

# Agilent Intuvo 9000／7010 GC/MS/MS システムによる大麻／麻の規制対象農薬の 分析： Fast-5

## 著者

Jeffery S. Hollis,<sup>1</sup>  
Eric Fausett,<sup>1</sup>  
Jessica Westland,<sup>1</sup>  
and Anthony Macherone<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Agilent Technologies

<sup>2</sup>The Johns Hopkins  
University School of  
Medicine

## 概要

米国各州とカナダ保健省が大麻および麻について規制している農薬リストでは、同定と定量が必要な化合物は約 100 種類にのぼります。このうち、特に分析が必要なサンプルタイプ（乾燥花、濃縮物、オイル、グミなど）の中で、エレクトロスプレー LC/MS/MS による分析が難しい化合物は 29 種類以上あります。例えばペンタクロロニトロベンゼン（PCNB、別名キントゼン）、キャプタン、クロルデン、クロルフェナピル、メチルパラチオンなどです。今回の研究では、Fast-5 と呼ばれる 5 種類の農薬を分析するための新しい GC/MS/MS メソッドを開発し、その優れた真度、精度、検出下限（LOD）、定量下限（LOQ）、範囲、直線性を証明しました。

## はじめに

医療用または成人向けの嗜好用大麻の使用が合法である米国、カナダ、およびその他の地域では、規制機関が製品を化学的および生物学的にテストして、その順法性と安全性を確認する必要があります。これらの試験には通常、効能の測定、微量金属の分析、残留溶媒とテルペンの分析、微生物のスクリーニング、およびマイコトキシンが含まれます。そのうち、残留農薬の分析は、規制機関によって非常に低い LOD が求められているため、特に困難です。この理由の 1 つはマトリックス濃度が非常に高いことです。濃度が高いマトリックスには、*Cannabis spp.* によって合成されたカンナビノイド、テルペノイド、およびその他の内因性化合物が、グラムあたり数百ミリグラムも含まれています。残留農薬の分析をさらに複雑にしている原因として、多くの州や国のターゲットリストに、エレクトロスプレーイオン化 (ESI) に適さない農薬が含まれていることが挙げられます。ESI は麻、大麻、カンナビノイドの各マトリックス中の農薬を LC/MS/MS で分析するための、最も汎用的な分析ツールです。

LC/MS/MS システムしか使用できないラボでは、PCNB やクロルデンなどの農薬の分析に、陰イオン化モードでの大気圧化学イオン化 (APCI) が推奨されてきました。Curtis 氏などによる研究の結果、特に PCNB の場合、陰イオン化 APCI タンデム質量分析計ではブリカーサブロダクトイオンペアが非選択性、非直線性を示し、回帰係数がカリフォルニアなどの州の基準に適合しないことがわかっています<sup>1</sup>。以前の研究では GC/MS/MS で非常に高い選択性、感度、直線性、堅牢性を示していました<sup>2</sup>。今回の研究では、これらの手法で大麻花の抽出物に含まれる Fast-5 農薬を分析し、結果が正しいことを証明します。今回の調査では、Agilent Intuvo 9000 / 7010B GC/MS/MS システムを用いて、LOD、LOQ、真度、精度、範囲、直線性、および日間と日内の定量真度 (%) を調べました。

## 実験方法

### ハードウェアとソフトウェア

すべての分析に Agilent Intuvo 9000 GC と 7010B GC/MS/MS システムを使用しました。GC の構成は、7693 オートサンブラ、長さ 0.791 m のガードチップ、マルチモード注入口 (MMI)、ミッドカラムバックフラッシュフローチップ、および Agilent HP-5MS UI カラム (15 m × 0.25 mm, 0.25 μm) 2 本です。タンデム質量分析計は、300 °C の電子イオン化 (EI) モードで動作する超高感度イオン源 (HES) で構成しました。マルチプルリアクションモニタリング (MRM) データは明示的なタイムセグメントで収集しました。表 1 と表 2 に、それぞれ GC パラメータと MS パラメータを示します。この分析には、Agilent MassHunter Workstation リビジョン B.10 (MassHunter Acquisition、MassHunter Qualitative、および MassHunter Quantitative パッケージを含む) を使用しました。データ解析には Quant-My-Way パッケージを使用しました。このユーティリティによって、大麻固有のグラフィカルインタフェースのデータ解析が簡素化されます。

Quant-My-Way Cannabis の UI には次の 4 つの「Flavor」があります。

- サイエンティスト用 Cannabis by GC/MS/MS
- サイエンティスト用 Cannabis by LC/MS/MS
- アナリスト用 Cannabis by GC/MS/MS
- アナリスト用 Cannabis by LC/MS/MS

サイエンティスト Flavor はメソッド開発とトラブルシューティング用のすべての読み取り/書き込み機能を備え、アナリスト Flavor はルーチン分析、データレビュー、レポート作成用の限定的な機能を備えています。

表 1. Agilent Intuvo 9000 パラメータ

パラメータ	設定値
サイクル時間の最適化	カラムの自動洗浄
オープンプログラム	60 °C で 1 分、その後 40 °C/min で 170 °C まで上昇 (0 分の保持時間)、その後 10 °C/min で 280 °C まで上昇 (0.25 分の保持時間)
He クエンチガス	2.25 mL/min
N <sub>2</sub> コリジョンガス	1.5 mL/min
注入量	2 μL
注入の種類	2 層サンドイッチ (L1、L2)
L1 エアギャップ	0.2 μL
L2 注入量	0.2 μL
L2 エアギャップ	0.2 μL
溶媒洗浄モード	A-A6、B-B4 洗浄溶媒 A、50:50 イソプロパノール: アセトニトリル 洗浄溶媒 B、100 % アセトニトリル
MMI プログラム	溶媒バント
セプタムパージ流量	スイッチドモードで 3 mL/min、 トータル流量 54.3 mL/min
ガスセーバー	20 mL/min (3 分後)
スプリットバントへのパージ流量	1.5 分で 50 mL/min
バント流量	25 mL/min
バント圧力	5 psi、0.3 分間
クライオタイプ	空気
注入口温度プログラム	60 °C で 0.35 分、 その後 600 °C/min で 280 °C まで上昇 (14.8 分の保持時間)、 その後 600 °C/min で 300 °C まで上昇 (0.25 分の保持時間)
カラム 1	Agilent 19091S-431UI-INT 定流量: 1.3 mL/min ポストラン: -5.1052 mL/min イン: MM 注入口 He アウト: PSD 1
カラム 2	Agilent 19091S-431UI-INT 定流量: 1.5 mL/min ポストラン: 5.4194 mL/min イン: PSD 1 アウト: MSD
ガードチップ	長さ 791 mm × 内径 0.547 mm
トラックオープン	オン
バス温度	280 °C
MSD コネクタ	310 °C
MSD トランスファーライン	280 °C
PSD パージ	5 mL/min、消耗品カラム 2

表 2. Agilent 7010B パラメータ

時間 セグメント	開始時間	化合物名	ISTD	プリカーサ イオン	MS1 分解能	プロダクト イオン	MS2 分解能	ドウェル	コリジョン エネルギー	ゲイン
1	6.5	$\alpha$ -BHC-d <sub>6</sub>	あり	224.0	ワイド	187.0	ワイド	25	15	20
1	6.5	$\alpha$ -BHC-d <sub>6</sub>	あり	224.0	ワイド	150.0	ワイド	25	15	20
2	8	ペンタクロロニトロベンゼン		248.7	ワイド	213.9	ワイド	12	15	20
2	8	ペンタクロロニトロベンゼン		236.8	ワイド	143.0	ワイド	12	30	20
2	8	ペンタクロロニトロベンゼン		213.7	ワイド	178.9	ワイド	12	15	20
2	8	ペンタクロロニトロベンゼン		141.8	ワイド	107.0	ワイド	12	28	20
3	8.6	パラチオンメチル		262.9	ワイド	79.0	ワイド	9	30	20
3	8.6	パラチオンメチル		262.9	ワイド	109.0	ワイド	9	10	20
3	8.6	パラチオンメチル		125.0	ワイド	79.0	ワイド	9	30	20
3	8.6	パラチオンメチル		125.0	ワイド	47.0	ワイド	9	10	20
3	8.6	パラチオンメチル		109.0	ワイド	79.0	ワイド	9	30	20
4	9.3	パラチオン-d <sub>10</sub>	あり	301.0	ワイド	83.0	ワイド	25	35	20
4	9.3	パラチオン-d <sub>10</sub>	あり	301.0	ワイド	115.0	ワイド	25	15	20
5	10.4	キャブタン		149.0	ワイド	70.0	ワイド	15	15	20
5	10.4	キャブタン		149.0	ワイド	79.1	ワイド	15	10	20
5	10.4	キャブタン		116.9	ワイド	82.0	ワイド	15	30	20
6	10.85	クロルデン-I		377.0	ワイド	267.8	ワイド	7.5	25	20
6	10.85	クロルデン-I		375.0	ワイド	265.8	ワイド	7.5	25	20
6	10.85	クロルデン-I		372.8	ワイド	265.8	ワイド	7.5	25	20
6	10.85	クロルデン-I		372.8	ワイド	263.8	ワイド	7.5	25	20
6	10.85	クロルデン-I		371.0	ワイド	263.8	ワイド	7.5	25	20
6	10.85	クロルデン-I		271.9	ワイド	236.9	ワイド	7.5	15	20
7	11.15	クロルデン-II		377.0	ワイド	267.8	ワイド	7.5	25	20
7	11.15	クロルデン-II		375.0	ワイド	265.8	ワイド	7.5	25	20
7	11.15	クロルデン-II		372.8	ワイド	265.8	ワイド	7.5	25	20
7	11.15	クロルデン-II		372.8	ワイド	263.8	ワイド	7.5	25	20
7	11.15	クロルデン-II		371.0	ワイド	263.8	ワイド	7.5	25	20
7	11.15	クロルデン-II		271.9	ワイド	236.9	ワイド	7.5	15	20
8	11.8	クロルフェナビル		362.8	ワイド	246.8	ワイド	9	25	20
8	11.8	クロルフェナビル		327.8	ワイド	246.8	ワイド	9	15	20
8	11.8	クロルフェナビル		249.0	ワイド	112.0	ワイド	9	30	20
8	11.8	クロルフェナビル		246.9	ワイド	227.0	ワイド	9	15	20
8	11.8	クロルフェナビル		137.0	ワイド	102.0	ワイド	9	15	20
9	13	リン酸トリフェニル(SS)		326.1	ワイド	233.0	ワイド	16	20	20
9	13	リン酸トリフェニル(SS)		326.1	ワイド	215.1	ワイド	16	20	20
9	13	リン酸トリフェニル(SS)		325.0	ワイド	169.0	ワイド	16	20	20

このパッケージには、12 種類の Cannabis Analysis Reports (4 種類のレポート×各 3 バージョン) も含まれます。

- Compound Results Summary Report
- Calibration Report
- Sample Report (地域固有の「Out of Specification」、「Action Needed」、および「Fail」フラグ付き)
- Complete Report (上記 3 種類のすべてのレポートを含む)

地域はカナダと米国です。

### 試薬

SupraSolv アセトニトリル、PCNB、メチルパラチオン、キャプタン、*cis/trans*-クロルデン、クロルフェナピル、L-グルタミン酸γ-ラクトン (L-グルノラクトン)、および D-ソルビトールは、Sigma-Aldrich 社から購入しました。AOAC メソッド 2007.1 QuEChERS 内部標準溶液 (同位体ラベル付き α-BHC-d<sub>6</sub> (α-HCH-d<sub>6</sub>) とパラチオン-d<sub>10</sub>、およびリン酸トリフェニル (TPP) を含む) は、Restek 社から購入しました。<sup>3</sup>

### アナライトプロテクタント (AP)

付録のとおり、サンドイッチ注入モードでは、毎回のキャリブレーション注入などに AP で調製して使用しました。

### データ収集

各バッチは、溶媒ブランク、マトリックスブランク、および 8 レベルのキャリブレーション (バイアル中では 0.016 ~ 64.00 ppb、マトリックス中では 2.00 ~ 8,000.00 ppb) で構成しました。PCNB とメチルパラチオンの定量には、内部標準として α-BHC-d<sub>6</sub> を使用しました。残りの化合物の定量には、内部標準としてパラチオン-d<sub>10</sub> を使用しました。サロゲートとして各サンプルに一定濃度の TPP を添加し、メソッド性能を経時的にモニタリングしました。それぞれの注入回数は 5 回です。3 つの独立したデータセットを収集しました。

### 統計

多くのキャリブレーションを使用することで、直線性と範囲を測定しやすくなりました。濃度ごとに 5 回繰り返し注入することで、MDL、LOQ、真度、精度、平均定量真度を統計的に計算できました。この研究では次の基本的な方程式を使用しました。

- 平均 =  $\sum x_i/n$
- 標準偏差、(s) =  $[\frac{\sum (x-x)^2}{n-1}]^{1/2}$
- MDL = (s) × (t 検定値、n - 1、99 % の信頼度)
- LOQ = 10 × (s)
- 計算した MDL < スパイクレベル < 10 × 計算した MDL
- 真度 (%) =  $100 - [(スパイクした濃度 - 計算した平均濃度/スパイクした濃度) \times 100]$

- 精度、(%RSD) = [(s)/平均] × 100
- 平均定量真度 = (計算した平均濃度/スパイクした濃度) × 100

自由度 n - 1 の t 検定統計は 3.747 (99 % の信頼度) でした。計算した MDL < スパイクレベル < 10 × 計算した MDL の方程式を使用して、経験則で決定した MDL を評価し、その有効性を確認しました。

### 消耗品

表 3 にサンプル前処理、サンプル容器、および GC/MS 消耗品の消耗品リストを示します。

表 3. サンプル前処理、サンプル容器、および GC/MS 消耗品の消耗品リスト

サンプル前処理	部品番号
C18 エンドキャップ付きボックス、30 × 6 mL チューブ、500 mg SampliQ 固相抽出 (SPE)	5982-1365
セラミックホモジナイザ、50 mL チューブ、100 個	5982-9313
コーニングチューブ、50 mL 遠心分離チューブ、25 個	5610-2049
サンプル容器	
キャップ、スクリュウ、緑、PTFE/赤シリコンセパタム、100 個	5182-0718
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、100 個	5183-2072
装置部品	
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 チッププランジヤ	G4513-80220
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
注入口ライナ、ウルトラライナート、スプリットレス、ディンプル付き、内径 2 mm、5 個	5190-4006
コンプレッションボルト × 6、Intuvo	G4581-60260
Intuvo ポリイミドガスケット、5 個	5190-9072
ガードチップ、Intuvo、マルチモード注入口、2 個	G4587-60665
フローチップ、Intuvo、D2-MS ミッドカラムバックフラッシュ	G4588-60322
検出器テール、Intuvo、HES MS	G4590-60109
分離	
Agilent J&W HP-5ms ウルトラライナート Intuvo GC カラムモジュール × 2、15 m × 0.25 mm、0.25 µm	19091S-431UI-HNT

## サンプル前処理

1. 均質化した農薬なしの大麻花と未知のサンプル 1.0 g を計量して 50 mL のポリプロピレン (PP) 遠心分離チューブに入れます。
2. 2 種類のセラミックホモジナイザを添加して密閉します。
3. ステップ 2 から各チューブに、農薬グレードのアセトニトリルを 15 mL 添加します。
4. 各キャリブプレートレベル用に農薬標準溶液をピペットで注入し、30 秒間攪拌します。
5. 機械で 3 ~ 5 分高速振動させます。できれば垂直振動機器 (ジェノ/グラインダータイプの機械) を使用してください。これで農薬とマイコトキシンがアセトニトリルに抽出されます。
6. チューブの振動中に、SampliQ C18 EC 6 mL 500 mg の SPE カートリッジをマニホール드에設置して、SPE マニホールドを前処理します。容量が 25 mL 以上のコレクションチューブを使用します。できれば各カートリッジの下で 50 mL の目盛り付きポリプロピレン遠心分離チューブを使用して、溶離液が収集されるようにしてください。
7. ステップ 5 の上清を、SampliQ C18 EC SPE カートリッジに移します。これは重力によって流れます。
8. すべての溶媒が C18 カートリッジを通過して収集されたら、ステップ 5 の 5 mL のアセトニトリルを空のチューブに添加し、機械で 3 ~ 5 分高速振動させます。これで、大麻原料に残留していた農薬とマイコトキシンが抽出されます。
9. ステップ 8 の上清を、同じ SampliQ C18 EC SPE カートリッジに移します。
10. 最後の 5 mL のアセトニトリルで、ステップ 8 の空のチューブをすすいでチューブ壁に残っている可能性がある農薬をすべて洗浄し、この溶媒を同じ C18 カートリッジに通します。50 mL の目盛り付きポリプロピレン遠心分離チューブの 25 mL のマークを使用して、最終的に容量を 25 mL にします。これで 25 倍に希釈されます。
11. 2 mL のバイアルに、25 倍に希釈した抽出液と 100 % の高純度な農薬グレードのアセトニトリルを 1 対 5 の比率で混合し、125 倍の希釈係数にします。10 秒間攪拌します。これで、GC/MS/MS システムに注入するサンプルの準備が完了しました。

## 結果と考察

### LOD と LOQ

図 1 は Fast-5 分析メソッドにおける化合物の LOD (付近) での GC/MS/MS MRM クロマトグラム、図 2 は検量線を示します。表 4 は、5 つの各成分の経験に基づく LOD および LOQ を、表 5 は日内および日間の平均定量真度を示します。

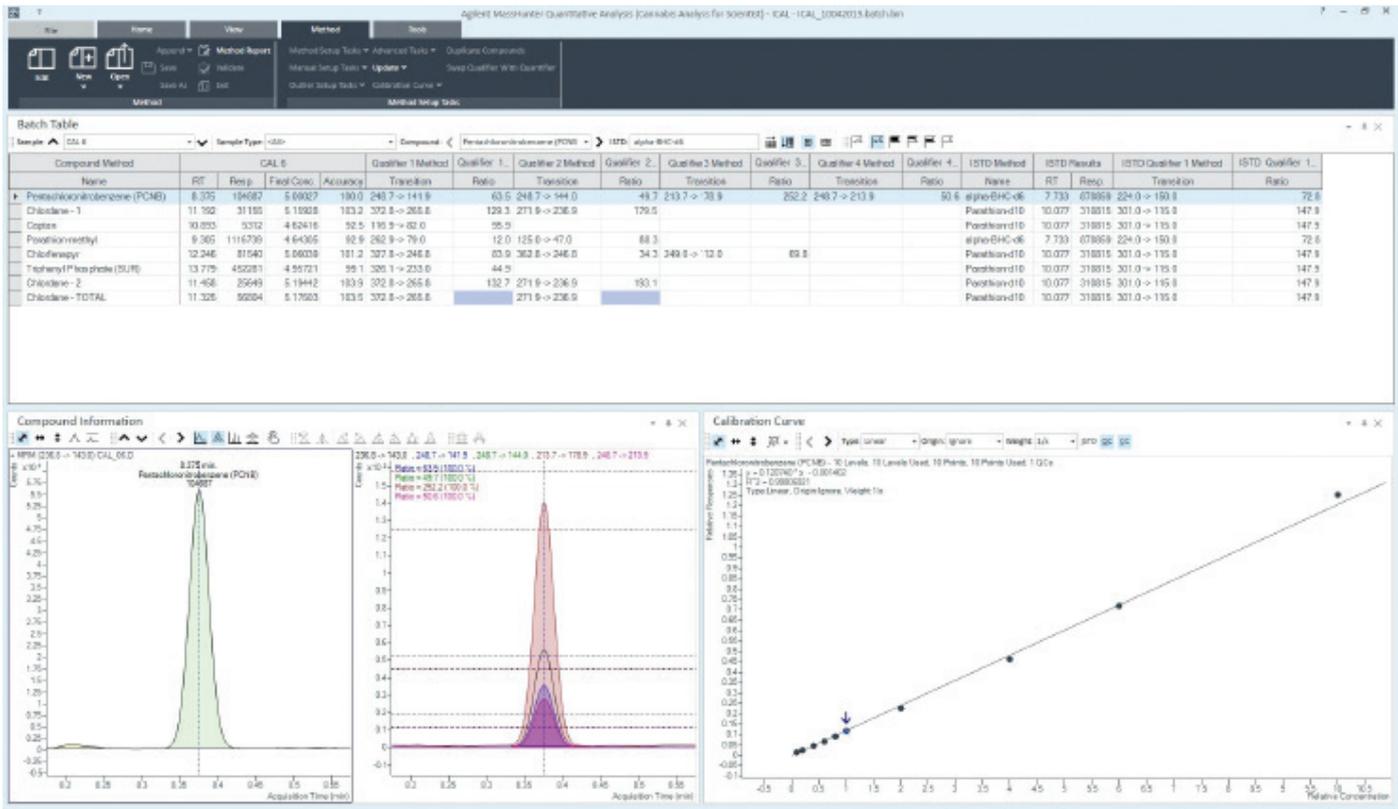


図 1. Quant-My-Way Cannabis GC/MS/MS サイエントリスト用 Flavor

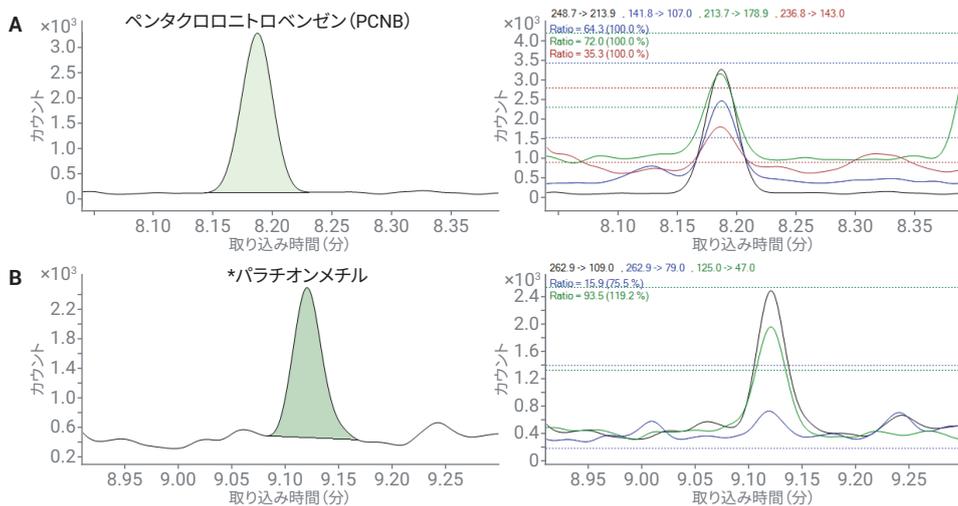


図 2. A) PCNB (0.0625 ppb)、B) メチルパラチオン (0.016 ppb)、C) キャプタン (1.00 ppb)、D) クロルデン-1 (0.25 ppb)、E) クロルデン-2 (0.25 ppb)、F および G) クロルフェナピル (0.25 ppb) (次ページへ続く)

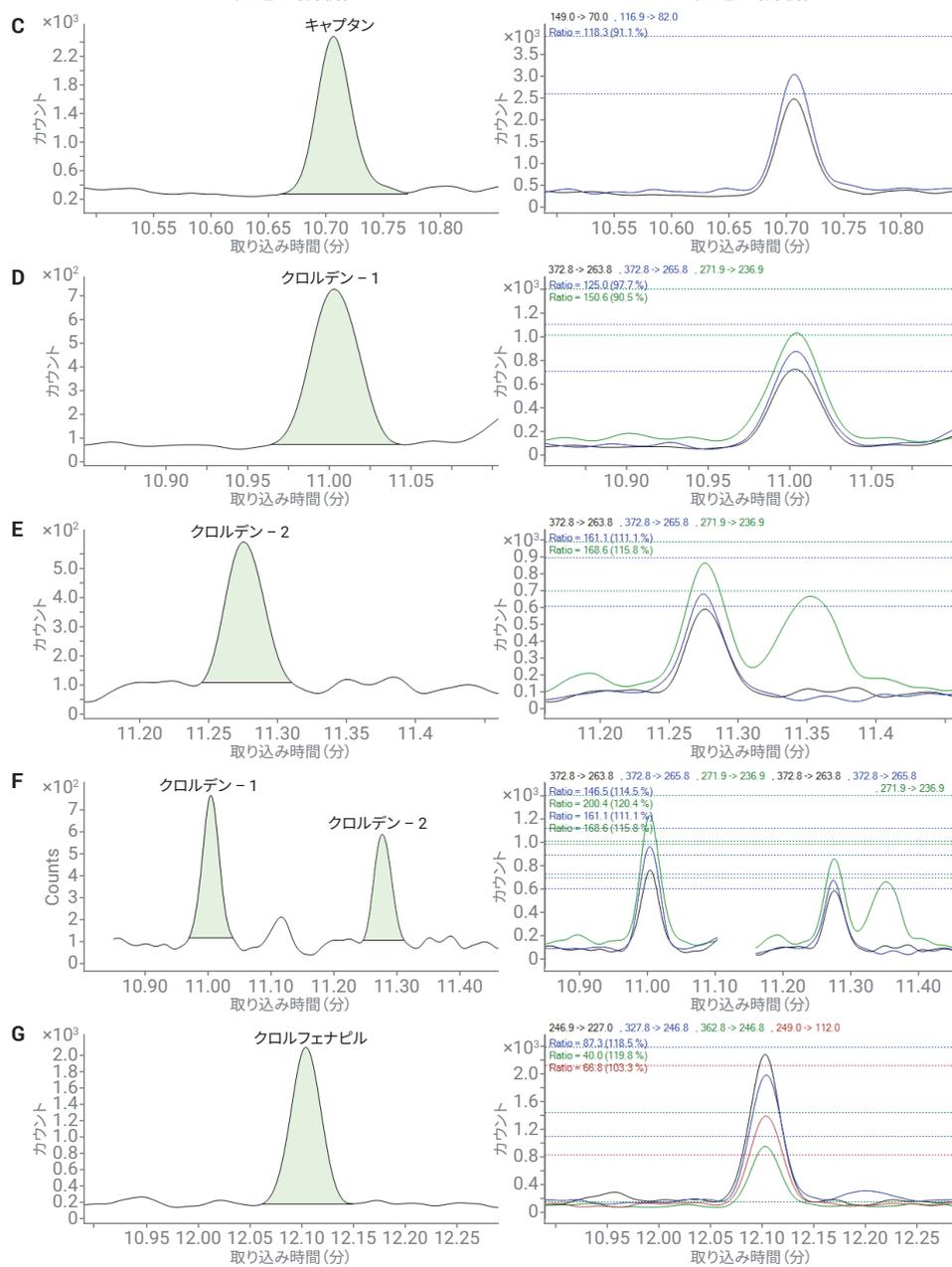


図 2. A) PCNB (0.0625 ppb)、B) メチルパラチオン (0.016 ppb)、C) キャプタン (1.00 ppb)、  
D) クロルデン-1 (0.25 ppb)、E) クロルデン-2 (0.25 ppb)、F および G) クロルフェナビル (0.25 ppb)

## 真度および精度

表 6 に、各化合物と総クロルデンの日間の真度と精度を示します。

## 範囲と直線性

各化合物の範囲と直線性は、0.016 ~ 64 ppb のバイアル中範囲にわたり、8 つの各レベルで 5 回繰り返し注入して測定しました。経験に基づく LOD を考慮すると、キャプタンのみにキャリブレーション範囲の切り詰めが必要でしたが、現在のカリフォルニア州の LOQ (マトリックスで 700 ppb) を基準にすると、まったく問題のない数値です。表 7 に結果を示します。

## TPP のサロゲート

TPP を使用して、120 のサンプルでメソッド性能をモニタリングしました。平均の面積レスポンスは 27,745、標準偏差は 3701 でした。%RSD は 12.4 でした。

## ベストプラクティス

この研究は、以前に Agilent 7890B / 7010B GC/MS/MS システムで実施した大麻の農薬分析に基づいて設計しました<sup>2</sup>。大きな違いは Intuvo 9000 GC を使用したことです。Intuvo GC の利点としては、ガードチップによってシステムの清浄性を維持してカラム寿命を延ばせること、および多くの使いやすく環境に優しい機能を使用できることが挙げられます。以前の作業との相違点としては、クロルフェナピルの添加、同位体ラベル付き内部標準、サロゲートの追加、および注入口の注入様式をコールドパルススプリットレスからコールド溶媒ベントに変更したこと、などがあります。

表 4. バイアル中およびマトリックス中の MDL 値と LOQ 値

化合物	CA カテゴリ	CA LOQ (ppb)	バイアル中の経験に基づく LOD (ppb)	マトリックス中の経験に基づく LOD (ppb)	バイアル中の経験に基づく LOQ (ppb)	マトリックス中の経験に基づく LOQ (ppb)
PCNB	II	100.00	0.061	7.59	0.16	20.25
メチルパラチオン	I	> LOD	0.031	3.88	0.084	10.50
キャプタン	II	700.00	1.64	204.75	4.37	546.38
クロルデン 1	I	> LOD	0.23	29.00	0.62	77.38
クロルデン 2	I	> LOD	0.26	32.75	0.70	87.38
クロルフェナビル	I	> LOD	0.19	23.88	0.51	63.63

表 5. 日内および日間の定量真度

平均定量真度 (%). 日単位 N = 5、平均 N = 15				
化合物	1 日目	2 日目	3 日目	3 日間の平均
PCNB	74.18	92.07	105.95	90.73
メチルパラチオン	109.08	113.18	86.72	102.99
キャプタン	118.19	117.01	105.3	113.50
クロルデン 1	93.74	92.21	72.15	86.03
クロルデン 2	96.86	96.6	104.68	99.38
クロルフェナビル	99.99	96.96	112.39	103.11

表 6. 日間の真度と精度。N = 15

化合物	ターゲットキャリブレーションレベル (ppb)	経験に基づく平均と信頼度 99% の間隔	真度 (%)	精度 (% RSD)
PCNB	0.25	0.23±0.019	91	6.96
メチルパラチオン	0.25	0.28±0.013	111	4.71
キャプタン	4.00	4.31±0.50	108	10.00
クロルデン 1	1.00	0.86±0.071	86	7.61
クロルデン 2	1.00	0.99±0.081	99	7.02
総クロルデン	1.00	0.93±0.076	93	7.32
クロルフェナビル	1.00	1.02±0.059	102	5.08

表 7. 各成分の範囲の曲線タイプと重み付け。すべての R<sup>2</sup> 値が > 0.998

化合物	バイアル中範囲 (ppb)	キャリブレーションレベルの数	曲線	重み付け
PCNB	0.016 ~ 64.00	8	直線	1/x
メチルパラチオン	0.016 ~ 64.00	8	直線	1/x
キャプタン	1.00 ~ 64.00	5	直線	1/x
クロルデン 1	0.016 ~ 64.00	8	直線	1/x
クロルデン 2	0.016 ~ 64.00	8	直線	1/x
クロルフェナビル	0.016 ~ 64.00	8	直線	1/x

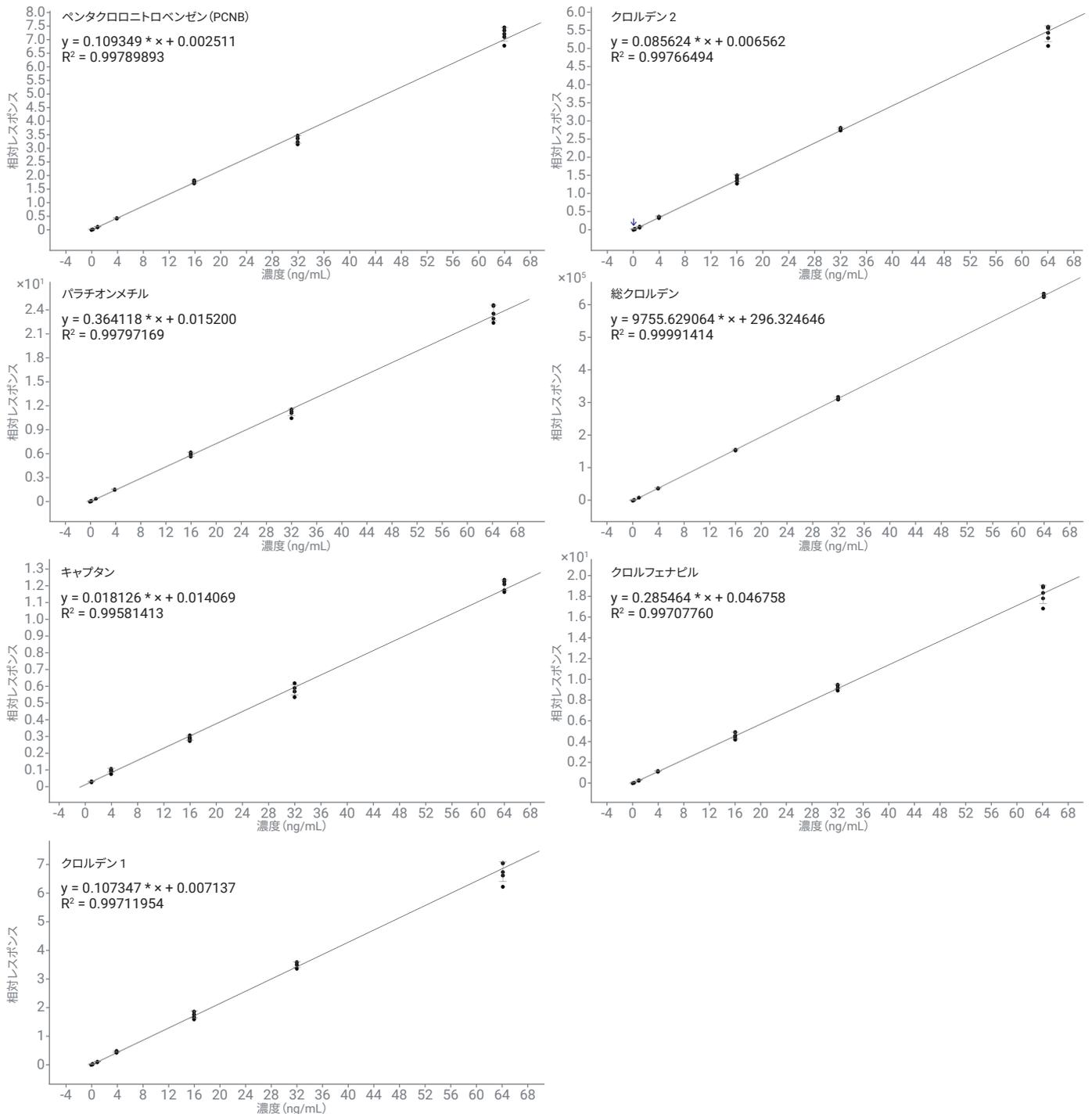


図 3. 検量線。直線回帰は各キャリブレーションレベルでの 5 回の注入に合わせています。総クロルデンの検量線は、8 つの各キャリブレーションレベルでの 5 回の繰り返し注入の合計を表しており、合計データポイントは 40 になります。

## 結論

この研究では、Agilent Intuvo 9000 / 7010B GC/MS/MS システムを用いて Fast-5 大麻の農薬の真度、精度、LOD、LOQ、範囲、直線性を測定しました。実証された選択性、感度、直線性は、LC/MS/MS を用いて陰イオン化 APCI モードで分析した場合に PCNB などの化合物で報告された数値を大幅に超えています。マトリックスのキャリブレーション範囲は 2 ~ 8,000 ppb (キャプタンの場合は 125 ~ 8,000 ppb) であるため、カリフォルニア州の大麻管理局が定めた吸引大麻およびその他の大麻製品を 1 つのメソッドで定量できます<sup>4</sup>。追加されたベストプラクティスによって、メソッドの信頼性と堅牢性が大幅に向上し、大麻分析ラボにおける日々の生産性が向上しました。このメソッドは、Stone およびその他のメンバーによる『Determination of Pesticides and Mycotoxins as Defined by California State Recreational Cannabis Regulations』と組み合わせて使用します<sup>5</sup>。

## 参考文献

1. Curtis, M. *et al. Cannabis Science and Technology* **2019**, 2(5), 56–60, 70.
2. Honnold, R.; Eric Fausett, E.; Westland, J.; Macherone, A. A Fast Analysis of the GC/MS/MS Amenable Pesticides Regulated by the California Bureau of Cannabis Control. *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5994-1019, **2019**.
3. Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate. AOAC Official Method 2007.01. AOAC International, **2007**.
4. BUREAU OF CANNABIS CONTROL TEXT OF REGULATIONS. CALIFORNIA CODE OF REGULATIONS TITLE 16 DIVISION 42. BUREAU OF CANNABIS CONTROL. Retrieved October 14, 2019 from [https://www.bcc.ca.gov/law\\_regs/cannabis\\_order\\_of\\_adoption.pdf](https://www.bcc.ca.gov/law_regs/cannabis_order_of_adoption.pdf)
5. Stone, P. J. W.; Hitchcock, J.; Roy, J-F.; Deckers, C. Determination of Pesticides and Mycotoxins as Defined by California State Recreational Cannabis Regulations. *Agilent Technologies Application Note*, 5994-0648EN, **2019**.

## 付録

### アナライトプロテクタントの前処理

- L-グルン酸 $\gamma$ -ラクトン  
(L-グルノラクトン)、  
CAS no.1128-23-0：純度 >95 %、  
Sigma-Aldrich
- (g) D-ソルビトール、CAS no. 50-70-4：  
純度 >95 %、Sigma-Aldrich

### L-グルノラクトン原液

約 500 mg の L-グルノラクトンを量り、10 mL のメスフラスコに入れます。4 mL の水を添加し、アセトニトリルで量を増やします。必要に応じて、超音波処理して溶解します。

### (k) D-ソルビトール原液

約 500 mg の D-ソルビトールを量り、10 mL のメスフラスコに入れます。5 mL の水を添加し、アセトニトリルで量を増やします。必要に応じて、超音波処理して溶解します。

### (l) アナライトプロテクタント (AP) 溶液 (20 mg/mL の L-グルノラクトンと 10 mg/mL の D-ソルビトール複合溶液)

4 mL の L-グルノラクトン原液と 2 mL の D-ソルビトール原液を 10 mL のメスフラスコに入れ、アセトニトリルで量を増やします。

GC/MS/MS システムで使用する場合は、この混合液を 1:10 の割合でアセトニトリルで希釈し、オートサンプラの回転トレイの位置 2 に配置します。標準のサンドイッチ手法（上下に 0.2  $\mu$ L のエアプラグ、および 0.2  $\mu$ L の保護剤）を使用します。

使用時まで冷蔵しておきます。冷蔵庫に保管します。使用可能期間は 1 か月です。回転トレイ上では、時間がたつとこの混合液が分解されるため、3 日ごとにトレイ上の溶液を交換し、感度の低下やテーリングが発生しないようにする必要があります。

### サンドイッチ注入の設定

上記の濃度で、オートサンプラの L2 の位置 (2 mL のバイアル) に、アナライトプロテクタントを含むバイアルを配置します。2  $\mu$ L のサンプルと 0.2  $\mu$ L のアナライトプロテクタントを注入します。これは一種のマトリックスマッチング標準として機能します。これを使用して標準試薬とサンプルも注入します。

#### Injector

Injection  
Syringe Size: 10  $\mu$ L

Injection Volume: 2  $\mu$ L

Washes and Pumps

	PreInj	PostInj	Volume ( $\mu$ L)
Solvent A Washes:	0	3	Max (8)
Solvent B Washes:	0	3	Max (8)
Sample Washes:	3	3	
Sample Pumps:	3		

<<

Dwell Time  
Pre-Injection: 0 min  
Post-Injection: 0 min

Sample Depth  
 Enable 0 mm

Plunger Speed (Variable)  
 Fast  Slow  Variable

	Draw	Dispense
Solvent Wash	300 $\mu$ L/min	3000 $\mu$ L/min
Sample Wash	75 $\mu$ L/min	300 $\mu$ L/min
Inject		3000 $\mu$ L/min

Viscosity Delay: 3 sec

Injection Type  
2-layer Sandwich (L1,L2)

L1 air gap:	0.2 $\mu$ L
L2 volume:	0.2 $\mu$ L
L2 air gap:	0.2 $\mu$ L
L3 volume:	1 $\mu$ L
L3 air gap:	0.2 $\mu$ L

Total syringe volume used: 2.6  $\mu$ L



図 A1. 2 層サンドイッチ注入の設定

または、アナライトプロテクタントを使用して各バイアルをスパイクすることもできますが、この方法ではサンプル前処理が増えます（この作業にはオートサンプラを使用することを推奨します）。

## 免責事項

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](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。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2019

Printed in Japan, November 26, 2019

5994-1604JAJP

DE.3926041667