

QuEChERS による抽出およびクリーンアップ後の、APGC™ を搭載した GC-MS/MS を使用したキュウリ中の残留農薬の測定

Janitha De-Alwis, Stuart Adams, Simon Hird

Waters Corporation

要約

多くのさまざまな食品に含まれる何百もの残留農薬の検出、定量、同定には、信頼性の高い分析法が必要です。このアプリケーションノートでは、200 種類を超える農薬を測定するためのガスクロマトグラフィー-タンデム質量分析（GC-MS/MS）に基づく包括的分析法の開発とバリデーションについて説明します。キュウリの抽出物は、Quick（迅速）、Easy（簡単）、Cheap（安価）、Effective（効果的）、Rugged（頑健）、Safe（安全）、いわゆる QuEChERS のバージョンのうちの 1 つを使用して前処理しました。これには、分散固相抽出（dSPE）ステップが含まれ、続いて GC-MS/MS による測定を行いました。大気圧ガスクロマトグラフィー（APGC）を用いる GC-MS/MS を使用することで、残留農薬分析での選択性と特異性の点で、電子イオン化（EI）よりも大幅に性能が向上することが示されています。APGC Xevo™ TQ-XS システムは極めて感度が高いことが実証され、注入量が 1 µL であっても、0.001 mg/kg の濃度の分析種すべてが確実に検出されることが実証されました。この分析法は、SANTE ガイドライン文書を使用して、キュウリで正常にバリデーションされました。スパイクサンプルの分析結果により、ほとんどすべての分析種の回収率および再現性それぞれが、必要な許容範囲内であることが示されました。この分析法は、高感度、特異的、正確であり、農産物中の広範な GC 分析が可能な農薬残留物の測定、最大残留物レベル（MRL）への適合の確認に適しており、はるかに低濃度で測定できる可能性があります。

アプリケーションのメリット

- APGC システムによって極めて高い感度が得られ、食品の残留農薬分析でのニーズを満たす
- 1 µL のアセトニトリル抽出物をスプリットレス注入することにより、十分な感度が達成
- 同じタンデム質量分析 (MS/MS) システムを UPLC™ と組み合わせて使用できるため、APGC によってラボの柔軟性が向上

はじめに

農薬として一般的に知られている植物保護製品は、害虫、雑草、病気をコントロールするために使用されます。食品や飼料の生産に使用される農作物に対してこれらの製品を使用することに起因する残留農薬は、公衆衛生上のリスク要因となり、取引を妨げる可能性があります。農産品には、MRL（許容範囲）が規定されています。一部の国（EU、日本など）では、MRL の施行に使用される分析法で達成可能な定量限界（LOQ）に等しい「既定の MRL」システムが運用されており、この値が MRL 法令で明示的に言及されていない農薬に適用されます。この既定の MRL の値は通常 0.01 mg/kg です。MRL への準拠は、農産物中の残留物をモニターすることで確認されます。通常、政府は残留農薬検査プログラムを運用し、食品業界や受託検査ラボ側も、農産物、成分、最終食品中の残留農薬のレベルを確認する試験を実施しています。

多くのさまざまな食料品に含まれる何百もの残留農薬の検出、定量、同定には、信頼性の高い分析法が必要です。食品中の残留農薬の測定に携わるすべてのラボにとっての主要な推進要因は、最もコスト効率の高い方法で、関連濃度の対象化合物を正確に測定することです。ラボではキャパシティーおよび効率の問題に常に対処し、サンプルスループットの要件に対応して報告下限をますます低くする必要があります。多成分残留物分析法の実施は、クリーンアップに制限がある汎用的な抽出（例：QuEChERS）に依存しており、ガスクロマトグラフィーと液体クロマトグラフィーの両方を MS/MS と組み合わせて使用する測定が、分析の適用範囲を拡大するだけでなく、その有効で効率的な実施に大きく貢献しています。

残留農薬分析を実施するラボでは、必須の分析種の範囲をカバーするために、液体クロマトグラフィー（LC）を補完するために、ガスクロマトグラフィー（GC）が必ず必要になろうとしています。GC は、揮発性、非極性、低極性の農薬を測定するための強力な手法です。MS/MS を使用して食品中の GC 分析が可能な農薬を測定することで、高い選択性と感度が得られ、クロマトグラフィーでの干渉を最小限に抑えることができます。GC-MS/MS で最も一般的なイオン化手法は、幅広い有機化合物の測定が可能になる EI です。ただし、著しいフラグメント化によって、イオン電流が低強度の多くのイオンに分散し、特異性の低いフラグメントイオンが形成されることにより選択性が低下するため、感度が低下します。APGC を利用した GC-MS/MS を使用することで、残留農薬分析での選択性と特異性の点で、EI よりも大幅に性能が向上することが示されています¹⁻⁴。MS/MS での MRM トランジションのプリカーサーイオンとして、分子/プロトン化イオンまたは高質量フラグメントイオンのいずれかを選択すると、選択性と感度が向上します。

この試験の目的は、QuEChERS の後に APGC を搭載した Xevo TQ-XS を使用した GC-MS/MS により残留農薬を測定する分析法の性能を実証することでした。QuEChERS は、遠心チューブ内での迅速な溶媒ベースの抽出の使用に続いて、多くの場合 dSPE によるクリーンアップを行う多用途の高い効率的なアプローチであり、GC-MS/MS による抽出物の分析と組み合わせるのに適しています。

実験方法

サンプルの前処理、抽出、クリーンアップ

キュウリのサンプルは現地の小売業者から購入しました。これをフードプロセッサーで直ちに均質化し、使用するまで冷凍保存しました。さらに、キュウリピュールの品質管理物質 (T19290QC) は FAPAS から購入しました。サンプルは、CEN QuEChERS メソッドを使用して抽出しました⁵。使用したサンプル抽出およびクリーンアップの手順の詳細の概要は、図 1 に示されています。

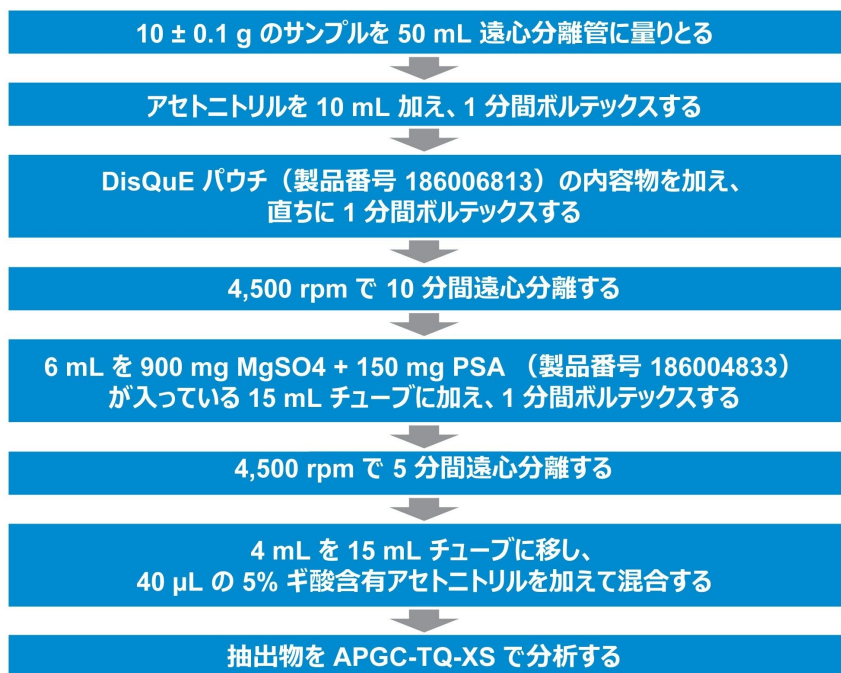


図 1. キュウリ中の残留農薬のサンプル前処理とクリーンアップの詳細の概要

GC 多成分残留農薬キット（Restek 製品番号 32562）を使用して作業溶液を調製し、マトリックスマッチドキャリブレーション標準試料を作成するとともに、キュウリの被験サンプルにスパイクしました。キャリブレーション標準試料は、0.0005 ～ 0.10 mg/kg の範囲で調製しました。

GC 条件

GC システム:	Agilent 7890A
オートサンプラー:	CTC CombiPal
洗浄溶媒:	洗浄液 1: 酢酸エチル 洗浄液 2: アセトニトリル
GC カラム:	Restek Rxi-5Sil MS (30 m × 内径 0.25 mm × 0.25 μm フィルム)
キャリアガス:	ヘリウム
オーブンプログラム:	90 °C で 1 分間、8.5 °C/分で 330 °C まで上昇させ、5 分間ホールド
ガス流量:	2 mL/分 (定流量モード)
注入方法:	パルスドスプリットレス
インレットの温度:	250 °C
パルス時間:	1.2 分
パルス圧力:	32 psi
ページ流量:	30 mL/分
セプタムページ流量:	3 mL/分

インレットライナー:	Restek Topaz 内径 4.0 mm シングルテーパーインレットライナー、ウール付き
注入量:	1 μ L
メイクアップガス:	窒素 350 mL/分
トランスファーライン温度:	280 $^{\circ}$ C

MS 条件

質量分析計:	Xevo TQ-XS
イオン源の種類:	APGC 2.0、モディファイヤーとして水を使用
イオン源温度:	150 $^{\circ}$ C
トランスファーライン温度:	280 $^{\circ}$ C
コロナ電流:	2.0 μ A
補助ガス流量:	200 L/時間
コーンガス流量:	265 L/時間

データ管理

MS 取り込みソフトウェア:	MassLynx™ v4.2
定量ソフトウェア:	TargetLynx™ XS

203 種類の農薬およびその代謝物用の GC-MS/MS メソッドを、Quantopedia™ データベースを使用して作成しました。これによって、トランジションやコリジョンエネルギーなどの化合物固有の MS パラメーターの一覧から MS 取り込みメソッドと解析メソッドが自動的に作成されます。このメソッドに含まれる化合物のリストは付録に記載されています。

す。

分析法のバリデーション

バリデーションは、ストリームしたキュウリの繰り返し分析によって行いました。次の要素を評価しました：選択性、感度、キャリブレーショングラフの特性、回収率、室内再現性（RSD_r）。回収率および再現性は、EU の MRL 既定値（0.01 mg/kg）およびその 1/10（0.001 mg/kg）の 2 つの濃度での 5 回の繰り返し分析を使用して測定しました。さらに、品質管理物質（T19290QC）を 5 回繰り返し分析して調製および分析し、結果を FAPAS によって提供される割り当て値と比較しました。

結果および考察

図 2 に、選択した分析種のクロマトグラフィーが示されています。デュエルタイムは自動的に計算され、精密に測定するため各ピークに少なくとも 12 のデータポイントを確保しました。

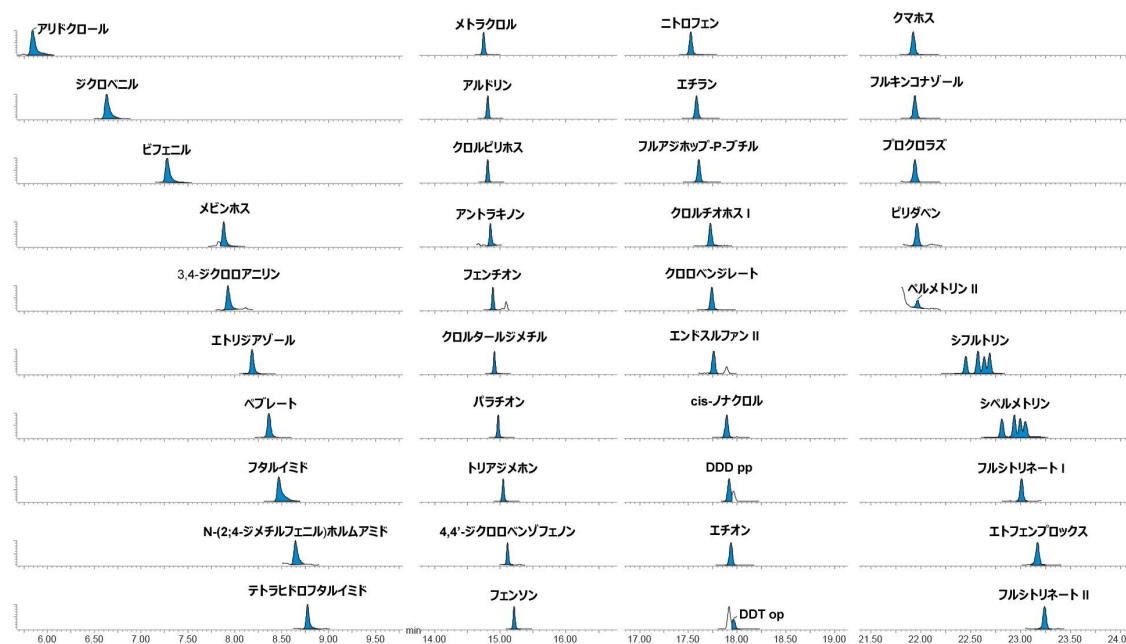


図 2. キュウリのマトリックスマッチド標準試料中の一部の分析種（0.001 mg/kg）の分析で得られたクロマトグラム

アセトニトリルは膨張体積が大きく、そのために従来のスプリットレス注入で使用できる注入量が制限され、感度に影響します。この問題は、トルエンなどの別の溶媒への溶媒交換を使用するか、異なる設計のインジェクターに切り替えることで回避できますが、溶媒バント付きの昇温気化型注入口（PTV）、つまり使いやすい従来のスプリットレス注入ユニットを用いて、アセトニトリルを 1 μ L 注入して十分な感度を達成する機能は、魅力的なオプションです。

この分析法の感度を、最低濃度（0.0005 mg/kg）で調製したマトリックスマッチド標準試料のレスポンスを評価し、ブランク試料のレスポンスを考慮して、評価しました。この分析法での 203 種類の分析種のうち、2 種類（アセキノシルおよびアルドリン無水物）が検出されず、1 種類を除いて残りすべての化合物が 0.0005 mg/kg で検出できました。これらの分析種の 85% は、それらのレスポンスから、はるかに低い濃度で検出できる可能性があることを示していました。図 3 に、キュウリのマトリックスマッチド標準試料に含まれる農薬の一部の分析種（0.001 mg/kg）を分析して得られたクロマトグラムが示されています。このことは、APGC アプローチの感度が極めて高く、注入量が 1 μ L であっても、非常に低い濃度のすべての分析種が高い信頼性で検出できることを実証しています。

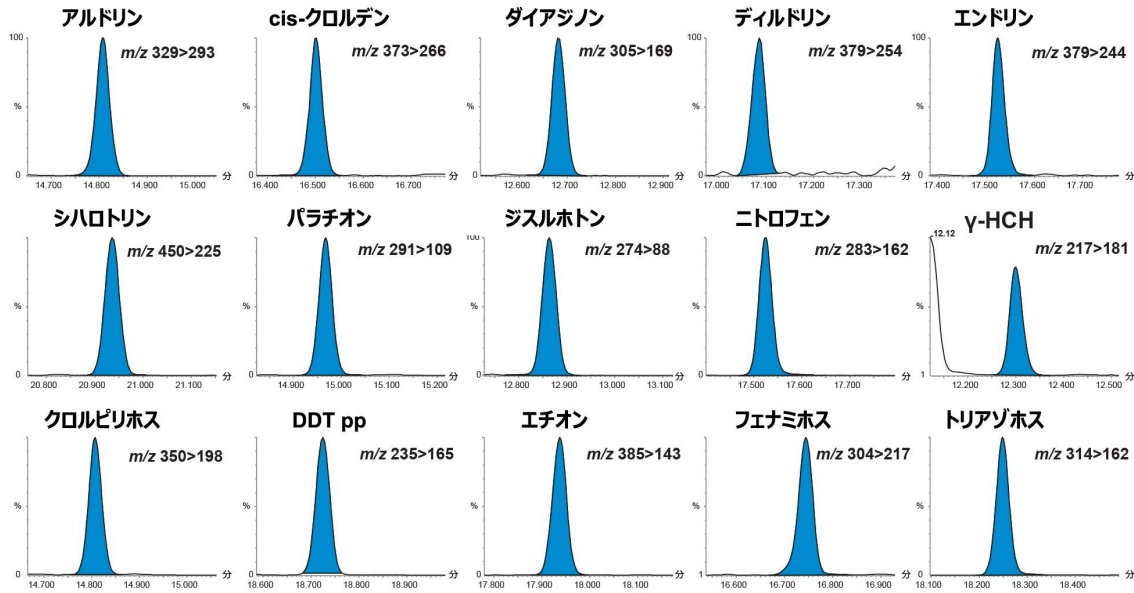


図 3. キュウリのマトリックスマッチド標準試料中の一部の農薬（0.001 mg/kg）の分析で得られたクロマトグラム

各分析種の最低キャリブレーションレベル（LCL）を、キャリブレーショングラフ特性を評価して、確立しました。レスメトリンに対する性能は、キャリブレーショングラフが濃度範囲全体での残差が不良（> 20%）で、測定係数（ r^2 ）が 0.96 であることから、半定量的と見なしました。低濃度のデータポイントは、残差が不良（> 20%）であることから、次の分析種のキャリブレーショングラフから除外し、LCL の値をそれに合わせて調整しました：カプタホール（0.005 mg/kg）、クロロタニル（0.005 mg/kg）、op DDT（0.005 mg/kg）、フォルペット（0.001 mg/kg）、イソ

ドリン (0.001 mg/kg)。これらの調整後、レスメトリン以外のすべての分析種は、SANTE の許容範囲 $\pm 20\%$ 以内に十分に入る残差を示しました⁶。カプタホール ($r^2 = 0.98$) 以外、すべての分析種のグラフで r^2 値は 0.99 を上回りました。キュウリのマトリックスマッチド標準試料中の一部の農薬の分析で得られたブラケットキャリブレーショングラフが図 4 に示されています。

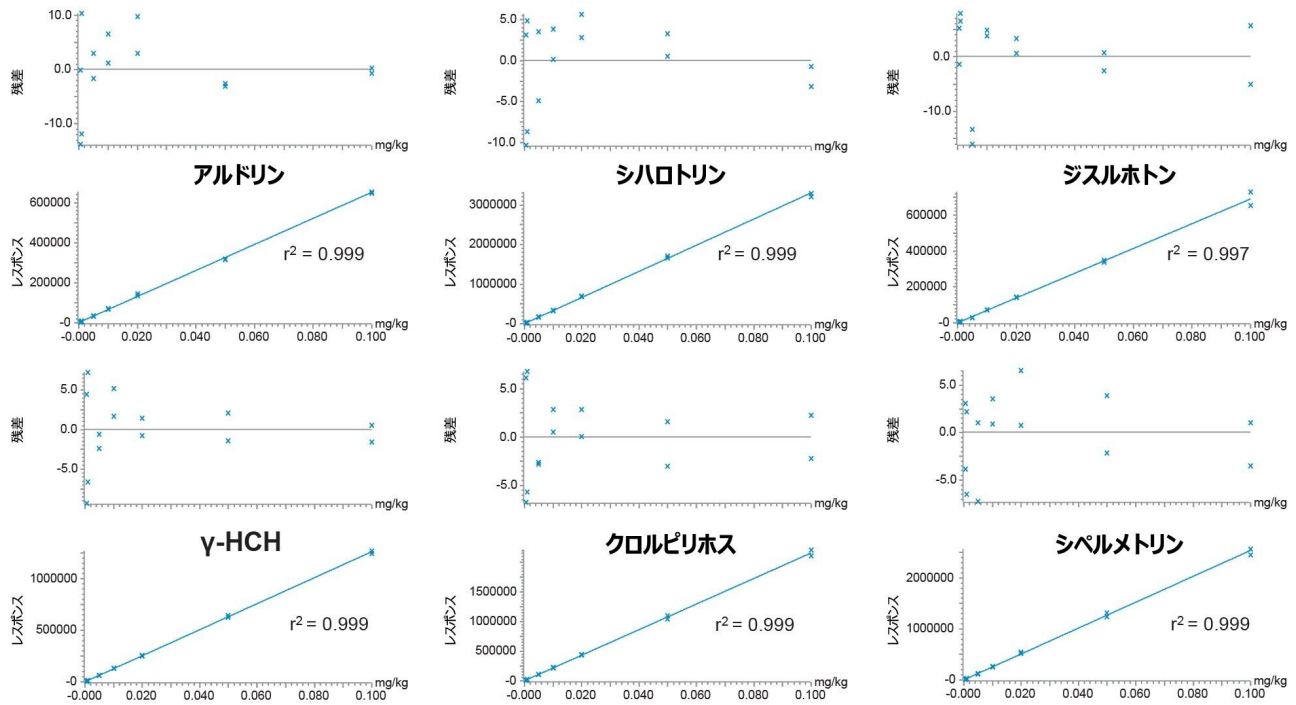


図 4. キュウリのマトリックスマッチド標準試料中の一部の農薬の分析で得られたキャリブレーショングラフ

TargetLynx を用いて同定基準、保持時間、イオン比を算出し、フラグを付けました。各スパイクサンプルに検出された各分析種の保持時間とイオン比は、レファレンスであるキャリブレーション標準試料の保持時間とイオン比に対応している必要があります⁶。すべての分析種の保持時間が許容範囲 ± 0.1 分以内であることがわかりました。0.001 mg/kg になるようにスパイクしたサンプルの分析で得られたイオン比は、分析種の 97% について同じ配列に由来するキャリブレーション標準試料の平均値の $\pm 30\%$ 以内であり、例外はクロロネブ、シクロエート、ジフェニルアミン、2, 3, 5, 6-テトラクロロアニリン、テトラメトリンでした。0.01 mg/kg のスパイクの分析データから得られたイオン比は、すべての分析種について許容範囲内でした。

回収率は、2 つの濃度での 5 回の繰り返しスパイクの分析で得られたデータを使用して評価しました。SANTE ガイドラインでは、試験した各添加濃度の平均回収率は 70% ~ 120% と指定されています⁶。0.001 mg/kg のスパイクの分析の結果から、分析種の 94% がその許容範囲内であることが示されました。例外は、アジンフォスメチル (58%)、

カプタホール (64%)、クロルフェナピル (69%)、クロロタロニル (156%)、op DDT (10%)、レスメトリン (定量不良により結果なし) でした。より高濃度の 0.01 mg/kg では、カプタホール (69%) のみがわずかに許容範囲外であり、レスメトリン (74%) の結果はキャリブレーションの不良によるものと考えられます。回収率の結果のサマリーが図 5 に示されています。

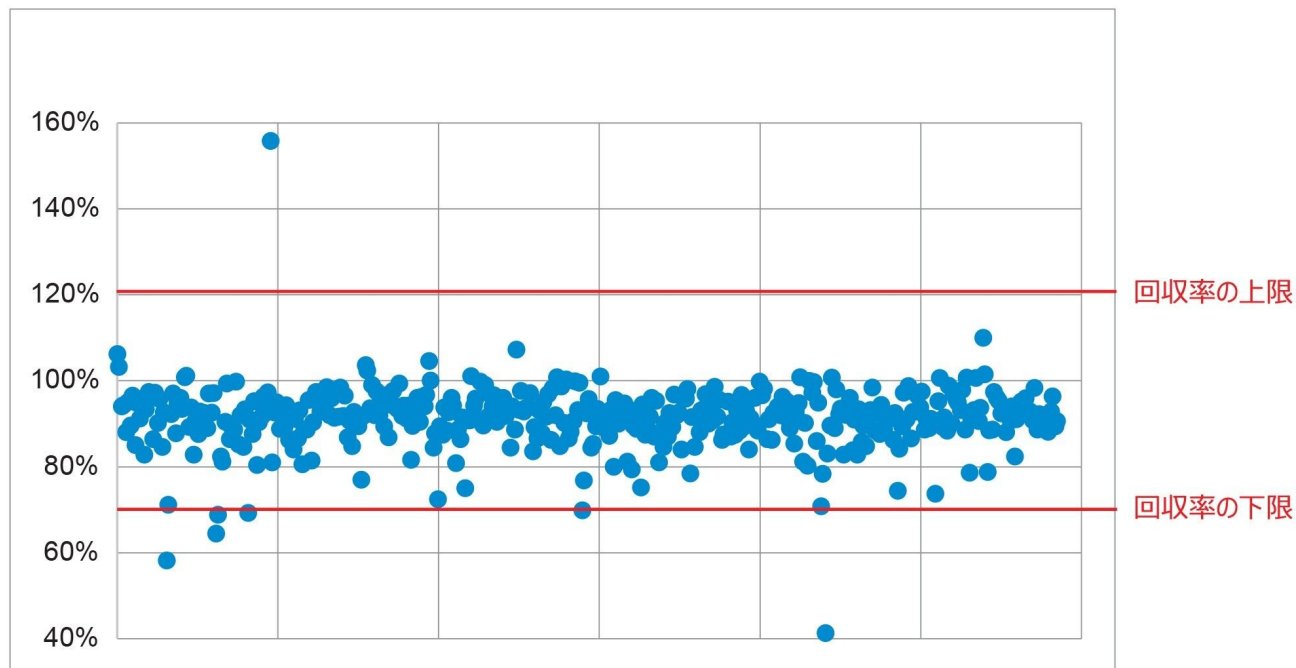


図 5. 0.001 mg/kg および 0.01 mg/kg になるようにスパイクしたキュウリの分析から得られた回収率 (%) のサマリー (op DDT およびクロロタロニルの極端な値 (それぞれ 10% および 156%) は示されていません)

この分析法の再現性 (RSD_r) も満足できるものでした。SANTE ガイドラインでは、試験するスパイク濃度での RSD_r は 20% 以下である必要があると規定されています⁶。0.001 mg/kg では、分析種の 99% がこの許容範囲内でした。例外は op DDT (34%) とイソドリン (23%) でした。より高い濃度の 0.01 mg/kg では、すべての分析種が $RSD_r \leq 20\%$ の値を示しました。再現性の結果のサマリーが図 6 に示されています。

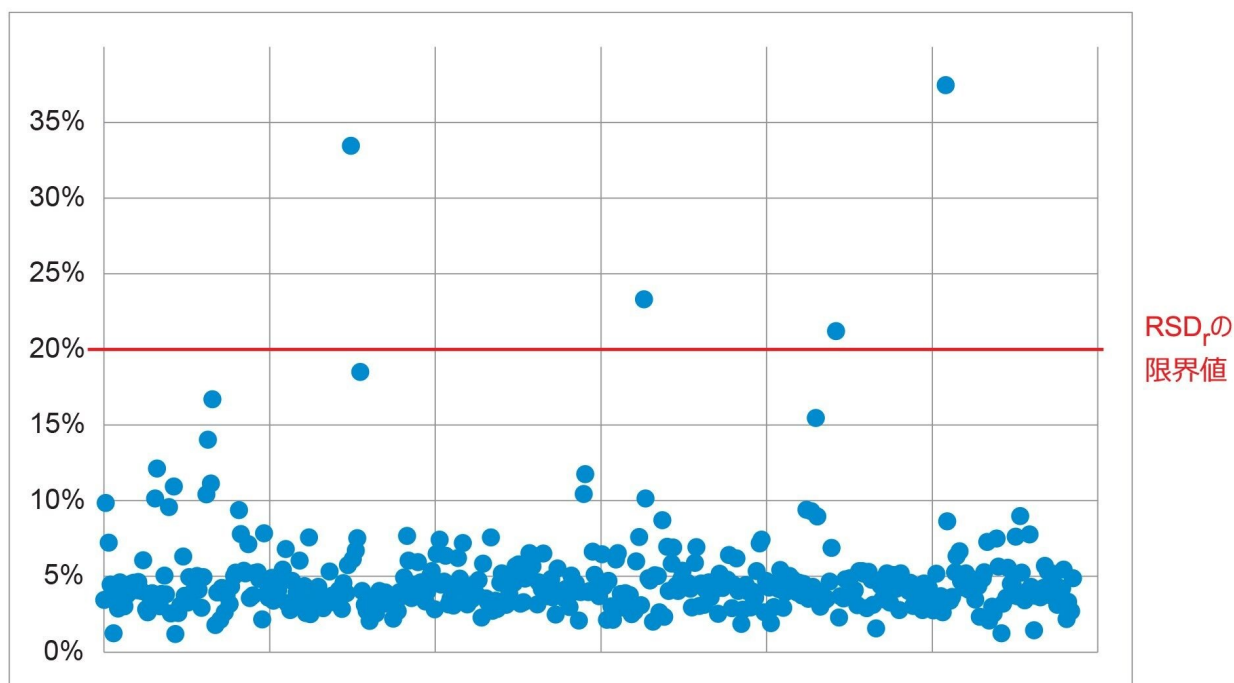


図 6. 0.001 mg/kg および 0.01 mg/kg になるようにスパイクしたキュウリの分析から得られた再現性 (%RSD_r) のサマリー

キュウリピュールのレファレンス物質 (T19290QC) を分析し、分析法の性能をさらに評価しました。測定値は、5 種類の分析種の割り当て値とよく一致しており、再現性は良好でした (表 1)。トリルフルアニド (0.049 mg/kg) の平均値は、割り当て値 (0.081 mg/kg) よりはるかに低い値でしたが、 ± 2 z-スコア (0.040 ~ 0.103 mg/kg) の濃度範囲内でした。これらの測定値は、良好な再現性 (RSD 5.8%) を示しました。トリルフルアニド、安定性の問題に関連しており、サンプルを解凍する場合のサンプル前処理の間、および PSA 吸着剤を使用するときの dSPE クリーンアップの間に、急速に分解することが示されています^{7,8}。

分析種	平均測定値 (mg/kg)	RSD _r (%)	割り当て値 (mg/kg)	z ≤ 2 の範囲
シハロトリラムダ	0.200	4.6	0.153	0.088~0.218
ジクロラン	0.058	4.1	0.067	0.037~0.096
ディルドリン	0.042	1.9	0.042	0.023~0.060
オキサジアゾン	0.060	3.1	0.057	0.032~0.082
ホスメット	0.090	9.0	0.083	0.045~0.116
トリルフルアニド	0.049	5.8	0.081	0.045~0.116

表 1. キュウリピューレのレファレンス物質の分析で得られた農薬の測定値と割り当て値の比較

結論

このアプリケーションノートでは、GC-MS/MS（APGC を搭載した Xevo TQ-XS）を使用する残留農薬測定のための高感度で正確な多成分残留物分析法について説明します。この分析法により、一般的な MRL を大幅に下回る濃度で信頼性の高い定量を行うことができ、キュウリに含まれる 200 種類の農薬について、SANTE ガイドラインに従って正常にバリデーションされ、満足度の高い結果が得られました。この分析法では、溶媒交換や PTV や大量注入を必要とせずに、非常に高い感度（LOD は通常 0.0005 mg/kg 未満）が得られました。スパイクサンプルの分析結果では、ほとんどすべての分析種の回収率と再現性がそれぞれの必要な許容範囲内でした。例えば、0.001 mg/kg で、94% が回収率の許容範囲内、99% が再現性の許容範囲内でした。この手順は、適切なバリデーションを行った後に、その他の食料品の分析に適用できます。この分析法は、MRL への適合を確認するのに適していることが実証されており、はるかに低い濃度で測定できる可能性があります。

参考文献

1. Niu Y *et al.* Atmospheric Pressure Chemical Ionization Source as an Advantageous Technique for Gas Chromatography-Tandem Mass Spectrometry. *Trends Anal.Chem.* (2020) 132:116053.
2. Cherta L *et al.* Application of Gas Chromatography-(Triple Quadrupole) Mass Spectrometry With

Atmospheric Pressure Chemical Ionization for the Determination of Multiclass Pesticides in Fruits and Vegetables.*J Chromatogr.A* (2013) 1314:224–240.

3. Saito-Shida S *et al.* Quantitative Analysis of Pesticide Residues in Tea by Gas Chromatography–Tandem Mass Spectrometry With Atmospheric Pressure Chemical Ionization.*J Chromatogr.B* (2020a) 1143:122057.
4. Saito-Shida S *et al.* Multi-Residue Determination of Pesticides in Green Tea by Gas Chromatography-Tandem Mass Spectrometry With Atmospheric Pressure Chemical Ionisation Using Nitrogen as the Carrier Gas.*Food Addit.Contam.Part A* (2020b) 38(1): 125–135.
5. European Committee for Standardisation (CEN) EN 15662:2018. Foods of Plant Origin - Multimethod for the Determination of Pesticide Residues Using Gc- And LC- Based Analysis Following Acetonitrile Extraction/Partitioning and Clean-up by Dispersive Spe - Modular Quechers-Method.
6. Document No.SANTE/12682/2019.Guidance Document on Analytical Quality, Control, and Method Validation Procedures for Pesticides Residues Analysis in Food and Feed.2019.
7. Fussell R *et al.* Assessment of the Stability of Pesticides during Cryogenic Sample Processing.1. Apples.*Agric.Food Chem.*(2002) 50(3):441–448.
8. Rutkowska E *et al.* Modification of Multiresidue QuEChERS Protocol to Minimize Matrix Effect and Improve Recoveries for Determination of Pesticide Residues in Dried Herbs Followed by GC-MS/MS.*Food Anal.Methods* (2018) 11:709–724.

Annex

名前	RT	CV (V)	MRM (CE, eV)	名前	RT	CV (V)	MRM (CE, eV)		
2,3,5,6-テトラクロロアジピン	10.6	30	232>158 (40)	232>160 (40)	フルノキサ	12.6	30	247>109 (20)	247>137 (10)
2,4-ジメチルシクロヘキサノール	19.0	10	227>248 (30)	227>169 (30)	HCH g	11.6	10, 30	181>146 (15)	217>181 (15)
2,5-ジメチルシクロヘキサノール	9.1	10	171>153 (30)	171>152 (20)	HCH g	12.1	10, 31	181>146 (15)	217>181 (15)
3,4-ジメチルシクロヘキサノール	7.9	30	162>127 (30)	162>109 (40)	HCH y	12.3	10, 32	181>146 (15)	217>181 (15)
4,4'-ジクロロペンタフルエン	15.1	30	253>141 (20)	253>139 (20)	HCH g	13.0	10, 33	181>146 (15)	217>181 (15)
4,4'-ジメチルシクロヘキサノール	18.5	30	309>166 (50)	309>201 (20)	ヘキサクロル	14.0	40	335>264 (20)	335>230 (30)
アセトクロル	13.7	30	223>146 (14)	270>224 (10)	ヘキサクロルエチルシクロ	15.7	20	351>217 (20)	351>251 (30)
アジラジン	21.2	10	428>260 (20)	428>401 (20)	ヘキサクロロベンゼン	11.6	30	264>214 (35)	264>249 (30)
アジラジン	13.9	30	238>162 (20)	238>132 (20)	ヘキサリン	18.8	30	253>171 (30)	253>171 (15)
アジラジン	14.8	20	367>228 (15)	367>331 (15)	ヨードシクロヘキサ	16.8	30, 60	412>277 (5)	377>362 (25)
アジラジン	5.9	5	174>181 (15)	174>180 (10)	イソクロル	19.6	30	330>248 (10)	332>247 (10)
アジラジン	14.9	20	208>152 (20)	208>180 (10)	イザラシ	12.9	30	314>182 (15)	314>120 (30)
アジラジン	12.2	10	216>104 (30)	216>174 (20)	イソリン	15.5	30	363>159 (20)	363>215 (20)
アジラジン	21.2	5	132>177 (20)	289>137 (20)	イソクロル	15.4	5	310>206 (15)	310>160 (40)
アジラジン	20.5	5	261>125 (20)	132>177 (20)	レナシ	18.6	30	235>163 (30)	235>136 (50)
ベンゾフラン	11.2	10	335>292 (10)	292>284 (15)	レノキサ	20.5	5	413>171 (20)	413>381 (20)
ベンゾフラン	19.8	10	181>165 (20)	181>115 (30)	レニニ	14.6	30	249>182 (15)	249>160 (20)
ベンゾフラン	15.9	30	303>181 (10)	303>139 (20)	ララジン	14.7	20	331>127 (5)	331>99 (5)
ベンゾフラン	7.3	30	154>152 (25)	154>102 (25)	メタノール	14.1	30	280>160 (20)	280>220 (10)
ベンゾフラン	16.7	30	405>99 (30)	405>155 (12)	メタノール	15.6	20	278>110 (10)	278>134 (20)
ベンゾフラン	15.8	30	377>127 (20)	377>170 (50)	メタノール	8.9	30	241>125 (20)	241>209 (10)
ベンゾフラン	16.2	10	393>337 (20)	393>162 (30)	メチルシクロ	19.9	10	227>196 (20)	227>141 (30)
ベンゾフラン	15.3	30	365>211 (30)	365>125 (20)	メタノール	14.7	20	284>176 (20)	284>252 (15)
ベンゾフラン	19.8	50	341>183 (20)	341>155 (35)	メノキサ	7.9	30	225>127 (10)	193>125 (10)
ベンゾフラン	17.2	30	317>108 (30)	317>166 (20)	MGK 284 1*	15.3	30	276>210 (20)	276>98 (40)
ベンゾフラン	16.1	5	348>312 (10)	312>181 (15)	MGK 284 2*	15.6	30	276>210 (20)	276>98 (40)
ベンゾフラン	15.9	5	264>166 (10)	264>170 (15)	メタノール	20.9	10	272>237 (15)	274>238 (15)
ベンゾフラン	18.5	5	343>157 (20)	343>97 (30)	メタノール	17.1	30	288>179 (10)	289>70 (20)
ベンゾフラン	18.5	10	412>346 (20)	412>366 (20)	N-(2,4-ジメチルフェニル) 高純度PEF	8.6	5	149>106 (15)	149>120 (15)
ベンゾフラン	16.2	20	268>125 (15)	270>125 (15)	ニトラン	19.3	30	345>300 (15)	345>258 (15)
ベンゾフラン	16.5	30	373>266 (25)	373>301 (20)	ニトロリン	17.5	10	283>253 (15)	283>162 (25)
ベンゾフラン	16.2	25	373>266 (25)	373>301 (20)	ベンゾフラン	17.9	30	407>300 (25)	407>263 (30)
ベンゾフラン	17.4	20	409>271 (20)	409>379 (10)	trans-ノロリン	16.6	30	407>300 (25)	407>263 (30)
ベンゾフラン	16.7	5	363>181 (10)	363>228 (30)	メタノール	18.5	20	303>146 (20)	303>102 (30)
ベンゾフラン	15.8	30	359>170 (20)	359>208 (20)	メタノール	17.1	5	345>177 (20)	345>138 (15)
ベンゾフラン	17.7	30	307>251 (20)	307>139 (40)	オキサノール	17.2	30	361>300 (15)	361>252 (15)
ベンゾフラン	9.0	60	191>113 (20)	191>141 (15)	オキサノール	16.4	30	294>70 (30)	294>125 (50)
ベンゾフラン	12.7	30	265>133 (30)	265>230 (20)	パラチン	15.0	30	291>109 (15)	292>236 (15)
ベンゾフラン	11.0	40	172>126 (20)	172>154 (10)	パラチン	13.8	30	264>125 (20)	264>109 (20)
ベンゾフラン	14.8	20	350>322 (10)	350>198 (20)	ペルメ	8.4	30	204>72 (20)	204>128 (10)
ベンゾフラン	13.7	40	322>290 (20)	322>125 (30)	ペンコノール	15.7	5	294>159 (25)	284>70 (15)
ベンゾフラン	14.9	30	332>301 (15)	332>243 (20)	ペンコノール	15.6	20	284>201 (20)	282>212 (10)
ベンゾフラン	17.7	30	360>269 (20)	360>325 (10)	ペンコノール	13.3	15	266>210 (20)	263>192 (25)
ベンゾフラン	18.0	30	360>269 (20)	360>325 (10)	ペンコノール	11.7	30	280>237 (25)	280>265 (17)
ベンゾフラン	15.7	30	331>188 (20)	331>259 (10)	ペンコノール	9.1	40	248>178 (30)	248>213 (30)
ベンゾフラン	12.2	30	240>126 (30)	240>107 (30)	ペンコノール	12.3	20	276>241 (20)	276>179 (30)
ベンゾフラン	21.9	30	363>307 (20)	363>227 (30)	ペンコノール	14.5	30	297>250 (40)	297>262 (20)
ベンゾフラン	10.7	30	216>55 (30)	216>83 (13)	ペルメリン 1*	21.8	10	391>255 (15)	391>319 (10)
ベンゾフラン (sum)	22.6	10	434>127 (30)	434>191 (10)	ペルメリン 2*	22.8	10	391>255 (15)	391>319 (10)
ベンゾフラン	20.9	10	450>140 (20)	450>225 (10)	フルノリン	20.4	20	351>183 (40)	351>149 (20)
ベンゾフラン (sum)	22.9	20	476>127 (30)	476>191 (10)	フルノリン	11.4	10, 50	807>75 (5)	231>129 (20)
ベンゾフラン	15.6	40	228>133 (30)	228>118 (30)	フルノリン	20.5	10	368>111 (40)	368>182 (15)
DDP op	17.2	30	235>199 (20)	235>165 (30)	フルノリン	19.7	20	318>160 (10)	160>133 (20)
DDP op	17.9	30	235>199 (20)	235>165 (30)	ビベロリン	19.2	30, 70	338>176 (5)	176>131 (15)
DDP op	16.3	30	316>246 (25)	316>248 (25)	ビベロリン	14.4	5	306>125 (30)	306>164 (30)
DDP op	17.0	30	316>246 (25)	316>248 (25)	ビベロリン	15.3	10	334>198 (23)	334>182 (25)
DDT op	18.0	30	235>199 (20)	235>165 (30)	ブチノール	16.9	20	312>252 (15)	312>176 (30)
DDT op	18.7	30	235>199 (20)	235>165 (30)	ブチノール	21.8	30	378>309 (40)	378>331 (30)
ブチノール	24.7	5	504>279 (10)	504>200 (20)	ブチノール	16.0	30	244>128 (20)	244>206 (20)
ブチノール	11.4	30	270>88 (13)	234>150 (20)	ブチノール	14.5	5	333>288 (20)	333>305 (15)
trans-ブチノール	11.7	30	270>88 (13)	234>150 (20)	ブチノール	16.9	5	375>305 (25)	375>97 (30)
ブチノール	12.7	40	305>153 (30)	305>169 (30)	ブチノール	12.5	30, 40	348>331 (10)	347>330 (10)
ブチノール	14.5	20	334>226 (20)	333>125 (20)	ブチノール	10.3	30	212>94 (30)	212>170 (20)
ブチノール	6.6	30	172>136 (15)	174>100 (25)	ブチノール	13.6	20	218>127 (20)	220>164 (15)
ブチノール	11.8	30	208>176 (10)	208>124 (20)	ブチノール	19.1	30	356>201 (10)	350>135 (25)
ブチノール	17.1	20	379>252 (10)	379>254 (30)	ブチノール	14.3	30	284>148 (20)	284>224 (10)
ブチノール	13.6	30	256>224 (15)	197>148 (10)	ブチノール	12.6	30	256>173 (20)	256>160 (10)
ブチノール	15.3	30	240>134 (20)	239>172 (10)	ブチノール	16.8	5	345>241 (15)	347>243 (15)
ブチノール	10.6	10	170>152 (20)	170>92 (20)	ブチノール	21.4	5	361>211 (20)	361>257 (20)
ブチノール	12.9	20	274>88 (5)	274>60 (20)	ブチノール	21.1	33	374>194 (32)	374>222 (20)
ブチノール	18.5	30	310>173 (15)	310>109 (30)	ブチノール	22.0	10, 50	365>147 (25)	309>147 (15)
ブチノール	13.3	30	341>170 (30)	341>205 (20)	ブチノール	19.6	30	341>189 (20)	341>205 (20)
ブチノール	16.5	5	406>8>170 (40)	406>8>253 (20)	ブチノール	12.7	30	200>82 (25)	200>107 (25)
ブチノール	17.8	5	406>8>170 (40)	406>8>253 (20)	ブチノール	20.7	30	322>96 (15)	322>186 (20)
ブチノール	18.6	10	323>217 (30)	323>251 (20)	ブチノール	15.9	30	299>271 (10)	299>163 (20)
ブチノール	17.5	30	379>343 (10)	379>244 (20)	ブチノール	12.2	5	296>279 (20)	295>237 (10)
ブチノール	19.6	30	381>281 (10)	381>345 (10)	ブチノール	19.3	30	339>143 (20)	339>171 (10)
EPN	19.8	30	324>296 (15)	324>157 (25)	スルホリン	11.2	30	323>171 (20)	323>97 (50)
EPN	23.8	30	419>225 (10)	419>125 (30)	スルホリン	18.3	10	323>139 (20)	323>219 (10)
エチノール	10.9	20	334>186 (30)	334>232 (10)	タウリン	24.0	40	503>208 (10)	503>250 (20)
エチノール	17.9	5	385>125 (20)	385>143 (30)	テトラノール	19.0	30	308>70 (30)	308>200 (10)
エチノール	19.8	30	223>187 (20)	223>179 (30)	テトラノール	26.1	30	333>171 (15)	334>117 (35)
エチノール	23.2	10, 20	378>163 (10)	163>135 (10)	テトラノール	10.1	10	239>201 (15)	262>245 (15)
エチノール	8.2	30	215>140 (20)	211>183 (10)	テトラノール	13.0	5	419>325 (10)	177>127 (20)
エチノール	16.7	40	304>217 (20)	304>202 (30)	テトラノール	12.9	20	161>118 (20)	161>144 (20)
エチノール	21.1	40	331>139 (30)	331>268 (20)	テトラノール	12.5	5	289>103 (5)	289>57 (20)
エチノール	14.1	5	321>289 (15)	321>125 (13)	テトラノール	12.5	30	230>104 (30)	230>174 (20)
エチノール	14.4	40	278>200 (20)	278>125 (30)	テトラノール	16.4	10	367>241 (20)	365>127 (15)
エチノール	20.0	25	350>125 (10)	350>97 (30)	テトラノール	20.3	10	354>227 (15)	350>169 (15)
エチノール	18.2	30	268>181 (10)	268>171 (15)	テトラノール	8.8	5	151>90 (10)	152>81 (10)
エチノール	14.9	20	278>105 (20)	279>247 (10)	テトラノール	19.7	50	332>164 (13)	164>107 (10)
エチノール	24.1	30	419>225 (10)	419>125 (30)	テトラノール	19.9	50	332>164 (13)	164>107 (10)
エチノール	15.7	30	437>315 (30)	437>368 (20)	トリスノール	13.9	5	301>125 (20)	301>269 (15)
エチノール	17.6	3							

ソリューション提供製品

Xevo TQ-XS タンデム四重極型質量分析計 <<https://www.waters.com/134889751>>

Waters 大気圧ガスクロマトグラフィー (APGC) <<https://www.waters.com/10100362>>

MassLynx MS ソフトウェア <<https://www.waters.com/513662>>

TargetLynx <<https://www.waters.com/513791>>

720007654JA、2022 年 6 月

© 2022 Waters Corporation. All Rights Reserved.

[利用規約](#)
[環境設定](#)

[プライバシー](#)

[商標](#)

[サイトマップ](#)

[キャリア](#)

[クッキー](#)

[クッキー](#)