

# Application News

## No. C181A

LC/MS

### トリプル四重極型 LC/MS/MS を用いた 飲料中グリホサート・グルホシネート・ AMPA の直接分析

グルホシネートはアミノ酸系除草剤として、グリホサートは茎葉処理除草剤として広く使用される農薬です。グリホサートは土壌中や水中で代謝され、アミノメチルリン酸 (AMPA) となります。いずれも極めて極性の高い化合物であり、HPLC や LC-MS においては逆相モードでの保持が難しく、FMOC での誘導体化による分析が一般的です。

本アプリケーションニュースでは、煩雑な前処理と時間を要する誘導体化を省略し、高感度にグリホサート・グルホシネート・AMPA を測定した例をご紹介します。

M. Kawashima

#### 標準溶液の分析

表 1 に示す分析条件にて、グリホサート・グルホシネート・AMPA の MRM 測定を実施しました。5  $\mu\text{g/L}$  における各化合物のクロマトグラムを図 1 に、検量線を図 2 に示しました。また、各検量点の正確さおよび面積値再現性 (%RSD) を表 2 に示しました。検量点の正確さは 95.3~106.9% となっており、良好な結果が得られました。

表 1 分析条件

Instrument (LC)	: Nexera™ X2*		
Column	: HILICpak VT-50 2D (150 mmL x 2.0 mmI.D., 5.0 $\mu\text{m}$ , 昭和電工製)		
Mobile phases	: A: 50 mmol/L Ammonium bicarbonate - Water B: Acetonitrile		
Gradient	: B Conc. 50% (0.0-3.0 min) $\rightarrow$ 5% (7.0-20.0 min) $\rightarrow$ 50% (20.01-30.0 min)		
Flow rate	: 0.25 mL/min		
Column temperature	: 40 $^{\circ}\text{C}$		
Injection volume	: 50 $\mu\text{L}$		
Instrument (MS)	: LCMS™-8050		
Probe voltage	: -3.0 kV (ESI-negative mode)		
Nebulizing gas flow	: 2 L/min		
Heating gas flow	: 10 L/min		
Interface temperature	: 300 $^{\circ}\text{C}$		
DL temperature	: 250 $^{\circ}\text{C}$		
Block heater temperature	: 400 $^{\circ}\text{C}$		
Drying gas flow	: 10 L/min		
CID gas	: 325 kPa		
MRM transition	AMPA	110.00>78.80(-)	CE: 28.0
	グルホシネート	180.10>62.90(-)	CE: 43.0
	グリホサート	168.10>62.90(-)	CE: 24.0

\*グリホサート、グルホシネートの装置への吸着を防ぐため、オートサンブラのアウト配管を PEEK 樹脂製のものに変更しました。

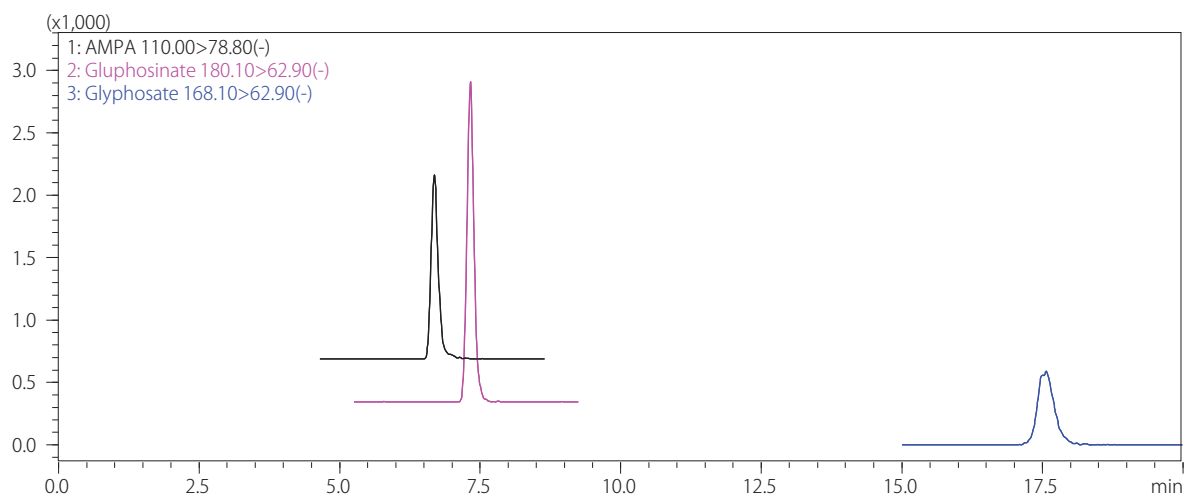


図 1 5  $\mu\text{g/L}$  におけるグリホサート・グルホシネート・AMPA の MRM クロマトグラム

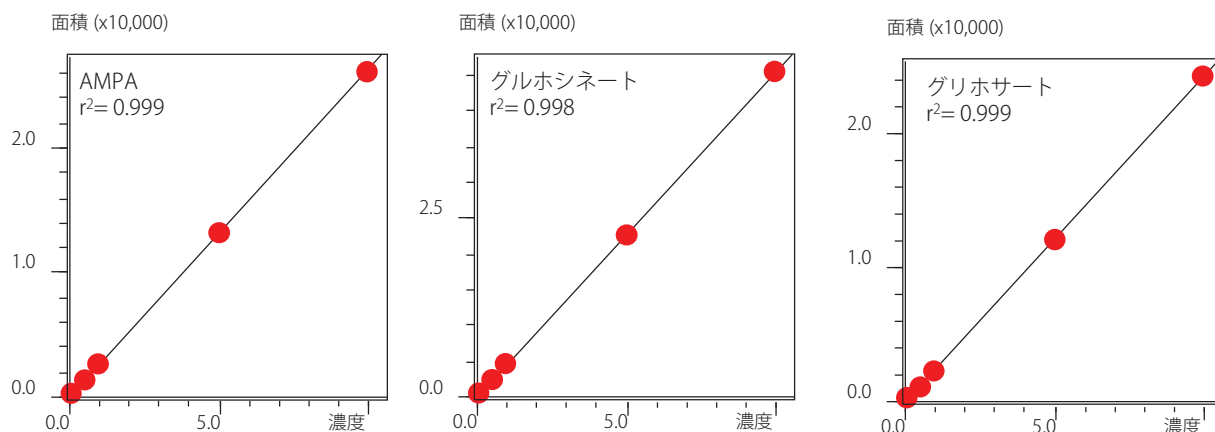


図2 グリホサート・グルホシネート・AMPAの検量線

表2 各検量点の正確さ(%)および面積値再現性(%RSD, n=3)

化合物名	0.1 μg/L		0.5 μg/L		1 μg/L		5 μg/L		10 μg/L	
	正確さ	再現性	正確さ	再現性	正確さ	再現性	正確さ	再現性	正確さ	再現性
AMPA	100.8	9.61	95.3	3.69	101.4	4.60	102.1	4.29	100.4	2.23
グルホシネート	98.8	8.43	106.9	5.82	99.3	7.59	96.8	2.65	98.2	1.90
グリホサート	100.2	7.32	100.1	5.76	97.8	1.67	100.7	1.94	101.2	0.96

## 飲料の分析

フィルタろ過後の5種の飲料(コーヒー、紅茶、赤ワイン、白ワイン、りんごジュース)に、グリホサート・グルホシネート・AMPAを100 μg/Lの濃度になるよう添加し、添加回収試験用試料としました。これを超純水にて100倍に希釈した試料を測定することにより、添加回収率を確認しました。その結果を表3に示しました。

また、添加回収率試験用試料の例として、コーヒーのクロマトグラムを図3に示しました。

試料の前処理として固相抽出等によるクリーンアップを行う場合も多いですが、操作が煩雑で手間とコストがかかることが難点です。本法では、フィルタろ過と希釈のみの簡単な前処理でも、全ての実試料で回収率72.9~104.9%と良好な結果が得られました。

表3 回収率(%)および面積値再現性(%RSD, n=3)

化合物名	コーヒー		紅茶		赤ワイン		白ワイン		りんごジュース	
	回収率	再現性	回収率	再現性	回収率	再現性	回収率	再現性	回収率	再現性
AMPA	88.8	6.44	90.5	4.82	76.2	9.67	76.6	10.38	78.5	1.60
グルホシネート	82.6	6.16	91.5	4.13	72.9	3.42	77.5	4.76	86.5	5.88
グリホサート	96.1	5.59	93.8	9.88	94.8	7.67	104.9	10.34	86.9	1.99

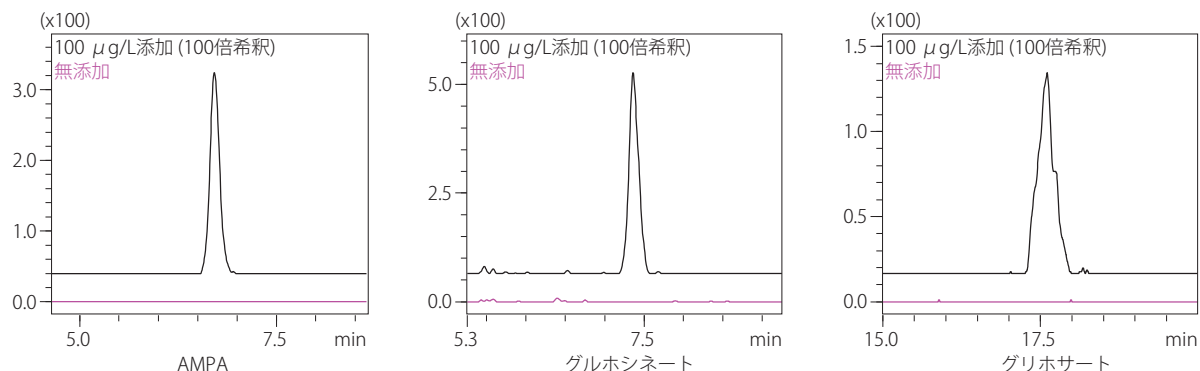


図3 添加回収率試験用試料(コーヒー)のMRMクロマトグラム

NexeraおよびLCMSは、株式会社島津製作所の商標です。  
HILICpakは、昭和電工株式会社の登録商標です。  
なお、本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

**株式会社 島津製作所** 分析計測事業部  
グローバルアプリケーション開発センター

A改訂版発行：2018年12月

島津コールセンター ☎0120-131691  
(075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。  
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。