[TECHNOLOGY BRIEF]

オレンジジュース中の残留汚染物質測定における ウォーターズ農薬スクリーニングアプリケーション ソリューション

Lauren Mullin, Jennifer Burgess

ACQUITY UPLC I-Class システム /Xevo G2-S QTof を用いた農薬スクリーニングによるジュース試料中の残留農薬の同定と定量分析への包括的アプローチ

目的

高分解能、高い精密質量精度の QTof MS を用いて、QuEChRES 法により抽出したオレンジジュース中の農薬類を規制値以下の濃度で検出することを実証する。

背景

農薬の的確な検出は食品の安全性を確実にするために重要です。2012 年のジュースサンプル中のカルベンダジム（米国でオレンジに対し使用が禁止されている防かび剤）の検出は、食品と飲料の迅速なスクリーニングの必要性を浮き彫りにしました。加えて、米国 FDA のカルベンダジムに対する規制値 10 µg/kg 以下の高感度測定も求められます。ACQUITY UPLC® I-Class/Xevo® G2-S QTof システムと UNIFI® 科学情報システムを用いたウォーターズの農薬スクリーニングアプリケーションソリューションは食品製品の迅速スクリーニングのためにデザインされました。

ACQUITY UPLC I-Class による高いクロマトグラフィー分離能はマトリックス成分と分析対象成分を最大限に分離します。Xevo G2-S QTof は安定的な精密質量精度と高いスペクトルダイナミックレンジ、MS^E 測定による包括的データ取得、アイソトープフィットをもたらします。これらの機能と能力はプリカーサーおよびフラグメントイオンを 1 回の分析で同時に取得し、正確かつ信頼性の高いルーチンでの農薬検出を可能にします。

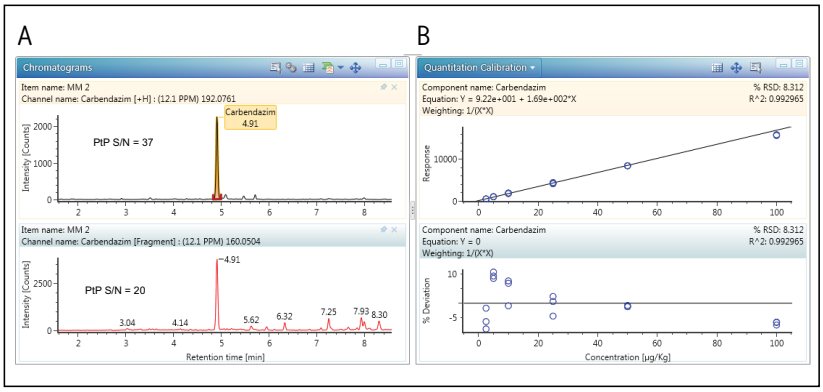

Fig.1　(A) マトリックスに 5 mg/kg 濃度（FDA でのカルベンダジムの規制値 10 mg/kg の 1/2 濃度）で添加したカルベンダジムの抽出イオンクロマトグラム（プリカーサーイオン=上段、フラグメントイオン=下段）。
(B) オレンジジュース中のカルベンダジムのマトリックス検量線と残差プロット。R^2=0.99 以上の良好な直線性を示す。

UNIFI 科学情報システムを用いることにより、確実性のある残留農薬の同定と定量が可能となります。このテクノロジーブリーフではオレンジジュース中に残留するカルベンダジムの検出を例にこのアプリケーションソリューションのスクリーニング能力について解説します。

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

ソリューション

6 つのオレンジジュース試料は Waters® DisQuE™ SPE を用いて QuEChERS 法にて抽出しました。オレンジ抽出液は濃縮後、水にて再溶解を行いました。ブランク試料である残留農薬を含まないジュースに 57 種の農薬混合標準溶液を加え、2.5 ～ 100 µg/kg の範囲で 6 濃度のマトリックス検量線用溶液を作成しました。標準溶液と試料は Waters 農薬スクリーニングアプリケーションソリューションに含まれる分析条件とカラムにて分析を行いました。このメソッドでは、ACQUITY UPLC BEH C_{18}、2.1 × 100 mm カラムと、移動相として 10 mM 酢酸アンモニウム含有の水およびメタノールを用いてグラジエント分析を行いました。MS^E の機能によりプリカーサーイオンとフラグメントイオンが 1 回の分析で取得できます。結果データは 2000 以上の化合物が登録される Waters スクリーニングライブラリーを用いて解析されます。

5 µg/kg のマトリックス検量線溶液の抽出イオンクロマトグラム（プリカーサーイオン=上段、フラグメントイオン=下段）を Fig.1A に示します。基準値の半分の濃度においても高い S/N 比を示すため、マトリックス中の低濃度のカルベンダジムの正確な定量が可能になります（Fig.1A）。カルベンダジムのマトリックス検量線を Fig.1B に示します。6 つのオレンジジュース試料を分析した結果、1 つのサンプルでカルベンダジムが検出されフラグメントイオンも一致しました。サンプルで検出された結果を Fig.2 に示します。プリカーサーイオンおよびフラグメントイオンの抽出イオンクロマトグラムを Fig.2A および B に示します。低コリジョンエネルギー（プリカーサーイオン）および高コリジョンエネルギー（フラグメントイオン）のスペクトルを Fig.2C および D にそれぞれ示します。プリカーサーイオンとフラグメントイオンの精密質量誤差はそれぞれ 0.4 および 0.3 ppm と高い質量精度を示します。

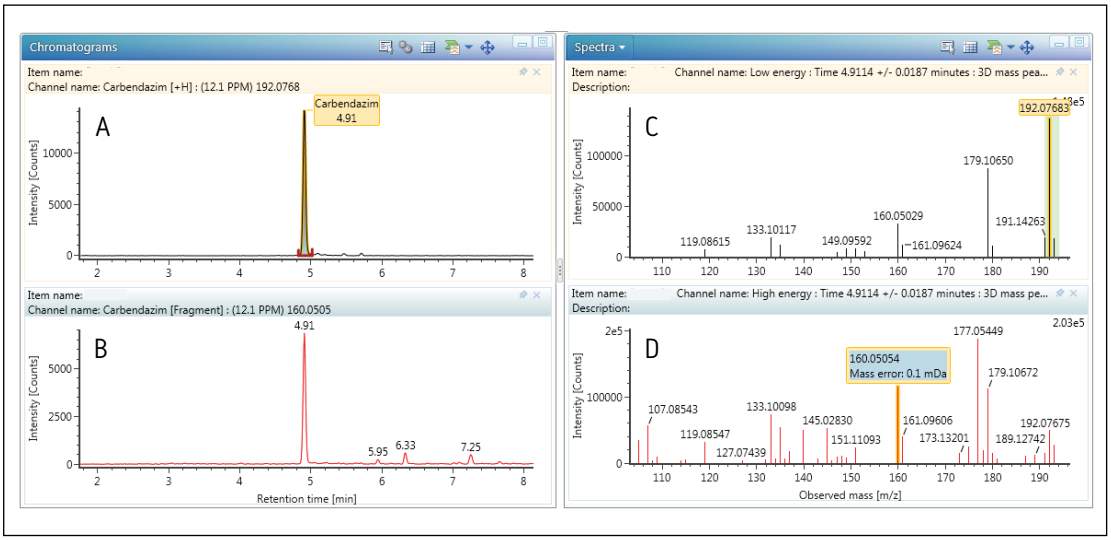

Fig.2　QuEChERS 法に従い抽出したオレンジジュース試料中で 18.2 mg/kg で検出されたカルベンダジムの同定結果。プリカーサーイオンおよびフラグメントイオンの抽出イオンクロマトグラムをそれぞれ A および B に示す。低コリジョンエネルギー（プリカーサーイオン）、高コリジョンエネルギー（フラグメントイオン）で得られる MS^E スペクトルをそれぞれ C および D に示す。同定されたカルベンダジムのプリカーサーイオンおよびフラグメントイオンをそれぞれ C および D に示す。プリカーサーイオンとフラグメントイオンの精密質量誤差は 1 ppm 以下であり、確実かつ信頼性のある同定が可能となる。

まとめ

Waters 農薬スクリーニングアプリケーションソリューションにより、輸入オレンジの FDA 規制値より低い濃度におけるオレンジジュース抽出液中に残留するカルベンダジムの同定および定量が可能となりました。化合物の組成式、保持時間、フラグメントイオンの精密質量を含む包括的なデータベースを用いたアプリケーションにより、誤同定を削減し、確実性の高い同定が行えます。

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

日本ウォーターズ株式会社 www.waters.com
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 札幌

Waters、ACQUITY UPLC、UNIFI、Xevo および The Science of What's Possible は Waters Corporation の登録商標です。
DisQuE は Waters Corporation の商標です。
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。

©2013 Waters Corporation. Printed in Japan. 2013年9月 720004663JA PDF