

# Agilent 8890/7010B および 7890B/7000C トリプル四重極 GC/MS システムによる 牛乳中の残留農薬多成分一斉分析における 定量下限の検討

## 著者

Youjuan Zhang and Xia Yang  
Agilent Technologies  
(Shanghai) Co. Ltd.

## はじめに

牛乳および乳製品の安全性確保のため、一部の国では残留農薬に基準値を設ける一連の規制を発表しています。この基準値を満たせるよう、これらの規制には公定法が定められています。政府の規制では、牛乳中の農薬の最大許容残留量は、果実や野菜中の最大許容残留量よりも通常は大幅に低く規定されています<sup>1</sup>。こういった規制に対応するには、高感度での検出が行える高度な分析装置が必要です。本アプリケーションノートでは、Agilent 7890B/7000C および Agilent 8890/7010B トリプル四重極 GC/MS システムという 2 つの GC/MS/MS について解説します。いずれのシステムも牛乳中の農薬分析に用いることができ、それぞれのシステムの直線性範囲に適用できます。結果から、8890/7010B システムでは 60 % 近い農薬で 1 ng/mL での検出が可能であり、7890B/7000C システムでは 10 % の農薬で 1 ng/mL での検出が可能であることが示されました。

## 実験方法

### 試薬

試薬と溶媒はすべて HPLC グレードまたは分析グレードのものを使用しました。アセトニトリル (ACN) は Honeywell (マスキーゴン、ミシガン州、米国) から購入しました。農薬標準品は Alta (天津、中国) から購入しました。各々の農薬原液 (100 µg/mL) の ACN 溶液は -20 °C で保管し、混合溶液 (1 µg/mL) を ACN で調製して -20 °C で保管しました。

### 牛乳サンプルと標準溶液の調製

これらのサンプルは、アプリケーションノート「Agilent Captiva EMR-Lipid と LC/MS/MS および GC/MS/MS による牛乳中の複数種類の残留農薬の多成分分析」<sup>2</sup> のメソッドに従って調製しました。詳細は次のとおりです。5 mL の牛乳を 50 mL の遠心分離チューブに移しました。各遠心分離チューブに、セラミックホモジナイザ 2 個、アセトニトリル 10 mL および Agilent QuEChERS 抽出キット (部品番号 5982-5650) を加えました。サンプルを Geno/Grinder で機械的に 1,000 rpm で 5 分間振動させ、続いて、10 °C で 4,000 rpm の遠心分離をさらに 5 分間行いました。抽出物の 4.8 mL を分取して、新しいチューブに移し、1.2 mL の水を加えて静にかき混ぜました。次に、同じサンプル混合物を Agilent Captiva EMR-Lipid 6 mL カートリッジに負荷しました。自然落下後、1.5 mL の溶出溶媒 (80/20 ACN/H<sub>2</sub>O) を Captive EMR-Lipid に加え、自然落下させました。次に、5 mL の溶出液を新しい 15 mL 遠心分離チューブに移し、3.5 g の無水硫酸マグネシウム<sub>4</sub> (EMR 脱水用塩パウチ、製品番号 5982-0102) をチューブに加えて脱水しました。サンプルを 3 分間強くボルテックスし、続いて、遠心分離を 8000 rpm で 5 分間行いました。サンプル抽出物を、オートサンプリャイアルに移し、GC/MS/MS 分析を行いました。

マトリクスマッチング検量線用標準液は、ブランクマトリクス抽出物に農薬をスパイクして調製しました。ブランクマトリクス抽出物は、予備スクリーニング中に農薬が 1 つも同定されなかった牛乳サンプルの 1 つから作成されたものです。各検量線溶液は、牛乳中で 1、2、5、10、20、50、100、200、500 ng/mL になるようにスパイクしました。サンプル前処理ワークフロー全体で、GC/MS/MS 用の元のサンプル濃度の 2.5 倍希釈を用いていることから、バイアル中の検量線溶液の最終濃度は 0.4、0.8、2、4、8、20、40、80、200 ng/mL でした。本研究で述べる濃度はサンプル前処理に先立って添加されるスパイク濃度とします。

### 分析条件

2 種類の GC/MS/MS 装置で、牛乳中の農薬の分析を行いました。7890B/7000C システムは、不活性化され、かつ幅広い検量線範囲を持つエクストラクタ EI イオン源を搭載した構成でした。8890/7010B システムは、最大でエクストラクタイオン源の 20 倍のイオンを生成でき、超微量レベルで信頼性の高い分析を行える、超高感度イオン源 (HES) で構成しました<sup>3</sup>。MRM トランジション、コリジョンエネルギー、注入口圧力といった分析条件を含むメソッドを、Agilent MassHunter 農薬および環境汚染 MRM データベースによって自動かつ簡単に構築しました。リテンションタイムロッキング (RTL) を取り入れることで、異なる機器間のリテンションタイムの一貫性とデータベースとの整合性も確保しました。表 1 に、GC/MS/MS 装置の設定条件を示します。

表 1. GC/MS/MS の農薬分析条件

パラメータ	設定値
注入量	1 µL
注入口	スプリット/スプリットレス、温度：280 °C。スプリットレスモード、パージフロー 30 mL/min (0.75 分)
注入口ライナ	Agilent ウルトラライナート、スプリットレス、シングルテーパー、ガラスウール入り (部品番号 5190-2293)
カラム	Agilent HP-5ms UI、30 m × 0.25 mm、0.25 µm (部品番号 19091S-433UI)
キャリアガス	ヘリウム、~ 1.019 mL/分のコンスタントフロー
オープンプログラム	60 °C (1 分間)、40 °C /分で 120 °C まで、その後 5 °C /分で 310 °C まで
トランスファーライン温度	280 °C
コリジョンセル EPC	クエンチガス He、2.25 mL/分。コリジョンガス N <sub>2</sub> 、1.5 mL/分
イオン源温度 (HES/ エクストラクタ)	280 °C
四重極温度 (MS1 および MS2)	150 °C
取り込みモード	dMRM
EM 電圧ゲインモード	10
溶媒待ち時間	3 min
チューニングファイル	Atunes.eihs.tune.xml (7010B の HES) /Atunes.eiex.tune.xml (7000C のエクストラクタ)

## 結果および考察

表 2 は、7890B/7000C システムと 8890/7010B システムの直線性範囲と R<sup>2</sup> 値の一覧です。検量線範囲は 1 ~ 500 ng/mL で、いずれのシステムでも、これについて検証を行っています。大半の分析対象物はこの検量線範囲を満たすことができましたが、一部の分析対象物は、GC/MS/MS システムで得られるレスポンスが低いいため、最低濃度を確保することができませんでした。例えば、ノバルロンの場合、7010B システムでは 5 ~ 500 ng/mL の直線範囲ですが、7000C システム

では 50 ~ 500 ng/mL の範囲でした。クロラントラニリプロールの場合も、7010B システムでは 10 ~ 500 ng/mL の直線範囲ですが、7000C システムでは 50 ~ 500 ng/mL の範囲でした。2 つのシステムはいずれも検出要件を満たせませんが、7010B システムの検出能力は、いくつかの規制の要件をはるかに上回ります。表 2 に、各化合物の詳しい直線性範囲を示します。図 1 には、7890B/7000C、8890/7010B の各トリプル四重極システムで検出できた定量下限を示しています。定量下限は、機器の直線範囲内に収まる、標準溶液の最低濃度です。大半の農薬の場合、

8890/7010B システムでは、7890B/7000C システムに比べ、定量下限が大幅に低いことを示しています。理論上は、HES 搭載の 7010B システムは、エクストラクタイオン源搭載の 7000C システムよりも最大で 20 倍以上のイオンを生成でき、超微量レベルで信頼性の高い分析が行えます。しかし、実際には、感度はさまざまな要因、特に化合物そのものの特性の影響を受けます。

表 2. 8890/7010B、7890B/7000C の各トリプル四重極システムによる、農薬の検量線結果

化合物名	RT (分)	トランジション		直線性範囲 (ng/mL)		R <sup>2</sup>	
		定量	定性	Agilent 7010B	Agilent 7000C	Agilent 7010B	Agilent 7000C
2,4,6-トリクロロフェノール	7.726	131.8 → 97.0	96.9 → 62.0	1 ~ 500	1 ~ 500	0.9976	0.9952
アセタミプリド	27.873	126.0 → 73.0	152.0 → 116.1	5 ~ 500	100 ~ 500	0.9948	NA
アルドリノ	19.569	262.9 → 192.9	254.9 → 220.0	1 ~ 500	10 ~ 500	0.9984	0.9985
アジンホスエチル	30.617	132.0 → 77.1	160.0 → 77.1	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9930	0.9946
アジンホスメチル	29.349	160.0 → 77.0	160.0 → 132.1	5 ~ 500	20 ~ 500	0.9950	0.9837
アゾキシストロピン	37.058	344.1 → 329.0	344.1 → 171.9	5 ~ 500	10 ~ 500	0.9953	0.9986
ベンタゾン	20.364	119.0 → 92.0	198.0 → 119.0	10 ~ 500	20 ~ 500	0.9936	0.9995
ピフェントリン	28.326	181.2 → 165.2	181.2 → 166.2	1 ~ 500	1 ~ 500	0.9900	0.9998
ピテルタノール	31.51	170.1 → 141.1	170.1 → 115.0	5 ~ 500	10 ~ 500	0.9979	0.9991
ボスカリド	33.36	140.0 → 112.0	140.0 → 76.0	1 ~ 500	2 ~ 500	0.9940	0.9993
ブプロフェジン	23.764	104.0 → 51.0	104.0 → 77.0	10 ~ 500	10 ~ 500	0.9947	0.9993
キャプタン	21.419	151.0 → 80.0	149.0 → 79.1	50 ~ 500	100 ~ 500	0.9991	NA
カルバリル	18.249	144.1 → 116.1	144.1 → 89.0	2 ~ 500	5 ~ 500	0.9909	0.9994
キノメチオネート (オキシチオキノックス)	21.885	233.9 → 206.1	206.0 → 148.1	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9950	0.9998
クロラントラニリプロール	28.337	277.8 → 215.0	277.8 → 248.8	10 ~ 500	50 ~ 500	0.9924	NA
クロルデン-cis	22.55	271.8 → 236.9	372.8 → 265.9	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9978	0.9981
オキシクロルデン	21.14	114.9 → 51.1	114.9 → 87.0	1 ~ 500	10 ~ 500	0.9976	0.9996
クロルデン-trans	21.986	271.7 → 236.9	372.8 → 265.8	1 ~ 500	10 ~ 500	0.9978	0.9998
クロルフェンビンホス	21.547	266.9 → 159.1	322.8 → 266.8	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9941	0.9998
クロルプロファミ	13.311	153.0 → 90.0	153.0 → 125.1	1 ~ 500	10 ~ 500	0.9996	0.9898
クロルピリホス	19.99	198.9 → 171.0	196.9 → 169.0	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9931	0.9994
クロルピリホスメチル	18.102	285.9 → 93.0	287.9 → 92.9	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9900	0.9985
クロフェンテジン	5.28	136.7 → 102.0	138.7 → 102.0	1 ~ 500	1 ~ 500	1.0000	0.9993
クマホス	31.967	210.0 → 182.0	361.9 → 109.0	5 ~ 500	20 ~ 500	0.9925	0.9974
シフルトリン-1	32.788	226.0 → 206.0	198.9 → 170.1	2 ~ 500	5 ~ 500	0.9978	0.9977
シフルトリン-2	32.969	226.0 → 206.0	198.9 → 170.1	2 ~ 500	5 ~ 500	0.9962	0.9982
シフルトリン-3	33.118	226.0 → 206.0	198.9 → 170.1	5 ~ 500	10 ~ 500	0.9978	0.9965
シフルトリン-4	33.2	226.0 → 206.0	198.9 → 170.1	5 ~ 500	10 ~ 500	0.9960	0.9984
シベルメトリン-1	33.109	163.0 → 91.0	163.0 → 127.0	5 ~ 500	10 ~ 500	0.9972	0.9980

化合物名	RT (分)	トランジション		直線性範囲 (ng/mL)		R <sup>2</sup>	
		定量	定性	Agilent 7010B	Agilent 7000C	Agilent 7010B	Agilent 7000C
シベルメトリン-2	33.197	163.0 → 91.0	163.0 → 127.0	5 ~ 500	10 ~ 500	0.9974	0.9977
シベルメトリン-3	33.371	163.0 → 127.0	163.0 → 91.0	2 ~ 500	10 ~ 500	0.9963	0.9981
シベルメトリン-4	33.564	163.0 → 91.0	163.0 → 127.0	2 ~ 500	10 ~ 500	0.9957	0.9968
シプロジニル	20.899	225.2 → 224.3	224.2 → 208.2	1 ~ 500	1 ~ 500	0.9929	0.9996
シロマジン	15.469	151.0 → 109.0	165.9 → 151.0	2 ~ 500	10 ~ 500	0.9900	0.9996
DDD- <i>o,p'</i>	23.715	235.0 → 165.2	237.0 → 165.2	1 ~ 500	20 ~ 500	0.9998	0.9981
DDD- <i>p,p'</i>	24.929	234.9 → 165.1	236.9 → 165.2	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9998	0.9975
DDT- <i>o,p'</i>	25.037	235.0 → 165.2	237.0 → 165.2	1 ~ 500	1 ~ 500	0.9969	0.9998
DDT- <i>p,p'</i>	26.265	235.0 → 165.2	237.0 → 165.2	1 ~ 500	2 ~ 500	0.9963	0.9998
デルタメトリン	36.521	252.9 → 93.0	250.7 → 172.0	2 ~ 500	10 ~ 500	0.9934	0.9973
デメトン-S-メチル	12.7	88.0 → 60.0	142.0 → 78.9	5 ~ 500	10 ~ 500	0.9914	0.9979
ダイアジノン	16.415	137.1 → 84.0	137.1 → 54.0	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9948	0.9984
ジクロフェンチオン	17.763	278.9 → 222.9	222.9 → 204.9	1 ~ 500	1 ~ 500	0.9933	0.9992
ジクロラン	14.737	206.1 → 176.0	160.1 → 124.1	1 ~ 500	10 ~ 500	0.9953	0.9997
ジクロロボス	6.134	109.0 → 79.0	184.9 → 93.0	5 ~ 500	20 ~ 500	0.9978	0.9904
ジクロトホス	13.752	127.0 → 109.0	127.0 → 95.0	5 ~ 500	5 ~ 500	0.9965	0.9995
ディルドリン	23.382	262.9 → 193.0	277.0 → 241.0	2 ~ 500	10 ~ 500	0.9985	0.9983
ジフェノコナゾール I	35.851	322.8 → 264.8	264.9 → 202.0	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9942	0.9990
ジフェノコナゾール II	35.979	322.8 → 264.8	264.9 → 202.0	1 ~ 500	2 ~ 500	0.9925	0.9992
ジメチピン	15.247	118.0 → 58.0	124.0 → 76.0	1 ~ 500	20 ~ 500	0.9974	0.9998
ジメトエート	14.846	87.0 → 46.0	142.9 → 111.0	2 ~ 500	10 ~ 500	0.9964	0.9996
ジフェニルアミン	12.696	169.0 → 168.2	168.0 → 167.2	1 ~ 500	1 ~ 500	0.9976	0.9977
エンドスルファン I ( $\alpha$ 異性体)	22.42	194.9 → 159.0	194.9 → 125.0	2 ~ 500	20 ~ 500	0.9971	0.9947
エンドスルファン II ( $\beta$ 異性体)	24.513	206.9 → 172.0	194.9 → 124.9	1 ~ 500	20 ~ 500	0.9967	0.9982
硫酸エンドスルファン	26.03	271.9 → 237.0	273.8 → 238.9	1 ~ 500	1 ~ 500	0.9929	0.9998
エンドリン	24.162	262.8 → 193.0	244.8 → 173.0	2 ~ 500	10 ~ 500	0.9932	0.9994
エチオン	25.192	230.9 → 129.0	230.9 → 175.0	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9955	0.9987
エトフェンプロックス	33.918	163.0 → 107.1	163.0 → 135.1	1 ~ 500	1 ~ 500	0.9924	0.9999
エトプロホス	12.985	157.9 → 97.0	157.9 → 114.0	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9932	0.9982
ファミキサドン	37.056	197.0 → 115.0	223.9 → 196.2	5 ~ 500	20 ~ 500	0.9957	0.9948
フェンアミドン	28.623	238.0 → 237.2	268.0 → 180.2	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9912	0.9996
フェナミホススルホン	27.887	319.8 → 292.0	171.0 → 107.0	10 ~ 500	10 ~ 500	0.9924	0.9999
フェントロチオン	19.165	277.0 → 260.1	277.0 → 109.0	1 ~ 500	10 ~ 500	0.9955	0.9970
フェンプロバトリン	28.519	181.1 → 152.1	207.9 → 181.0	2 ~ 500	10 ~ 500	0.9931	0.9993
フェンプロピモルフ	19.979	128.1 → 70.1	128.1 → 110.1	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9941	0.9992
フェンスルホチオン	24.771	291.8 → 156.0	291.8 → 108.8	2 ~ 500	5 ~ 500	0.9952	0.9957
フェンチオン	19.899	278.0 → 109.0	278.0 → 169.0	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9921	0.9991
フェンバレレート I	35.11	167.0 → 125.1	224.9 → 119.0	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9945	0.9964
フェンバレレート II	35.512	167.0 → 125.1	224.9 → 119.0	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9944	0.9965
フィプロニル	21.642	366.8 → 212.8	368.8 → 214.8	1 ~ 500	10 ~ 500	0.9936	0.9997
フィプロニルスルフィド	21.379	351.0 → 254.9	420.0 → 350.9	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9953	0.9998
フィプロニルスルホン	23.961	382.8 → 254.9	384.8 → 256.8	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9952	0.9992
フルシラゾール	23.862	233.0 → 165.1	233.0 → 91.0	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9908	0.9999
HCH- $\alpha$	14.297	216.9 → 181.0	218.9 → 183.0	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9992	0.9966

化合物名	RT (分)	トランジション		直線性範囲 (ng/mL)		R <sup>2</sup>	
		定量	定性	Agilent 7010B	Agilent 7000C	Agilent 7010B	Agilent 7000C
HCH-β	15.336	181.0 → 145.0	216.9 → 181.1	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9990	0.9982
HCH-δ	16.495	181.1 → 145.1	217.0 → 181.1	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9985	0.9987
HCH-γ	15.562	181.0 → 145.0	216.9 → 181.0	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9986	0.9958
ヘブタクロル	18.283	271.7 → 236.9	273.7 → 238.9	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9960	0.9995
ヘブタクロルエキソエポキシド	21.098	352.8 → 262.9	354.8 → 264.9	2 ~ 500	20 ~ 500	0.9938	1.0000
ヘキサクロロベンゼン	14.561	283.8 → 213.9	283.8 → 248.8	2 ~ 500	100 ~ 500	0.9996	NA
イソピラザム	31.01	159.0 → 42.1	159.0 → 139.0	2 ~ 500	5 ~ 500	0.9914	0.9996
マラチオン	19.646	126.9 → 99.0	172.9 → 99.0	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9950	0.9997
メカルバム	21.625	158.9 → 131.0	130.9 → 74.0	5 ~ 500	20 ~ 500	0.9955	0.9997
メタクリホス	10.43	207.9 → 180.1	207.9 → 93.0	1 ~ 500	1 ~ 500	0.9979	0.9967
メタミドホス	5.839	141.0 → 95.0	141.0 → 79.0	1 ~ 500	10 ~ 500	0.9944	0.9964
メチダチオン	22.09	144.9 → 85.0	144.9 → 58.1	1 ~ 500	2 ~ 500	0.9911	0.9992
メトラフェノン	30.979	208.9 → 166.0	394.8 → 364.8	5 ~ 500	10 ~ 500	0.9945	0.9996
ノバルロン	6.46	168.0 → 75.9	168.0 → 139.9	5 ~ 500	50 ~ 500	0.9926	NA
オキサミル	11.015	162.0 → 114.9	98.0 → 58.0	5 ~ 500	20 ~ 500	0.9928	0.9999
バラチオン	20.005	139.0 → 109.0	290.9 → 109.0	1 ~ 500	10 ~ 500	0.9904	0.9981
ベンタクロロニトロベンゼン	15.761	295.0 → 237.0	236.9 → 142.9	1 ~ 500	10 ~ 500	0.9967	0.9992
ベルメトリン, (1R) -cis-	31.605	183.1 → 168.1	183.1 → 153.0	5 ~ 500	10 ~ 500	0.9959	0.9996
ベルメトリン, (1R) -trans-	31.854	183.1 → 168.1	183.1 → 153.0	5 ~ 500	10 ~ 500	0.9954	0.9995
フェントエート	21.659	273.7 → 121.0	273.7 → 124.9	1 ~ 500	10 ~ 500	0.9962	0.9995
ホレート	14.199	260.0 → 75.0	230.9 → 128.9	2 ~ 500	10 ~ 500	0.9926	0.9985
ホレートスルホン	19.757	124.9 → 96.9	153.0 → 97.0	2 ~ 500	5 ~ 500	0.9919	0.9988
ホサロン	29.381	182.0 → 111.0	182.0 → 102.1	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9915	0.9962
ホスメット	27.966	160.0 → 77.1	160.0 → 133.1	1 ~ 500	10 ~ 500	0.9951	0.9925
ピリミカルブ	17.371	166.0 → 55.1	238.0 → 166.2	1 ~ 500	2 ~ 500	0.9930	0.9991
ピリミホスメチル	19.304	290.0 → 125.0	232.9 → 151.0	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9941	0.9993
ブクロラズ	32.089	195.9 → 96.9	180.0 → 138.0	2 ~ 500	20 ~ 500	0.9981	0.9987
ブロフェノホス	23.298	207.9 → 63.0	338.8 → 268.7	1 ~ 500	10 ~ 500	0.9932	0.9998
ブロボニル	17.7	161.0 → 99.0	161.0 → 90.0	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9935	0.9997
ブロピコナゾール	26.158	172.9 → 145.0	172.9 → 74.0	5 ~ 500	5 ~ 500	0.9951	0.9997
ブロチオホス	23.187	266.9 → 239.0	308.9 → 238.9	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9910	0.9997
ピラクロストロピン	35.179	132.0 → 104.0	132.0 → 77.1	10 ~ 500	20 ~ 500	0.9913	0.9993
ピリメタニル	16.152	198.0 → 118.1	198.0 → 183.1	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9960	0.9984
ピリプロキシフェン	29.613	136.1 → 78.1	136.1 → 96.0	1 ~ 500	1 ~ 500	0.9969	0.9997
キナルホス	21.626	146.0 → 118.0	146.0 → 91.0	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9953	0.9995
キノキシフェン	26.03	271.9 → 237.1	237.0 → 208.1	1 ~ 500	1 ~ 500	0.9925	0.9998
ロンネル	18.642	285.0 → 269.9	286.9 → 272.0	1 ~ 500	2 ~ 500	0.9908	0.9992
スピロジクロフェン	31.549	109.1 → 81.1	109.1 → 79.1	10 ~ 500	20 ~ 500	0.9975	0.9990
スルホキサフロール	12.695	173.7 → 104.1	173.7 → 154.0	2 ~ 500	20 ~ 500	0.9976	0.9933
テルブホス	15.855	230.9 → 175.0	230.9 → 129.0	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9949	0.9988
テルブホススルホン	21.215	153.0 → 97.0	198.9 → 96.9	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9960	0.9994
テトラジホン	29.016	158.9 → 131.0	226.9 → 199.0	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9970	0.9998
チアベンダゾール	21.22	201.0 → 174.0	201.9 → 175.0	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9943	0.9985
トリアジメホン	20.098	208.0 → 181.1	208.0 → 111.0	1 ~ 500	5 ~ 500	0.9929	0.9996
トリアゾホス	25.643	161.2 → 134.2	161.2 → 106.1	2 ~ 500	5 ~ 500	0.9901	0.9993

NA:この化合物は5点の検量線コンレベルよりも低いため、R<sup>2</sup>値は算出しませんでした。

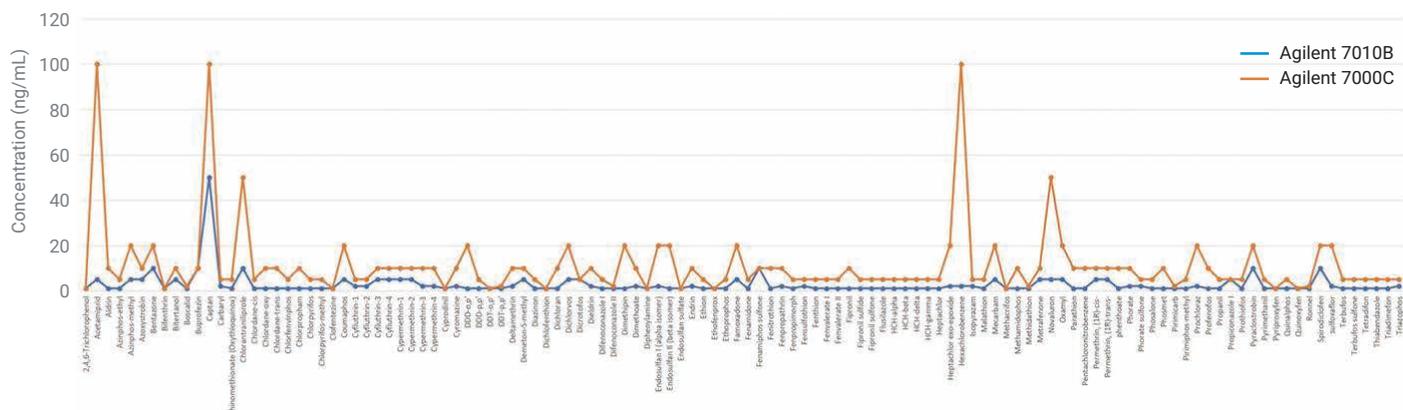


図 1. Agilent 7890B/7000C、Agilent 8890/7010B の各トリプル四重極システムで検出できた定量下限

図 2 に、2 つのシステムで検出できた定量下限の統計結果を示します。118 種の農薬のうち 13.5 % の化合物について、7010B、7000C のいずれでも、定量下限は同じで、28 % の化合物については、定量下限は 7010B で、7000C よりも 2 ~ 4 倍低く、39.0 % の化合物では、定量下限は 7010B で、7000C よりも 5 倍低く、15.3 % の化合物については、定量下限は 7010B で、7000C よりも 10 倍低くなりました。さらに、4.2 % の化合物については、定量下限は 7010B で、7000C よりも 20 倍低くなりました。

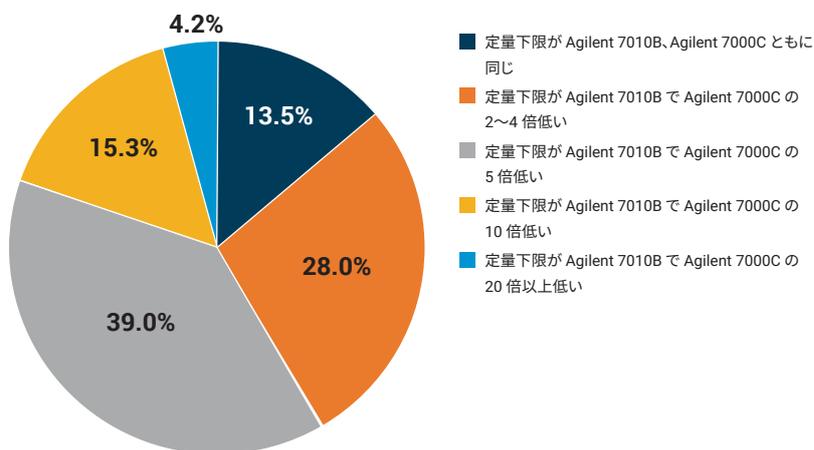


図 2. Agilent 7890B/7000C、Agilent 8890/7010B の各トリプル四重極システムの定量下限の統計結果

ほとんどの農薬について、7010 システムの方が、低い定量下限値を示し、低濃度で、より良好なピーク形状と S/N 比が得られました。図 3、4 に示すように、オキシクロルデンの場合、HES イオン源による 10 ng/mL での S/N 比は 32.0 で、エクストラクタイオン源による場合は 7.4 でした。ホスメットの場合は、HES イオン源による 10 ng/mL での S/N 比は 23.1 で、エクストラクタイオン源による場合は 5 でした。この 2 つの化合物の場合、10 ng/mL のレベルで良好な定性 / 定量比が得られました。HES イオン源を用いた場合は、良好なピーク形状が得られ、ノイズも低いことが分かりました。表 2 には、7010B、7000C の 2 つのシステムでの各農薬の決定係数も示しています。7000C システムでのアンジホスメチルとクロルプロファミを除くすべての化合物について、2 つのシステムで  $R^2$  値 0.99 以上の直線性が得られました。

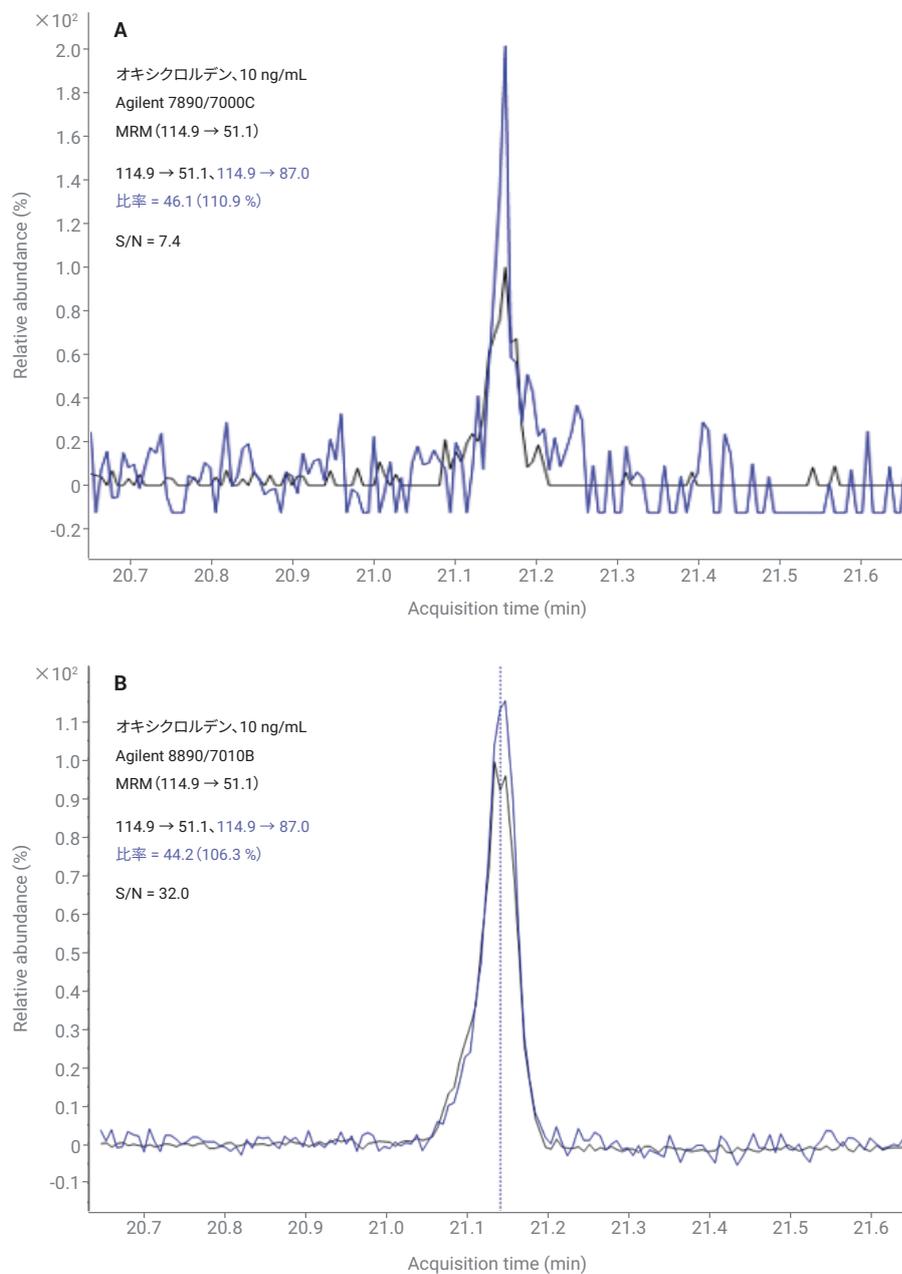


図 3. オキシクロルデンの定性および定量の MRM クロマトグラム

## 結論

牛乳中の残留農薬多成分の直線性範囲と定量下限について、7890B/7000C および 8890/7010B トリプル四重極 GC/MS システムの性能評価を行いました。HES イオン源搭載の 8890/7010B トリプル四重極 GC/MS システムを用いた本研究で分析した118 種の農薬では、60 % 近くの農薬を1 ng/mL といった超微量レベルまで分析することが可能で、優れた性能を発揮することが分かりました。

## 参考文献

1. GB 2763-2019 National food safety standard—Maximum residue limits for pesticides in food: <https://www.codeofchina.com/standard/GB2763-2019.html>.
2. Yang, X.; Zhang, Y. J.; Zhang Z. M. Agilent Captiva EMR-Lipid とLC/MS/MS および GC/MS/MS による牛乳中の複数種類の残留農薬の多成分分析、アジレント・テクノロジーアプリケーションノート、5994-2038JAJP, **2020**.
3. Andrianova, A. A.; Westland, J. L.; Quimby, B. D. イチゴ中の US EPA 許容レベルの農薬の定量分析、アジレント・テクノロジーアプリケーションノート、5994-0779JAJP, **2019**.

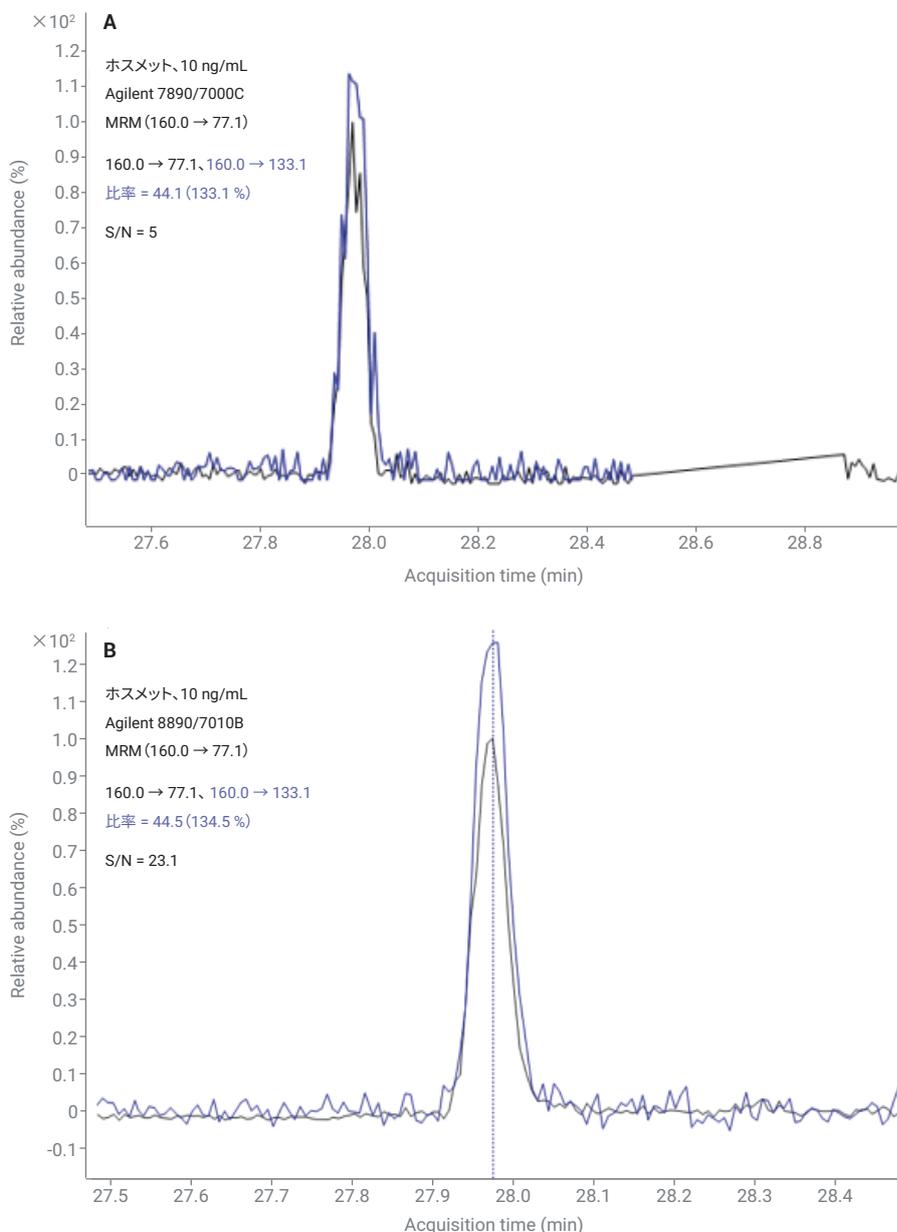


図 4. ホスメットの定性および定量のMRM クロマトグラム

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

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. 2020  
Printed in Japan, September 14, 2020  
5994-2343JAJP  
DE.3164814815