

オンライン精製した農作物抽出液中残留農薬の精密質量による迅速スクリーニング分析

中園 純菜、飯田 哲生

ユーザーベネフィット

- ◆ LCMS-9050を用いることで、1回の測定でポジティブ/ネガティブモードを切替えて分析できます。
- ◆ 取得した精密質量と保持時間情報を組み合わせることで、化合物の網羅的解析が可能です。
- ◆ RESTEK社のオンライン前処理カラムを組み合わせることにより、前処理精製の迅速化かつ簡便化が可能です。

■はじめに

食品中に残留する農薬による人への健康被害を防止するため、厚生労働省によって農薬に関する残留基準が設定されています。残留基準は食品ごとに設定されており、ポジティブリスト制度によって一定量以上の農薬が残留する食品の販売輸入等が食品衛生法で禁止されています。近年、世界で使用・規制される農薬の種類は増加傾向にあります。

2003年に米国農務省から発表されたQuEChERS法は、AOAC (Association of Analytical Communities) や CEN (Committee of European Normalization) などの公定法に採用されており、特別な器具を必要とせず効率的に農薬を抽出することが可能ですが、作業による再現性や作業に時間を要する点に課題があります。

本稿では、RESTEK社のRevive In-Line Sample Preparation (ILSP) カラム¹⁾と四重極飛行時間型質量分析計LCMS-9050 (図1) を組み合わせた網羅的測定の事例として、ほうれん草中の残留農薬を分析した例をご紹介します。Revive ILSP カラムを用いることでオンラインでマトリックス由来成分をクリーンアップできるため、前処理の迅速化と簡便化が可能です。また、前処理に関連する廃棄物と費用の削減が期待できます。



図1 LCMS™-9050

■サンプルの前処理

本分析には市販のほうれん草および農薬混合標準液74, 75 (関東化学株式会社) を使用しました。前処理のワークフローを図2に示します。ドライアイス凍結粉碎した1.0 gのほうれん草を15 mLチューブに入れ、3 mLの1%酢酸-アセトニトリル溶液を加え攪拌しました。2分静置後、遠心分離を行い上清を回収しました。QuEChERS法と比較して、Revive ILSPカラムを用いることで迅速かつ簡便に前処理が可能です。例えば、ほうれん草14検体を前処理した場合、約1/3の時間短縮が期待できます¹⁾。

前処理過程でのロスおよびマトリックスエフェクトを評価するために、抽出前のほうれん草に農薬混合標準液を一定濃度添加した試料を測定し、添加回収率試験を行いました。

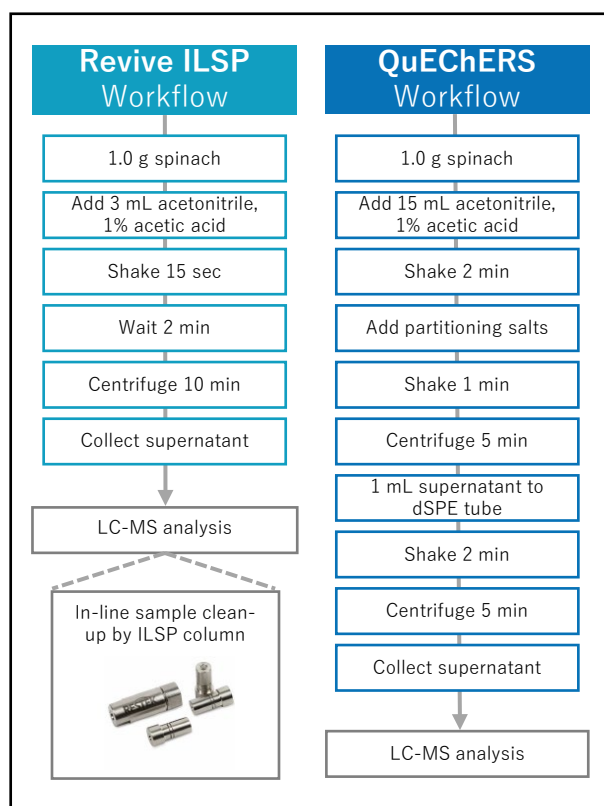


図2 前処理フロー (左: Revive ILSP、右: QuEChERS)

■分析条件

農薬の分析には、「LC/MS/MSメソッドパッケージ 残留農薬Ver.3」に収録されているメソッドをLCMS-9050に適用したメソッドを使用しました。分析条件を表1、流路図とLCのタイムプログラムをそれぞれ図3、4に示します。

注入された試料中の疎水性マトリックス成分はRevive ILSPカラム内で農薬と分離され、農薬は分離カラムへと先に溶出します (図3上段)。目的の農薬成分の溶出が完了した時間に6ポート高圧切替バルブを切替えることで、独立した洗浄用ポンプによりバックフラッシュでマトリックス成分は廃液側に溶出されず (図3下段、図4)。これによりRevive ILSPカラムは洗浄され、次の注入に向けて再生されます。

表1 分析条件

UHPLC (Nexera™ X3 system)	
Analytical Column	: Shim-pack Velox™ Biphenyl (100 mmL×2.1 mmI.D., 2.7 μm) P/N: 227-32015-03
In-Line Sample Preparation Column	: Revive ILSP Pesticides Single 5 x 2.1mm Cartridge (RESTEK)
Mobile phase A	: 2 mM Ammonium formate-0.002% Formic acid-Water
Mobile phase B, C (wash)	: 2 mM Ammonium formate-0.002% Formic acid-Methanol
Gradient program	: B conc. 3% (0 min)-10% (1 min)-55% (3 min)-100% (10.5-12 min)-3% (12.01-15 min)
Flow rate (A&B)	: 0.4 mL/min
Flow rate (C)	: 0 mL/min (0-5.49 min) – 1 mL/min (5.5-7.5 min) – 0.4 mL/min (7.51-11 min) – 0 mL/min (11.01-15 min)
Switching valve position	: load (0-6.49 min) – wash (6.5-10.5 min) – load (10.51-15 min)
Injection volume	: 2 μL (Co-injection 40 μL Water)
MS (LCMS-9050)	
Ionization	: ESI (Positive, Negative)
TOF-MS	: <i>m/z</i> 50-800
Nebulizing gas flow	: 2.0 L/min
Drying gas flow	: 10.0 L/min
Heating gas flow	: 10.0 L/min
DL temp.	: 150 °C
Block heater temp.	: 300 °C
Interface temp.	: 200 °C
Probe position	: +2 mm

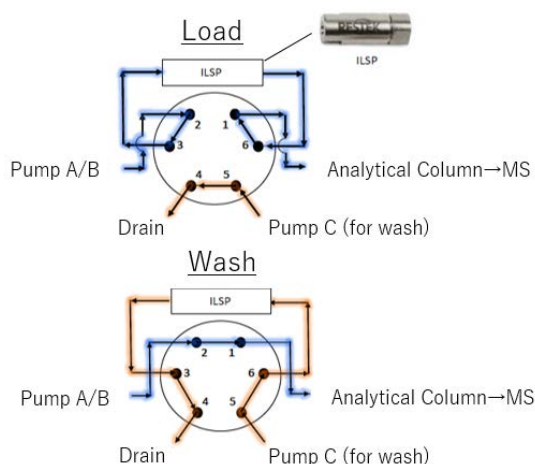


図3 流路図

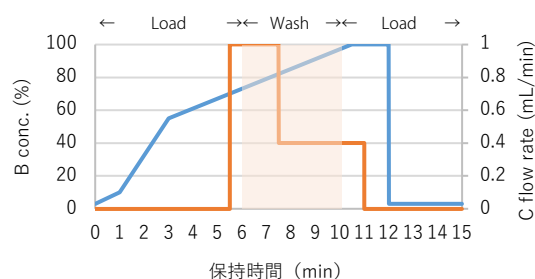


図4 LCタイムプログラム

■ LCMS-9050による農薬混合標準液の分析

50 ppbに希釈した79成分の農薬混合標準液を分析した際の質量誤差を表2に示します。全成分について質量誤差±1 mDa以内で検出されました。理論*m/z*値は解析ソフトウェアLabSolutions Insight Explore™を用いて計算しました。

農薬混合標準液のトータルイオンカレントクロマトグラム (TICC) を図5に示します。また、農薬混合標準液およびBlank溶媒の高質量範囲MS分析における農薬79成分の抽出イオンクロマトグラム (XIC) を図6に示します。

表2 農薬の化合物リストと質量誤差 (次頁に続く)

化合物	分子式	イオン種	理論 <i>m/z</i> 値	質量誤差 (mDa)	保持時間 (min)
Acetamidrid	C ₁₀ H ₁₁ ClN ₄	[M+H] ⁺	223.0745	-0.2	4.81
Dimethoate	C ₅ H ₁₂ NO ₃ PS ₂	[M+H] ⁺	230.0069	0.0	4.18
Bromacil	C ₉ H ₁₃ BrN ₂ O ₂	[M-H] ⁻	259.0087	0.4	4.80
Propoxur	C ₁₁ H ₁₅ NO ₃	[M+H] ⁺	210.1125	-0.2	5.01
Isouron	C ₁₀ H ₁₇ N ₃ O ₂	[M+H] ⁺	212.1394	-0.1	4.97
Fluometuron	C ₁₀ H ₁₁ F ₃ N ₂ O	[M+H] ⁺	233.0896	-0.1	4.81
Pyraclonil	C ₁₅ H ₁₅ ClN ₆	[M+H] ⁺	315.1120	-0.1	7.07
Metalaxyl/Metalaxyl-M*	C ₁₅ H ₂₁ NO ₄	[M+H] ⁺	280.1544	-0.1	6.51
Methidathion	C ₆ H ₁₁ N ₂ O ₄ PS ₃	[M+H] ⁺	302.9692	-0.2	7.17
Flumioxazin	C ₁₉ H ₁₅ FN ₂ O ₄	[M+H] ⁺	355.1089	0.0	8.50
Chlorbufam	C ₁₁ H ₁₀ ClNO ₂	[M+H] ⁺	224.0473	-0.5	5.91
Ethiprole	C ₁₃ H ₉ Cl ₂ F ₃ N ₄ OS	[M+H] ⁺	396.9899	0.3	5.95
Paclobutrazol	C ₁₅ H ₂₀ ClN ₃ O	[M+H] ⁺	294.1368	-0.1	6.18
Barban	C ₁₁ H ₉ Cl ₂ NO ₂	[M+H] ⁺	258.0083	-0.3	6.68
Benthiavalicarb-isopropyl	C ₁₈ H ₂₄ FN ₃ O ₃ S	[M+H] ⁺	382.1595	-0.1	6.74
Tiadinil	C ₁₁ H ₁₀ ClN ₃ OS	[M-H] ⁻	266.0160	0.0	6.55
Triadimenol	C ₁₄ H ₁₈ ClN ₃ O ₂	[M+H] ⁺	296.1161	-0.4	6.30
Triflumizole Metabolite	C ₁₂ H ₁₄ ClF ₃ N ₂ O	[M+H] ⁺	295.0820	-0.2	4.81
Prometryn	C ₁₀ H ₁₉ N ₅ S	[M+H] ⁺	242.1434	-0.2	6.66
Tetraconazole	C ₁₃ H ₁₁ Cl ₂ F ₄ N ₃ O	[M+H] ⁺	372.0288	-0.2	6.90
Flusilazole	C ₁₆ H ₁₅ F ₂ N ₃ Si	[M+H] ⁺	316.1076	0.0	7.65
Bensulide	C ₁₄ H ₂₄ NO ₄ PS ₃	[M+H] ⁺	398.0678	-0.1	7.99
Flubendiamide	C ₂₃ H ₂₂ F ₇ IN ₂ O ₄ S	[M-H] ⁻	681.0160	0.1	7.27
Kresoxim-methyl	C ₁₈ H ₁₉ NO ₄	[M+H] ⁺	314.1387	-0.1	8.30
Pyrazoxyfen	C ₂₀ H ₁₆ Cl ₂ N ₂ O ₃	[M+H] ⁺	403.0611	0.1	8.90
Famoxadone	C ₂₂ H ₁₈ N ₂ O ₄	[M+NH ₄] ⁺	392.1605	0.1	8.60
Phoxim	C ₁₂ H ₁₅ N ₂ O ₃ PS	[M+H] ⁺	299.0614	-0.2	8.47
Trichlamide	C ₁₃ H ₁₆ Cl ₃ NO ₃	[M-H] ⁻	338.0123	0.6	7.40
Metconazole	C ₁₇ H ₂₂ ClN ₃ O	[M+H] ⁺	320.1524	-0.1	7.56
Pyraclufos	C ₁₄ H ₁₈ ClN ₂ O ₃ PS	[M+H] ⁺	361.0537	0.1	8.44

表2 農薬の化合物リストと質量誤差（続き）

化合物	分子式	イオン種	m/z	質量誤差 (mDa)	保持時間 (min)
Bitertanol	C ₂₀ H ₂₃ N ₃ O ₂	[M+H] ⁺	338.1863	-0.2	7.94
Pyrazophos	C ₁₄ H ₂₀ N ₃ O ₅ PS	[M+H] ⁺	374.0934	0.0	9.38
Diflufenican	C ₁₉ H ₁₁ F ₅ N ₂ O ₂	[M+H] ⁺	395.0814	0.0	8.26
Pentoxazone	C ₁₇ H ₁₇ ClFNO ₄	[M+NH ₄] ⁺	371.1168	0.1	9.24
Tolfenpyrad	C ₂₁ H ₂₂ ClN ₃ O ₂	[M+H] ⁺	384.1473	0.0	9.08
Pyributicarb	C ₁₈ H ₂₂ N ₂ O ₂ S	[M+H] ⁺	331.1475	0.1	9.47
Chlorpyrifos	C ₉ H ₁₁ Cl ₃ NO ₃ PS	[M+H] ⁺	349.9336	-0.2	9.25
Etoxazole	C ₂₁ H ₂₃ F ₂ NO ₂	[M+H] ⁺	360.1770	0.1	9.39
Cyenoxyfen	C ₂₄ H ₃₁ N ₃ O ₂	[M+H] ⁺	394.2489	0.1	9.45
Spirodiclofen	C ₂₁ H ₂₄ Cl ₂ O ₄	[M+H] ⁺	411.1125	-0.1	9.62
3-Hydroxycarbofuran	C ₁₂ H ₁₅ NO ₄	[M+H] ⁺	238.1074	-0.1	4.06
Cymoxanil	C ₇ H ₁₀ N ₄ O ₃	[M+H] ⁺	199.0826	-0.4	4.35
Phosphamidon	C ₁₀ H ₁₉ ClNO ₅ P	[M+H] ⁺	300.0762	-0.1	5.04
Terbacil	C ₉ H ₁₃ ClN ₂ O ₂	[M-H] ⁻	215.0593	-0.2	4.86
XMC (3,5-xyllyl methylcarbamate)	C ₁₀ H ₁₃ NO ₂	[M+H] ⁺	180.1019	-0.2	5.25
Flutriafol	C ₁₆ H ₁₃ F ₂ N ₃ O	[M+H] ⁺	302.1100	0.1	5.78
Fensulfothion	C ₁₁ H ₁₇ O ₄ PS ₂	[M+H] ⁺	309.0379	0.0	6.62
Triforine (isomer-1)	C ₁₀ H ₁₄ Cl ₆ N ₄ O ₂	[M+H] ⁺	432.9321	0.2	5.68
Triforine (isomer-2)	C ₁₀ H ₁₄ Cl ₆ N ₄ O ₂	[M+H] ⁺	432.9321	0.4	5.79
Diethofencarb	C ₁₄ H ₂₁ NO ₄	[M+H] ⁺	268.1544	-0.3	6.29
Fludioxonil	C ₁₂ H ₆ F ₂ N ₂ O ₂	[M-H] ⁻	247.0324	0.2	6.00
Mandipropamid	C ₂₃ H ₂₂ ClNO ₄	[M+H] ⁺	412.1310	0.0	7.53
Pyriminobac-methyl (E)	C ₁₇ H ₁₉ N ₃ O ₆	[M+H] ⁺	362.1347	-0.1	7.88
Malathion	C ₁₀ H ₁₉ O ₆ PS ₂	[M+H] ⁺	331.0434	-0.1	7.34
Bromobutide-dibromo	C ₁₅ H ₂₂ BrNO	[M+H] ⁺	234.1852	0.0	6.10
Fluopicolide	C ₁₄ H ₈ Cl ₃ F ₃ N ₂ O	[M+H] ⁺	382.9727	0.1	6.98
Triadimefon	C ₁₄ H ₁₆ ClN ₃ O ₂	[M+H] ⁺	294.1004	-0.1	6.79
Flamprop-methyl	C ₁₇ H ₁₅ ClFNO ₃	[M+H] ⁺	336.0797	-0.1	7.35
Bromobutide	C ₁₅ H ₂₂ BrNO	[M+H] ⁺	312.0958	0.0	6.67
Carfentrazone-ethyl	C ₁₅ H ₁₄ Cl ₂ F ₃ N ₃ O ₃	[M+NH ₄] ⁺	429.0702	0.1	8.00
Dimethametryn	C ₁₁ H ₂₁ N ₅ S	[M+H] ⁺	256.1591	-0.2	7.16
Penthiopyrad	C ₁₆ H ₂₀ F ₃ N ₃ OS	[M+H] ⁺	360.1352	0.0	6.88
Tebuconazole	C ₁₆ H ₂₂ ClN ₃ O	[M+H] ⁺	308.1524	0.0	7.24
Benalaxyl	C ₂₀ H ₂₃ NO ₃	[M+H] ⁺	326.1751	0.0	8.40
Oxadiazyl	C ₁₅ H ₁₄ Cl ₂ N ₂ O ₃	[M+H] ⁺	341.0454	-0.2	8.19
Isoxathion	C ₁₃ H ₁₆ NO ₄ PS	[M+H] ⁺	314.0611	0.0	8.56
Prochloraz	C ₁₅ H ₁₆ Cl ₃ N ₃ O ₂	[M+H] ⁺	376.0381	0.0	8.70
Pirimiphos-methyl	C ₁₁ H ₂₀ N ₃ O ₃ PS	[M+H] ⁺	306.1036	-0.1	8.25
Difenoconazole	C ₁₉ H ₁₇ Cl ₂ N ₃ O ₃	[M+H] ⁺	406.0720	-0.5	9.00
Trifloxystrobin	C ₂₀ H ₁₉ F ₃ N ₂ O ₄	[M+H] ⁺	409.1370	0.1	8.75
Triflumizole	C ₁₅ H ₁₅ ClF ₃ N ₃ O	[M+H] ⁺	346.0929	0.0	8.18
Amisulbrom	C ₁₃ H ₁₃ BrFN ₅ O ₄ S ₂	[M+H] ⁺	467.9628	0.3	9.05
Profenofos	C ₁₁ H ₁₅ BrClO ₃ PS	[M+H] ⁺	374.9402	-0.2	8.63
Buprofezin	C ₁₆ H ₂₃ N ₃ OS	[M+H] ⁺	306.1635	0.0	8.80
Piperonyl butoxide	C ₁₉ H ₃₀ O ₅	[M+NH ₄] ⁺	356.2432	-0.2	9.05
Butachlor	C ₁₇ H ₂₆ ClNO ₂	[M+H] ⁺	312.1725	-0.1	8.90
Quinoxifen	C ₁₅ H ₈ Cl ₂ FNO	[M+H] ⁺	308.0040	0.0	9.26
Pyridaben	C ₁₉ H ₂₅ ClN ₂ OS	[M+H] ⁺	365.1449	0.2	10.13
Fenpropimorph	C ₂₀ H ₃₃ NO	[M+H] ⁺	304.2635	-0.2	7.10

*Metalaxyl, Metalaxyl-Mは50ppbずつ含む

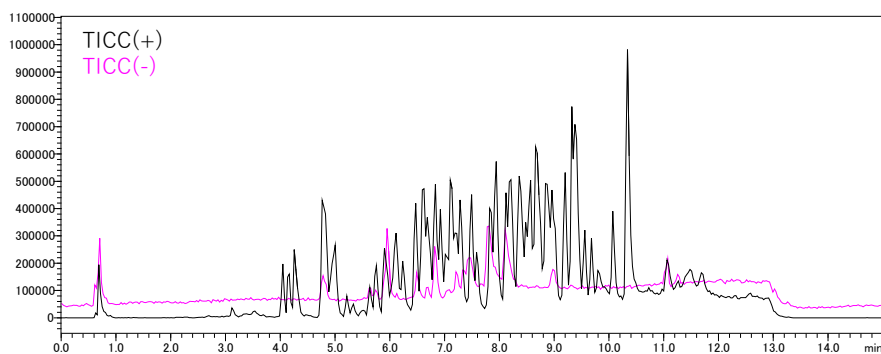


図5 農薬混合標準液のトータルイオンカレントクロマトグラム (TIC)

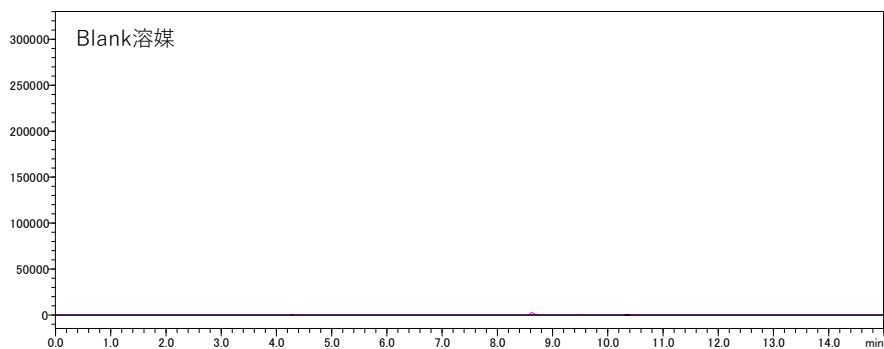
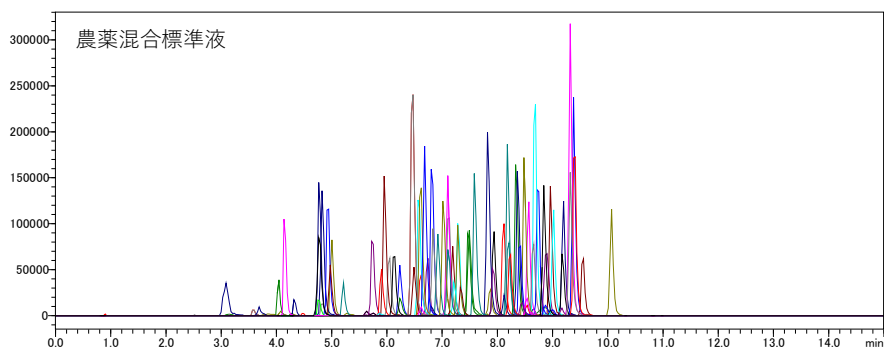


図6 農薬79成分の抽出イオンクロマトグラム (XIC)

■ 検量線の直線性評価

溶媒（アセトニトリル）およびほうれん草抽出液中の各農薬の直線性を7点検量線（0.5-50 ppb）を作成して評価しました。溶媒およびほうれん草抽出液中のどちらにおいても、直線性は良好でした（決定係数 R^2 ：0.99以上）。79成

分中68成分について、検量線の定量下限が2.5 ppb以下でした。例としてネガティブモードで検出したFludioxonilの溶媒およびマトリックス検量線を図7に、全79成分の直線範囲を表3に示します。

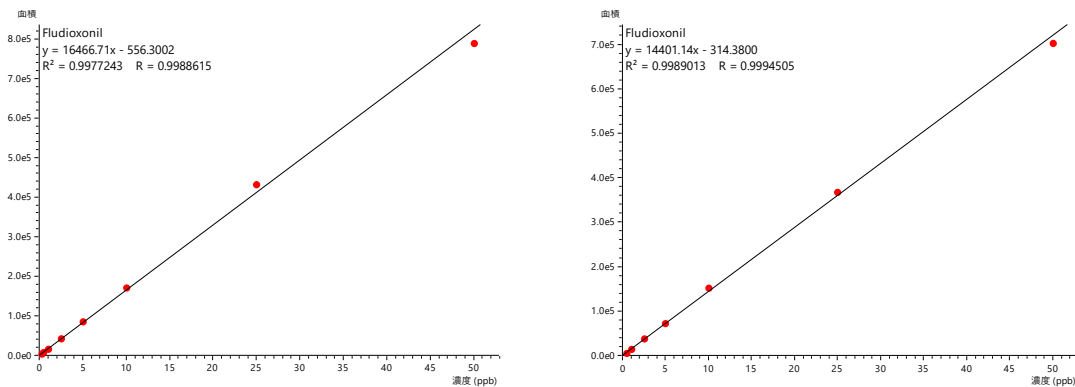


図7 Fludioxonilの溶媒中の検量線（左）およびほうれん草抽出液中の検量線（右）

表3 農薬79成分の直線範囲

化合物	直線範囲 (ppb)		化合物	直線範囲 (ppb)	
	溶媒	ほうれん草抽出液		溶媒	ほうれん草抽出液
Acetamidrid	1-50	2.5-50	3-Hydroxycarbofuran	1-50	1-50
Dimethoate	1-50	0.5-50	Cymoxanil	5-50	5-50
Bromacil	5-50	5-50	Phosphamidon	0.5-50	0.5-50
Propoxur	1-50	1-50	Terbacil	5-50	5-50
Isouron	0.5-50	0.5-50	XMC (3,5-xylyl methylcarbamate)	2.5-50	2.5-50
Fluometuron	0.5-50	0.5-50	Flutriafol	1-50	1-50
Pyraclonil	0.5-50	0.5-50	Fensulfothion	0.5-50	0.5-50
Metalaxyl/Metalaxyl-M*	0.5-50	0.5-50	Triforine (isomer-1)	10-50	10-50
Methidathion	1-50	1-50	Triforine (isomer-2)	10-50	10-50
Flumioxazin	5-50	5-50	Diethofencarb	1-50	1-50
Chlorbufam	25-50	25-50	Fludioxonil	0.5-50	0.5-50
Ethiprole	1-50	1-50	Mandipropamid	0.5-50	0.5-50
Paclobutrazol	1-50	1-50	Pyriminobac-methyl (E)	0.5-50	0.5-50
Barban	5-50	5-50	Malathion	0.5-50	0.5-50
Benthiavalicarb-isopropyl	0.5-50	0.5-50	Bromobutide-debromo	1-50	1-50
Tiadinil	1-50	1-50	Fluopicolide	0.5-50	1-50
Triadimenol	2.5-50	2.5-50	Triadimefon	1-50	1-50
Triflumizole Metabolite	0.5-50	0.5-50	Flamprop-methyl	0.5-50	0.5-50
Prometryn	0.5-50	0.5-50	Bromobutide	1-50	2.5-50
Tetraconazole	0.5-50	0.5-50	Carfentrazone-ethyl	1-50	1-50
Flusilazole	0.5-50	0.5-50	Dimethametryn	0.5-50	0.5-50
Bensulide	1-50	1-50	Penthiopyrad	0.5-50	0.5-50
Flubendiamide	1-50	2.5-50	Tebuconazole	1-50	0.5-50
Kresoxim-methyl	0.5-50	1-50	Benalaxyl	0.5-50	0.5-50
Pyrazoxyfen	0.5-50	0.5-50	Oxadiazyl	2.5-50	2.5-50
Famoxadone	2.5-50	2.5-50	Isoxathion	0.5-50	0.5-50
Phoxim	1-50	0.5-50	Prochloraz	1-50	1-50
Trichlamide	2.5-50	2.5-50	Pirimiphos-methyl	0.5-50	0.5-50
Metconazole	1-50	0.5-50	Difenoconazole	1-50	0.5-50
Pyraclifos	0.5-50	0.5-50	Trifloxystrobin	0.5-50	0.5-50
Bitertanol	2.5-50	2.5-50	Triflumizole	0.5-50	0.5-50
Pyrazophos	0.5-50	0.5-50	Amisulbrom	25-50	25-50
Diflufenican	1-50	1-50	Profenofos	0.5-50	0.5-50
Pentoxazone	10-50	10-50	Buprofezin	0.5-50	0.5-50
Tolfenpyrad	0.5-50	1-50	Piperonyl butoxide	0.5-50	0.5-50
Pyributicarb	0.5-50	0.5-50	Butachlor	5-50	5-50
Chlorpyrifos	1-50	1-50	Quinoxifen	0.5-50	1-50
Etoxazole	0.5-50	0.5-50	Pyridaben	0.5-50	0.5-50
Cyenopyrafen	0.5-50	0.5-50	Fenpropimorph	0.5-50	0.5-50
Spirodiclofen	1-50	1-50			

*Metalaxyl/Metalaxyl-Mは区別しない

■ 添加回収率

農薬79成分を試料あたり0.01 mg/kg（前処理後のサンプル溶液中濃度は2.5 ppb）となるように添加したほうれん草抽出液を用いて、外部標準法により添加回収率を確認しました。2.5 ppbの濃度で検出できなかった農薬成分については、前処理後のサンプル溶液中濃度が50 ppbの濃度で添加回収率を確認しました。添加回収率、再現性（n=5）の結果を表4に、回収率の内訳を図8に示します。

測定した79成分のうち77成分について、回収率が70-120%となりました。また、全成分について%RSDが20%以内となりました。Revive ILSPカラムを用いた前処理法と組み合わせることで、マトリックスによる阻害を大幅に受けることなく、良好な回収率および再現性を得ることができました。

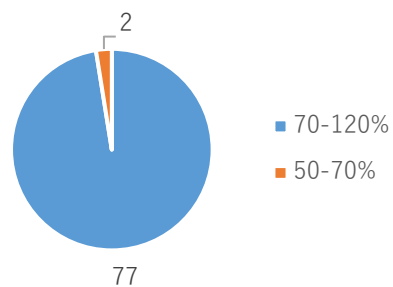


図8 添加回収率の内訳

表 4 添加回収率と再現性 (n=5)

化合物	回収率 (%)	%RSD	化合物	回収率 (%)	%RSD
Acetamidiprid	82.6	11.4	3-Hydroxycarbofuran	93.4	14.6
Dimethoate	87.1	7.6	Cymoxanil	81.9	2.6
Bromacil	73.1	2.5	Phosphamidon	96.8	6.5
Propoxur	103.9	9.9	Terbacil	74.9	3.7
Isouron	107.1	1.5	XMC (3,5-xylyl methylcarbamate)	88.2	7.7
Fluometuron	105.4	4.7	Flutriafol	99.6	8.4
Pyraclonil	107.8	5.6	Fensulfothion	104.6	4.0
Metalaxyl/Metalaxyl-M*	108.6	3.6	Triforine (isomer-1)	97.9	7.5
Methidathion	110.5	10.3	Triforine (isomer-2)	101.8	4.3
Flumioxazin	65.5	1.7	Diethofencarb	100.2	6.8
Chlorbufam	85.0	12.7	Fludioxonil	88.4	4.5
Ethiprole	104.3	7.9	Mandipropamid	104.5	3.2
Paclobutrazol	103.2	8.4	Pyriminobac-methyl (E)	100.3	3.5
Barban	92.1	4.0	Malathion	105.2	5.1
Benthiavalicarb-isopropyl	108.2	1.3	Bromobutide-debromo	107.0	12.2
Tiadinil	99.3	7.1	Fluopicolide	96.2	7.2
Triadimenol	100.4	18.6	Triadimefon	96.5	6.0
Triflumizole Metabolite	103.9	4.0	Flamprop-methyl	105.6	8.4
Prometryn	107.2	5.7	Bromobutide	112.5	9.9
Tetraconazole	98.1	5.1	Carfentrazone-ethyl	77.3	6.0
Flusilazole	97.2	5.9	Dimethametryn	106.5	5.2
Bensulide	102.3	3.6	Penthiopyrad	97.9	5.7
Flubendiamide	95.3	14.4	Tebuconazole	109.9	6.8
Kresoxim-methyl	95.9	9.9	Benalaxyl	93.3	3.0
Pyrazoxyfen	116.9	4.9	Oxadiazyl	66.0	12.0
Famoxadone	84.6	18.6	Isoxathion	94.3	3.9
Phoxim	85.2	12.5	Prochloraz	98.3	6.2
Trichlamide	80.7	17.2	Pirimiphos-methyl	100.4	5.1
Metconazole	95.2	5.3	Difenoconazole	95.7	7.7
Pyraclifos	115.7	5.9	Trifloxystrobin	96.7	3.1
Bitertanol	77.4	6.4	Triflumizole	83.4	3.1
Pyrazophos	112.3	2.1	Amisulbrom	98.1	4.4
Diflufenican	83.6	5.6	Profenofos	92.1	3.2
Pentoxazone	97.9	3.1	Buprofezin	94.1	4.1
Tolfenpyrad	101.3	4.6	Piperonyl butoxide	87.6	7.6
Pyributicarb	102.9	2.6	Butachlor	100.9	3.0
Chlorpyrifos	104.2	13.3	Quinoxifen	100.4	3.2
Etoxazole	108.0	2.1	Pyridaben	95.0	4.9
Cyenopyrafen	98.8	4.7	Fenpropimorph	103.7	3.9
Spirodiclofen	110.5	6.7			

*Metalaxyl/Metalaxyl-Mは区別しない

■まとめ

LCMS-9050を用いてポジティブ/ネガティブモード同時切替えによる農薬成分の一斉分析を行いました。Revive ILSPカラムを用いたオンライン前処理法と組み合わせることにより、前処理精製が迅速かつ簡便になりました。ほうれん草抽出液中農薬成分を分析した結果、良好な添加回収率、再現性、直線性が得られました。感度については、農薬全79成分中68成分について検量線の定量下限が2.5 ppb以下でした。本分析法はその他の食品中の残留農薬分析にも適用可能です。

<参考文献>

- 1) Lupo, S.A., Romesberg, R.L., Lu, X., 2020. Automated inline pigment removal for the analysis of pesticide residues in spinach by liquid chromatography tandem mass spectrometry, *J. Chromatogr. A* 1629, 461477.

LCMS, Nexera, Shim-pack Velox、およびLabSolutions Insight Exploreは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
<https://www.an.shimadzu.co.jp/>

01-00547-JP 初版発行：2023年4月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

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。
 本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。
 本文中では「TM」、「®」を明記していません。