[TECHNOLOGY BRIEF]

高感度多成分残留農薬分析におけるマトリックスの同時モニター機能

目標

低濃度な食品サンプル中の残留農薬定量分析において、同時にマトリックスの影響を網羅的にモニターする

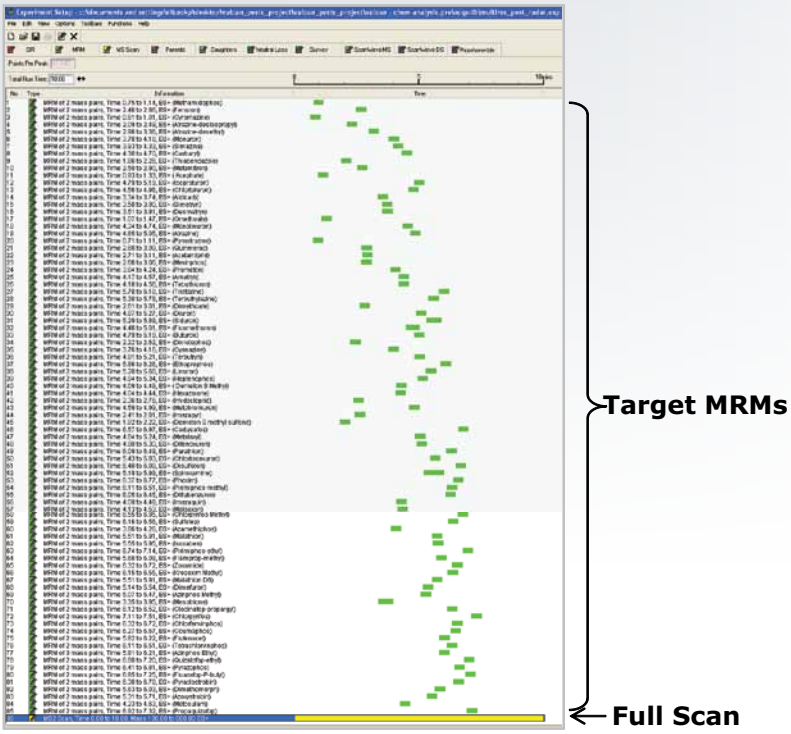
背景

食糧供給の安全を担保するための最も大きな課題の1つは、非常に複雑なマトリックスサンプル中に含まれる低濃度の危険物質を正確に測定することです。
食品中の農薬分析では、タンデム四重極型質量分析計と液体クロマトグラフを組み合わせたLC/MS/MSシステムを用いて、サンプルマトリックスの問題の改善がなされてきました。しかし、現在でも特に目的化合物と物性が類似したサンプルマトリックス下における定量精度の確保が問題になっています。
サンプル中の夾雑物の複雑さはサンプルの種類によって異なり、データの正確性や再現性に問題が起こる場合があります。

全ての分析サンプル中のマトリックスの影響を正確に把握することは、サンプルの種類だけではなく、同じサンプルマトリックスでもバッチやサンプル間で夾雑物の影響が異なる食品分析においては、データの品質を維持する上で非常に有益です。

通常の残留農薬の定量分析においてはmultiple reaction monitoring (MRM) モードが用いられます。一般的なLC/MS/MSシステムでは、MRMモードと同時にサンプルマトリックスを網羅的にモニターすることはできません。
今回は、Xevo™ TQ-Sの特長の一つである、超高感度分析とマトリックスの網羅的な同時モニター機能についてご紹介します。

Xevo TQ-S のRADAR機能は残留農薬定量のためのMRM分析と同時に、サンプルマトリックスの成分を確認するためのスペクトル情報を取得することができます



RADAR™

図1. Xevo TQ-Sの分析手法であるRADARは、MRMモードで残留農薬の多成分一斉高感度測定を実行するだけでなく、フルスキャンモードでサンプル中のバックグラウンドをモニターすることができます

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

アプローチ

ACQUITY UPLC®/ Xevo TQ-Sを用いて、ブドウ、アボカド、マジョラムおよび生姜中の残留農薬分析を行いました。各サンプルのクリーンアップにはDisQuE™（QuEChERS法）を使用しました。
ACQUITY UPLCの分析条件は一般的なギ酸を含んだ逆相の条件を用いました。
Xevo TQ-SのRADAR™モードでのデータ取得設定を図1に表示しました。RADARは高感度定量分析のためのMRMモードの取り込みとスキャンモード取り込みを同時に行い、ターゲット化合物の高感度検出だけでなく、バックグラウンドのデータを網羅的に取り込む事ができます。マトリックスの影響を分析の間常にモニターする事ができる非常にデータ情報量が多い取り込み手法です。

Xevo TQ-Sの高速スキャンスピードとMSモードとMS/MSモードの早い切り替え時間は残留農薬多成分一斉高感度定量分析の精度を向上させるだけでなく、同時にフルスキャンモードでマトリックスの影響をモニターすることが可能です。
図2にRADARモードで取得した、ブドウ、マジョラム、アボカド、生姜中にヨーロッパの最大残留基準値（MRL）である0.01 mg/kgの農薬をスパイクしたクロマトグラムを表示しました。RADAR取り込みモードは分析する全ての試料についてのマトリックスをフルスキャンデータとして取り込むことができます。このフルスキャンデータはイオン化抑制を引き起こすマトリックスの同定やサンプルクリーンアップの検討を行う場合に有効な情報となります。また、マトリックスの影響のモニターでサンプルクリーンナップの効果の検討やバッチ間のサンプルの違いを確認する事もできます。

ターゲット化合物と同時に溶出するマトリックスをフルスキャンデータでモニターするこの技術は、サンプル中に含まれる成分の“常に確認可能な”スペクトル情報を提供することができます。図3にブドウ中のジメトエートと同時溶出する化合物のスペクトルデータを表示しました。

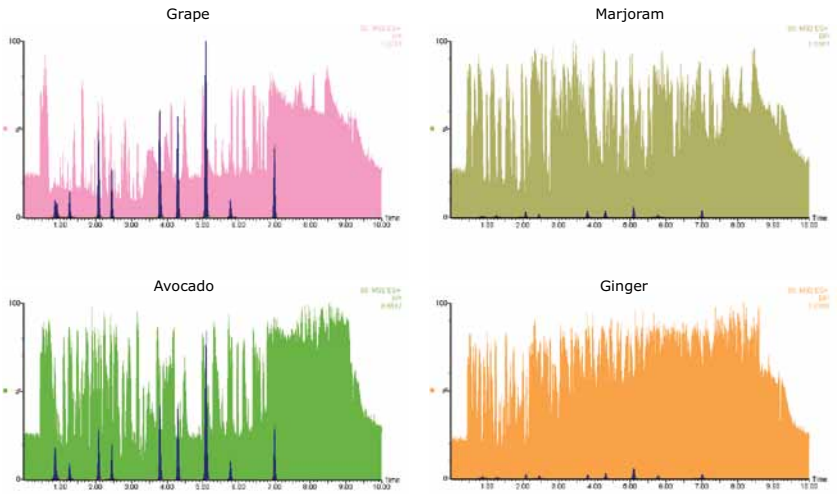


図2. ブドウ（マトリックス1 g/ml）、アボカド（マトリックス1 g/ml）、マジョラム（マトリックス0.1 g/ml）および生姜（マトリックス0.1 g/ml）中に0.01 mg/kgの農薬をスパイクし、RADARモードによって得られた、フルスキャンデータとMRMデータの重ね書きクロマトグラム

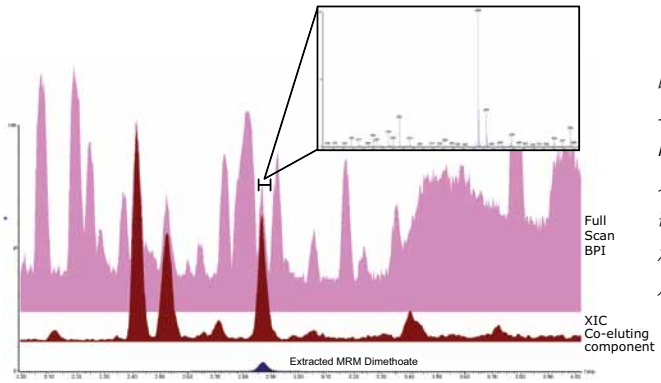


図3. ブドウ中のジメトエート（0.01 mg/kg）のMRMクロマトグラムと、スキャンデータの重ね書き及びジメトエート溶出時のマススペクトルデータ

まとめ

RADARモードにより、高感度残留農薬定量と同時に、サンプル由来成分のスペクトル情報を取得することができました。またこの技術は、MRM定量結果の精度を犠牲にすることがありません。

RADARモードは食品中の微量のコンタミネーションの確認分析においても、データ取得効率が向上します。
信頼が高く堅牢なメソッドを開発するためには、各サンプル中のマトリックス変動、サンプルクリーンナップ効果の評価、サンプルのバッチ間の違いを正確に把握することが必要ですが、その場合においてもRADAR技術は有効です。
マトリックスの正確な評価はラボにおける生産性の向上にもつながります。

Waters および ACQUITY UPLC は Waters Corporationの登録商標です。The Science of What's Possible、Xevo、DisQuE および RADAR は Waters Corporationの登録商標です。その他すべての登録商標はそれぞれの所有者に帰属します。

このISO9001認証登録ロゴは、ウォーターズコーポレーションのものです。

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

日本ウォーターズ株式会社 www.waters.co.jp
東京本社 〒140-0001 東京都品川区北品川1-3-12第5小池ビル
TEL 03-3471-7191 FAX 03-3471-7118
大阪支社 〒532-0011 大阪市淀川区西中島5-14-10 サムティ新大阪フロントビル 11F
TEL 06-6304-8888 FAX 06-6300-1734
ショールーム 東京 大阪
テクニカルセンター 東京 大阪 名古屋 福岡 静岡

©2010 Waters Corporation April 2010 720003428JA LB-CP 10038 06A