレンスイオンとしてプリンと HP-921 (ヘキサキス (1H, 1H, 3H-テトラフルオロプロポキシ) ホスファジン)) を用いました。システムを初期キャリブレーションした後、Q-TOF では 10 日間のデータ取り込み全体を通して、メンテナンスおよび再キャリブレーションは必要ありませんでした。ワークリストは、マトリックスブランク、キャリブレーションサンプル、および添加サンプルの順に構成しました。追加の未知化合物サンプルを処理する場合は、最後に取り込みました。キャリブレーションサンプルは 3 回、添加化合物と未知化合物サンプルに対しては 2 回の注入を実行しました。

データ取り込み後、各サンプルを SureMass データフォーマットに変換しました。SureMass データ変換では、ノイズ統計とシグナル連続性のみを用いて、プロファイルスペクトルの形状を収集期間全体で検索します。サンプルケミストリに関する知識は必要ありません。SureMass フォーマットのデータ解析では、質量精度を損なうことなく処理を高速化できます。SureMass 変換は、MassHunter Acquisition ソフトウェア 10.0 で有効化しておくことで、各データファイルの取り込み後、自動的に実行されます。データ変換は、MassHunter Quantitative Analysis ソフトウェア 10.0 を用いてバッチ分析の前にも実行できます。

表 1. 1290 Infinity II LC の クロマトグラフィー条件

パラメータ	1290 Infinity II LC システム																		
分析カラム	Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18、3.0 × 150 mm、1.8 µm (p/n 959759-302)																		
ガードカラム	ZORBAX Eclipse Plus C18、2.1 mm、1.8 µm、UHPLC ガードカラム (p/n 821725-901)																		
カラム温度	45 °C																		
注入量	2 µL																		
オートサンブラ温度	7 °C																		
ニードル洗浄	標準 (50:50 メタノール:イソプロパノール) で 10 秒																		
移動相 A	水 + 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																		
移動相 B	メタノール + 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																		
流量	0.45 mL/min																		
グラジエント	<table> <tr> <td>時間 (分)</td><td>% B</td></tr> <tr> <td>0.00</td><td>2</td></tr> <tr> <td>0.50</td><td>2</td></tr> <tr> <td>1.00</td><td>50</td></tr> <tr> <td>4.00</td><td>65</td></tr> <tr> <td>16.00</td><td>100</td></tr> <tr> <td>18.00</td><td>100</td></tr> <tr> <td>18.10</td><td>2</td></tr> <tr> <td>20.00</td><td>2</td></tr> </table>	時間 (分)	% B	0.00	2	0.50	2	1.00	50	4.00	65	16.00	100	18.00	100	18.10	2	20.00	2
時間 (分)	% B																		
0.00	2																		
0.50	2																		
1.00	50																		
4.00	65																		
16.00	100																		
18.00	100																		
18.10	2																		
20.00	2																		
ポストタイム	4 分																		

表 2. 6546 LC/Q-TOF を用いたデータ取り込みパラメータのリスト

パラメータ	設定値
シースガス温度	400 °C
シースガス流量	12 psi
ガス温度	325 °C
ガス流量	10 psi
ネブライザ	20 psi
キャピラリー電圧	4,000 V
MS チューニング	m/z 750、fragile
MS モード	ポジティブ
データ取り込み	0、20、および 40 CE セグメントの MS のみ
MS 範囲	m/z 50 ~ 1,000
参照質量	121.0509 (プリンの場合 [M+H] ⁺) 922.0098 (HP-921 の場合 [M+H] ⁺)

MassHunter Quantitative Analysis ソフトウェア 10.0 では、定量メソッドをパーソナル化合物データベースライブラリ (PCDL) から簡単に作成できます。一般的に、プリカーサイオンは定量イオンとして設定され、選択的にインポートされたフラグメントイオンは、定義済みコリジョンエネルギー (CE) を持つ確認イオンです。PCDL から化合物とフラグメントの質量をインポートしたら、必要に応じて、キャリブレーションレベル、質量抽出ウィンドウ、共

溶出スコアなどのさまざまな設定を成分ごとにカスタマイズできます。最適化後、このメソッドには、優先ターゲットに対して 1 分子イオンあたり 1 つの再現性のあるフラグメント (確認イオン)、さらにサスペクト化合物に対して確認イオンの 4 つのフラグメントを含むものになりました。

このメソッドではサスペクト化合物に対して使用できる標準試料がなかったため、同じモデルのカラムと LC で実行した以前の調査からリテンションタイム (RT) を見積もりました。DG SANTE ガイドラインに従ったサスペクト化合物のスクリーニングの完全なバリデーションの場合は、今回よりも多くの作業が必要になります¹。図 2 は、今回の All Ions MS/MS 農業メソッドの分析設定の詳細を示しています。

結果と考察

MassHunter Quantitative Analysis ソフトウェア 10.0 によるターゲット化合物の定量とサスペクト化合物のスクリーニングの統合

MassHunter Quantitative Analysis ソフトウェア 10.0 を使用すると、1 つのメソッドにより優先ターゲットの定量とサスペクト化合物のスクリーニングの両方で 1 バッチの複数サンプルを同時に解析できます。メソッド

内のすべての化合物を、従来の定量バッチとしてソフトウェアで確認できます。ユーザーは、Compound Table (化合物テーブル) 内の化合物または Batch Table (バッチテーブル) 内のデータファイルを検索し、Compound Information (化合物情報) ペインでクロマトグラムとスペクトルを確認し、Calibration Curve (検量線) ペインで曲線を確認します。1 バッチのサンプルにつき数百の化合物を分析および確認することは、非効率的で時間を要する作業です。

LC/Q-TOF Screener ツールでは、同定の信頼性に応じてすべてのサンプル中のすべての成分に緑、オレンジ、または赤のフラグを指定しており、成分が色 (フラグ) によりフィルタ処理されて確認できるため、データの確認が容易になります。スクリーニングワークフローでは、大きな RT シフト、低い S/N 比 (S/N)、不十分な共溶出スコア、同位体忠実度、質量精度を外れ値と見なします。

緑でフラグ付けされた化合物は、すべての設定外れ値が限度内に入っているため、信頼性は最高レベルになります。オレンジでフラグ付けされた化合物は、基本的な同定基準は満たしていますが外れ値が存在するため、追加の確認が必要になります。この 1 つの例として、優先ターゲット化合物の RT が、メソッドで定義された RT から 0.2 分を超えている場合があります。赤でフラグ付けされた化合物は、基本的な同定基準を満たしていないため検出されていません。外れ値は、メソッド分析設定時に Method Editor で調整して設定することが可能です (図 2)。

従来の定量分析ユーザーインターフェース (UI) と同時に Screener を表示させることができます。これにより、バッチからカレントキャリブレーションも生成されている Screener で検出された化合物に対して、レビュー担当者は即座に濃度を確認できます (さらに、生成された検量線なども確認可能です)。2 つのビューはリンクされており、素早く簡単に移動できます (図 3)。

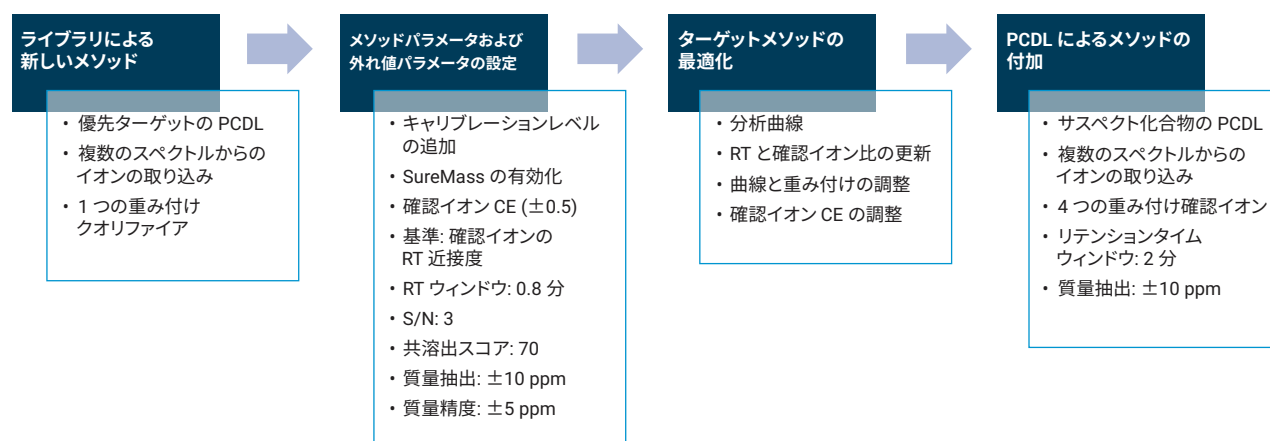


図 2. MassHunter Quantitative Analysis ソフトウェア 10.0 の PCDL と外れ値パラメータによる分析メソッド開発のワークフロー

ユーザーがデータ品質を確認できるよう、Screener の中央のペインには平均化されたフルスペクトル、左下のペインにはメソッドで定義されたイオンのみを含むシンプルなスペクトル、右下のペインには同位体比の一致も表示されます (図 3)。これらのビューはフラグがオレンジである場合に役に立ち、レビュー担当者が次に行う作業を決定する根拠になります。

LC/Q-TOF Screener は、Q-TOF ベースの幅広いスクリーニングメソッドを開発できるように作成されました。このメソッドは、ISO 17025 および DG Sante が策定したガイドラ

インに従ってバリデーションできます¹。この仕様は、コントロールされた農薬モニタリングでは一般的なものであり、ラボは分析する化合物の範囲を定義し (大きい場合でも)、これらの各化合物を定義したレベルまで高い信頼性で検出できる初期バリデーションの形態を示す必要があります。

しかしながら、あまりコントロールされていない方法、例えば、リテンションタイムもフラグメントも確認されていないサスペクト化合物を即座にスクリーニングする場合においても、この手法は効果的に使用できます。この場合、図 3 の右下のペインの同位体比の一致は、同

定の信頼性を判断する際に特に役に立ちます。これらのタイプのワークフローでは必然的に偽陽性率が高くなり、バリデーションされた範囲でのコントロールされた試験にはあまり適切ではありません。ただし、ラボにバリデーションされた化合物以外に存在する可能性のある化合物を調査する時間がある場合、これらのワークフローが役に立ちます。

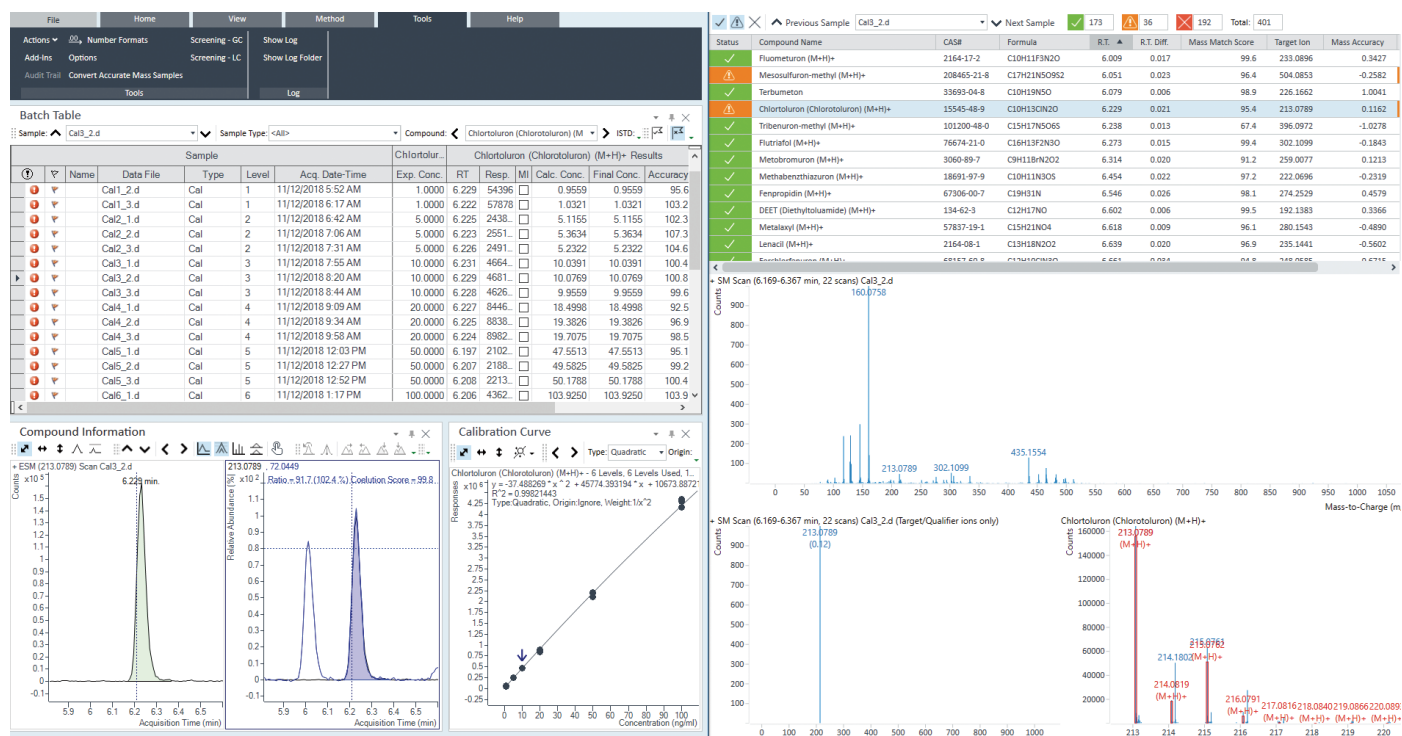


図 3. 従来の UI の横に表示された LC/Q-TOF Screener ツール。Screener の結果で選択されているのは、分析で検量線のある化合物です。この成分は優先ターゲットと見なされ、定量されます。

農薬スクリーニングメソッドの結果

このメソッドでは、優先ターゲットの濃度を 5 ～ 100 ppb に固定しました。表 3 に、定量レベル 5 ppb における定量性能をまとめて示します。イチゴ、アボカド、およびブロッコリマトリックスの 5 ppb での 3 回のすべての注入で、195 個の化合物がすべて検出されました。紅茶マトリックスの場合は、追加の希釈のため同じ濃度で検出された化合物は 145 個のみでした。検出されたすべての成分の相対標準偏差 (RSD) は 20 % 以下であり、大部分の R² は 0.99 以上でした。図 4 に、1 例としてパクロトラゾールの 5 ppb における定量結果を示します。LC/Q-TOF Screener は、195 個の優先ターゲットをより効率的に確認し、同じメソッド内でさらに 182 個のサスペクト化合物も検索するように設計されました。したがって、分析には合計 377 個の農薬が含まれていました。

表 3. 定量およびサスペクト化合物のスクリーニングワークフローでの農薬の結果。
紅茶、イチゴ、アボカド、ブロッコリマトリックスの結果は、5 ppb でのものです (n = 3)。

	イチゴ	アボカド	ブロッコリ	紅茶
ターゲット化合物の数	195	195	195	145
5 ppb で S/N が 3 超のターゲットの数	195	195	195	145
5 ppb で RSD が 20 % 未満のターゲットの数	195	195	195	145
R ² が 0.99 超のターゲットの数	195	194	195	145
スクリーニングされた化合物の数	182	182	182	182

同定では、定量性能に加えて高い信頼性が必要になります。All Ions MS/MS データ取り込みと SureMass データ変換により、プリカーサおよびフラグメントイオンの共溶出、高い質量精度、同位体忠実度でこれを達成できます。確認イオンペインに共溶出スコアを示します (図 4)。ここでの高い値 (> 70) は、確認イオンが定量イオンとよくオーバーラップしていることを示しています。これはフラグメントおよびプリカーサイオンが同時に検出された場合にのみ起こり、フラグメントがプリカーサ構造に由来することを示しています。

6546 LC/Q-TOF は、成分濃度に関係なく、グラジエント全体で高い質量精度を示しています。図 5 は、所定の RT で成分の質量精度に対してサンプルクロマトグラムをプロットしたものを示しています。青のドットは 10 ppb サンプルの質量精度を、黄色の十字は 100 ppb サンプルの質量精度を示しています。ほぼすべての成分が ±2 ppm の質量誤差 (緑のバー) 内に収まっています。±5 ppm (オレンジのバー) の外に位置する成分はありません。

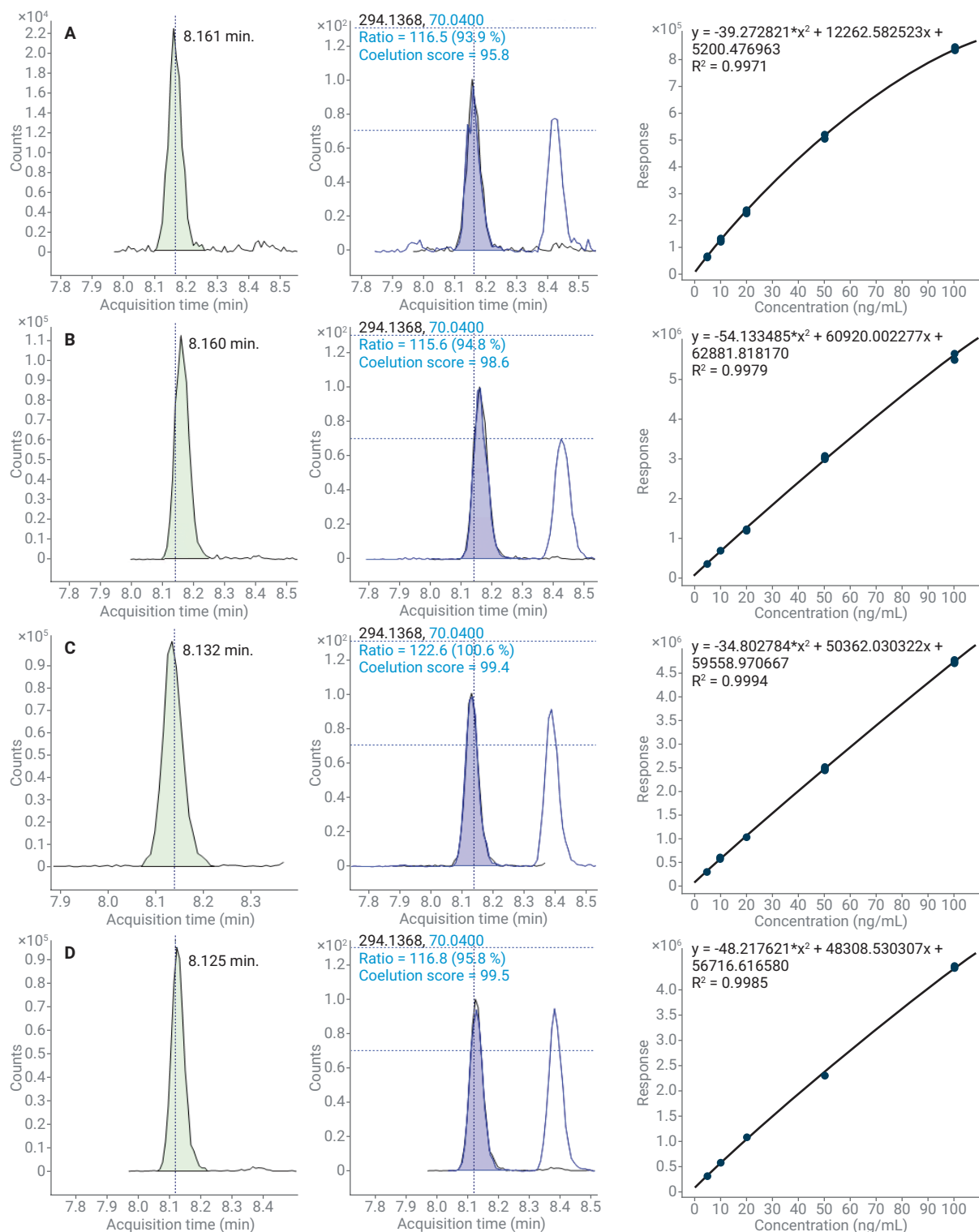


図 4. (A) 紅茶、(B) ブロッコリ、(C) アボカド、(D) イチゴの 5 ppb でのパクロブトラゾールの定量シグナル、確認イオン比、検量線

添加サンプルを LC/Q-TOF Screener ツールを使用して、SANTE ガイドラインに従って設定された外れ値で分析しました。表 4 でスパイクされている成分は、優先ターゲットまたはサスペクト化合物のいずれかであると見なされます。各成分の結果を示す、ポジティブ (緑)、確認が必要 (オレンジ)、検出なし (赤) を、2 つの異なる濃度でマトリックスごとにレポートしています。大部分の成分はポジティブとして検出されました。確認が必要としてフラグ付けされた成分の場合、大半は質量の一致スコアを確認する必要がある低シグナルが原因でした。これらの成分はオレンジでフラグ付けされており、確認プロセスが必要ですが、SANTE ガイドラインの基本的な同定基準は満たしています。

未知のイチゴサンプルの場合 (n = 16)、5 ppb 未満から 300 ppb を超える範囲でさまざまな農薬が検出されました。有機でない農産物で検出された成分の数は有機農産物よりも多くなりましたが、これは栽培実態をよく反映しています。この研究で検出された農薬の大部分は優先ターゲットでした。ただし、サンプル 4 や 15 のような少数の場合で、一般的にはあまり検出されない成分がサンプルに含まれていました (サスペクト化合物)。これらの場合、構造試験が必要になることがあります。

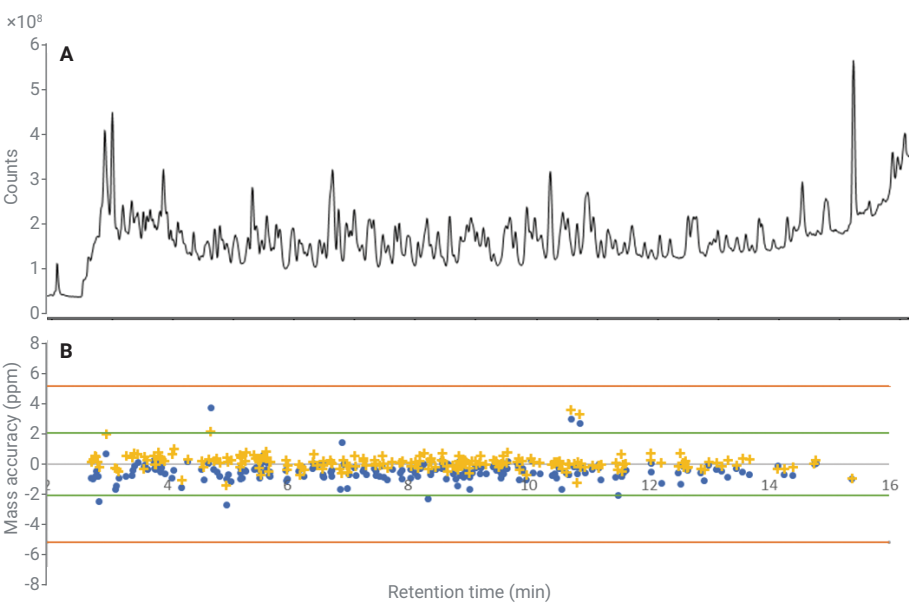


図 5. RT に対してプロットしたイチゴサンプルのトータルイオンクロマトグラム (TIC) (A) と 10 ppb (青の円) および 100 ppb (黄の十字) でのイチゴマトリックス中の優先ターゲットイオンの質量精度 (B)

表 4. 10 および 100 ppb 添加サンプルの LC/Q-TOF Screener の結果

ターゲット化合物	10 ng/mL				100 ng/mL			
	紅茶	ブロッコリ	アボカド	イチゴ	紅茶	ブロッコリ	アボカド	イチゴ
アミノカルブ	✗	✓	✓	✓	⚠	✓	✓	✓
ダイアジノン	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
ジメトエート	✓	✓	⚠	⚠	✓	✓	✓	✓
イマザリル	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
馬拉チオン	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
メタザクロル	✗	✓	⚠	⚠	⚠	⚠	✓	✓
ピラクロストロビン	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
チアベンダゾール	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
サスペクト化合物								
アトラジン	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
カルボフラン	⚠	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
メトスラム	⚠	✓	✓	✓	⚠	✓	✓	✓
メトキシロン	✓	✓	✓	✓	⚠	✓	✓	✓

結論

6546 LC/Q-TOF と MassHunter Quantitative Analysis ソフトウェア 10.0 の Screener ツールを組み合わせた統合ワークフローソリューションにより、幅広い複雑な食品サンプルで信頼性の高いターゲット化合物の定量とサスペクト化合物のスクリーニングを実行した例について示しました。結果では、優れた再現性、質量精度、直線性が示されました。ターゲット化合物の定量とサスペクト化合物のスクリーニングを、同じソフトウェアで直感的なレイアウトで統合することにより、データ解析の複雑さとデータ確認の負担を大幅に低減できます。

参考文献

1. Guidance document on analytical quality control and method validation procedures for pesticides residues and analysis in food and feed, SANTE/11813/2017, 21–22 November 2017. https://ec.europa.eu/food/sites/food/files/plant/docs/pesticides_mrl_guidelines_wrkdoc_2017-11813.pdf
2. Miladi, M.; et al. High-Throughput Pesticide Residue Analysis Using an Agilent Ultivo Triple Quadrupole LC/MS and the MassHunter Productivity App, *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5994-0196EN, **2018**.

表 5. カリフォルニア州およびデラウェア州地域で購入した 16 個のイチゴサンプルの LC/Q-TOF Screener の結果。サンプルは有機栽培と非有機栽培の両方で、複数の場所で購入しました。検出された農薬がレポートされており、農薬の濃度が記載可能な場合はかっこ内に示されています。

サンプル	タイプ	検出された農薬
サンプル 1	有機	マラオクソン (2.6 ppb)、カルバリル (29.4 ppb)、マラチオン (31.8 ppb)、メトキシフェノジド (イントレピッド) (4.7 ppb)、ダイアジノン (ジムピラート) (2.5 ppb)
サンプル 2	有機	スピノシン A (14.3 ppb)、スピノシン D (3.6 ppb)
サンプル 3	有機	検出なし
サンプル 4	有機	プロメトリン
サンプル 5	有機	検出なし
サンプル 6	非有機	フルトリアホル (12.0 ppb)、メタラキシル (28.6 ppb)、アゾキシストロビン、ピリメタニル (218 ppb)、マラチオン (< 5 ppb)、フェンヘキサミド (5.6 ppb)、シプロジニル (26.6 ppb)、トリフロキシストロビン (6.2 ppb)、DEET (ジエチルトルアミド) (< 5 ppb)
サンプル 7	非有機	チアメトキサム (< 5 ppb)、カルベンダジム (アゾール) (163 ppb)、チオファネートメチル、クロラントラニプロール (5.6 ppb)、ピリメタニル (105 ppb)、ボスカリド (ニコピフェン) (23.5 ppb)、メトキシフェノジド (イントレピッド) (6.8 ppb)、ミクロブタニル (< 5 ppb)、ピフェナゼート (D 2341)、テトラコナゾール (33.2 ppb)、フェンヘキサミド、シプロジニル (248 ppb)、ピラクロストロビン (< 5 ppb)
サンプル 8	有機	ボスカリド (ニコピフェン) (2.4 ppb)
サンプル 9	非有機	フロニカミド、マラオクソン (< 5 ppb)、フルトリアホル (< 5 ppb)、アゾキシストロビン (< 5 ppb)、マラチオン (48.2 ppb)、ミクロブタニル (< 5 ppb)、キノキシフェン (< 5 ppb)
サンプル 10	非有機	アセタミプリド (< 5 ppb)、メタラキシル (< 5 ppb)、アゾキシストロビン (8.4 ppb)、ミクロブタニル、ピフェナゼート (D 2341) (< 5 ppb)、フェンヘキサミド (32.4 ppb)、シプロジニル (283 ppb)、ピラクロストロビン (10.8 ppb)、トリフロキシストロビン (46.9 ppb)、エトキサゾール
サンプル 11	非有機	チアメトキサム (13.1 ppb)、フロニカミド (97 ppb)、カルベンダジム (アゾール)、イミダクロプリド、ピリメタニル (278 ppb)、メトキシフェノジド (イントレピッド) (14.8 ppb)、ミクロブタニル (< 5 ppb)、ピフェナゼート (D 2341)、テトラコナゾール (12.3 ppb)、シプロジニル (312 ppb)、トリフロキシストロビン (< 5 ppb)、ヘキシチアゾックス (22.6 ppb)、チオファネートメチル
サンプル 12	非有機	フロニカミド (153 ppb)、アセタミプリド (< 5 ppb)、クロラントラニプロール (69 ppb)、メトキシフェノジド (イントレピッド) (< 5 ppb)、シプロジニル (146 ppb)、トリフロキシストロビン (78 ppb)、キノキシフェン (34 ppb)、ヘキシチアゾックス (< 5 ppb)
サンプル 13	非有機	フロニカミド (64 ppb)、アゾキシストロビン、ボスカリド (ニコピフェン) (14.7 ppb)、シプロジニル (< 5 ppb)、ピラクロストロビン (19.4 ppb)、シフルフェナミド
サンプル 14	非有機	チアメトキサム (< 5 ppb)、フロニカミド (29 ppb)、クロラントラニプロール (< 5 ppb)、ミクロブタニル (< 5 ppb)、シプロジニル (64 ppb)、トリフロキシストロビン (< 5 ppb)
サンプル 15	非有機	フロニカミド (77 ppb)、マラオクソン (< 5 ppb)、フルトリアホル (8.1 ppb)、アゾキシストロビン (< 5 ppb)、マラチオン (47.5 ppb)、ミクロブタニル (5.9 ppb)、キノキシフェン、シフルフェナミド
サンプル 16	非有機	イミダクロプリド (48.4 ppb)、メタラキシル (107 ppb)、クロラントラニプロール、アゾキシストロビン (457 ppb)、ボスカリド (ニコピフェン) (< 5 ppb)、ミクロブタニル (< 5 ppb)、テトラコナゾール (138 ppb)、キノキシフェン (21.4 ppb)、フロニカミド (35.4 ppb)

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. 2019
Printed in Japan, March 6, 2019
5994-0738JAJP