

# オレンジ (ギ酸メタノール使用)

# MANUAL-LC

## 前処理フロー

試料 10g (5N NaOHでpHを中性に調整)

— 添加 各2ppm混合標準溶液 50uL

— アセトニトリル 10mL

ホモジナイズ

— NaCl (食塩) 1g

クエン酸3Na2水和物 1g

クエン酸水素2Na1.5水和物 0.5g

MgSO<sub>4</sub> (無水硫酸マグネシウム) 4g

撹拌 (手で振とう1分間)

遠心分離 (3000rpm 5分間)

アセトニトリル層

分取 1 mL

**Smart-SPEC18-50 mg+PSA-30 mg : 精製**

— 洗液 0.4%ギ酸メタノール 1mL (pH2.5)

流出液

— 水 0.5mL

**Smart-SPEC18-50mg : 精製**

— 溶出 メタノール-水 (8/2) 1mL

溶出液

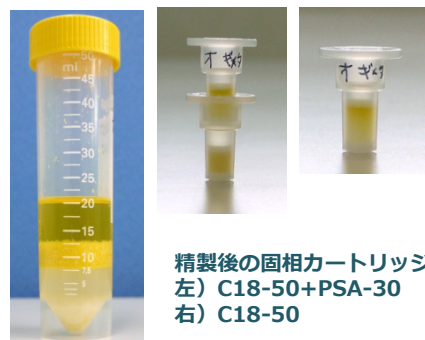
定容 (4mL, 水で調製 : 4倍希釈)

LC/MS/MS (注入量 5 uL : 試料 1.25mg相当)

## 目的/実験方法

### 手作業による添加回収試験(LC法)

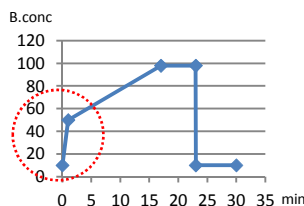
- 添加濃度 (試料中) : 10ppb
- 最終バイアル中濃度 : 2.5ppb
- 農薬 : 関東MIX-53, 54, 55, 58, 45  
(2ppmMIX/MeOHを作成)  
: 一部のGC対象高極性農薬  
(2ppmMIX/アセトニトリルを作成)
- 検量線 :
  - ・絶対、直線検量線
  - ・1点 : 2.5ppb  
農薬混合標準溶液 (アセトニトリル : 80%メタノール/  
水 : 0.4%ギ酸メタノール : 水 = 1:1:1)
- 測定 : sMRM測定 (1チャンネル/成分)



遠心分離後の状態

## LC/MS/MS分析条件

装置	MS: API 3200Q system (AB SCIEX)
	LC: Prominence (SIMADZU)
分析カラム	L-column2 ODS 2.1×150mm 3.0μm (化学物質評価研究機構)
移動相	A: 0.5mM酢酸アンモニウム水溶液 B: 0.5mM酢酸アンモニウム含有メタノール
グラジエント条件	B conc. (%)
Positive	10%→50% (0-1min) →98% (1-17min) →98% (17-23min) →10% (23-30min)
Negative	10%→50% (0-2min) →98% (2-10min) →98% (10-13min) →10% (13-20min)
分析時間	30min (Positive), 20min (Negative)
流速	0.2mL/min
注入量	5μL
イオン化モード	ESI Positive/Negative
イオンスプレー電圧	5500V/-4500V
イオンソース温度	350°C
測定モード	sMRM (scheduled Multiple Reaction Monitoring)



\* Posのグラジエント: アセフェートなどの高極性農薬のピーク形状が改善

## 考察

一部の農薬でマトリックスによるイオン化阻害を受けているものもあったが、概ね良好な結果が得られた。また果皮ごと分析のため、一部で検出された農薬があった。



**STQ-KIT**  
For STQ Method

### Sample



### Information

水分 : 88.7%  
脂質 : 0.1%  
脂肪酸 : 0.00%

オレンジは夾雑成分が多いため、PSAの上にはC18-50を使用。  
(C18-50+PSA-30)

オレンジは果皮も含めて果実全体を、フードプロセッサーで細切。

**AISTI SCIENCE**

### Product

Smart-SPEC18-50  
Smart-SPEC PSA-30

株式会社アイスティサイエンス

〒640-8341  
和歌山市黒田120-6アソト黒田2F  
TEL. 073-475-0033  
FAX. 073-497-5011  
[www.aisti.co.jp](http://www.aisti.co.jp)

No.	Pesticide Name	添加回収率	spike回収率	備考	No.	Pesticide Name	添加回収率	spike回収率	備考
1	Abamectin	93.7	98.1		94	Metsulfuron-methyl	96.4	93.4	
2	Acephate	62.0	73.7		95	Monolinuron	93.9	96.5	
3	Acibenzolar-S-methyl	72.7	85.2		96	Naproanilide	87.6	82.4	
4	Aldicarb	83.3	88.1		97	Naptalam	103.3	124.6	
5	Aldoxycarb	63.7	63.3		98	Novaluron	99.8	104.3	
6	Anilofos	63.2	64.2		99	Oxamyl	67.6	71.8	
7	Aramite	96.3	98.7		100	Oxaziclomefone	90.6	103.0	
8	Azamectiphos	80.2	90.3		101	Oxycarboxin	68.8	67.5	
9	Azimsulfuron	87.1	92.8		102	Pencycuron	86.2	94.6	
10	Azinphos-methyl	55.5	82.8		103	Penoxsulam	121.3	129.9	
11	Azoxystrobin	82.0	75.9		104	Phenmedipham	83.9	77.3	
12	Bendiocarb	89.4	89.5		105	Primicarb	92.0	91.7	
13	Bensulfuron-methyl	101.3	97.2		106	Propaquizafop	95.8	90.8	
14	Benzofenap	91.2	93.6		107	Propoxycarbazono	138.2	175.8	
15	Boscalid	78.3	76.0		108	Pyraclostrobin	97.2	96.2	
16	Butafenacil	72.8	81.4		109	Pyrazolynate	87.6	92.6	
17	Carbaryl	79.0	94.0		110	Pyrazosulfuron-ethyl	87.1	87.1	
18	Carbofuran	86.5	81.6		111	Pyriftalid	83.7	81.1	
19	Carpropamide	47.0	47.9		112	Quizalofop-ethyl	105.7	104.3	
20	Chloridazon	32.1	29.6		113	Quizalofop-P-tefuryl	-	-	ST ピークなし
21	Chlorimuron-ethyl	89.1	79.2		114	Silafluofen	16.7	102.7	
22	Chlorsulfuron	125.3	124.4		115	Simeconazole	77.2	82.6	
23	Chlorxuron	77.8	75.3		116	Spinosyn A	82.0	80.8	
24	Chromafenozide	74.2	74.1		117	Spinosyn D	83.4	82.8	
25	Cinosulfuron	88.0	84.1		118	Sulfentrazone	106.4	91.5	
26	Clodinafop acid	-	-	ST ピークなし	119	Sulfosulfuron	90.8	86.3	
27	Clofencet	110.4	158.2		120	Tebufenozide	66.9	69.1	
28	Clofentezine	92.0	89.3		121	Tebuthiuron	72.6	74.3	
29	Clomeprop	84.9	89.8		122	Teflubenzuron	88.5	91.4	
30	Cloquintocet-mexyl	99.3	99.0		123	Tetrachlorvinphos	87.4	87.0	
31	Cloransulam-methyl	110.0	111.4		124	Thiabendazole	59.9	66.6	
32	Clothianidin	52.2	67.9		125	Thiacloprid	45.3	51.3	
33	Cumyruon	32.5	33.0		126	Thiamethoxam	42.6	44.6	
34	Cycloate	102.0	121.9		127	Thidiazuron	90.6	78.6	
35	Cyclosulfamuron	63.0	72.4		128	Thifensulfuron-methyl	95.2	94.4	
36	Cyflufenamide	96.7	93.2		129	Thiodicarb	82.5	87.0	
37	Cyprodinil	89.8	90.7		130	Tralkoxydim	46.7	44.4	
38	Daimuron	33.7	34.0		131	Triasulfuron	70.3	79.5	
39	Di-allate	123.4	116.2		132	Tridemorph E	98.1	93.9	
40	Dichlosulam	91.7	93.8		133	Tridemorph Z	93.0	100.8	
41	Diclomezine	95.9	77.1		134	Trifloxysulfuron	109.1	105.7	
42	Diflubenzuron	90.5	60.8		135	Triflumuron	92.7	97.2	
43	Dimethirimol	80.7	79.7		136	Triticonazole	80.1	81.6	
44	DimethomorphE	87.6	84.5		137	Acetamiprid	51.0	49.9	
45	DimethomorphZ	107.5	109.2		138	atrazine	80.4	77.6	
46	Diuron	82.2	83.1		139	bromacil	81.2	78.0	
47	Dymuron	33.7	34.0		140	carboxin	80.3	76.4	
48	Epoxiconazole	89.9	92.0		141	cyanazine	58.0	65.7	
49	Ethametsulfuron-methyl	82.8	85.3		142	DDVP	98.4	92.9	
50	Ethoxysulfuron	130.5	118.6	低感度	143	Diclotopos	75.0	71.4	
51	Fenamidone	75.4	71.9		144	Dimethoate	52.3	58.6	
52	Fenhexamid	99.7	94.3		145	Dimeton-s-methyl	85.3	94.5	
53	Fenobucarb	89.6	83.7		146	hexazinone	78.0	78.1	
54	Fenoxaprop-ethyl	114.5	175.3	低感度	147	imazamethabenz-methyl	77.5	79.5	
55	Fenoxycarb	100.5	104.9		148	Iprodione	-	-	ST ピークなし
56	Fenpyroximate E	92.7	94.3		149	Isoprocarb	101.2	98.8	
57	Fenpyroximate Z	87.8	96.4		150	Lenacil	71.6	74.1	
58	Ferimzone EandZ	81.0	79.3		151	mevinphosE	53.9	59.0	
59	Flazasulfuron	75.9	77.7		152	mevinphosZ	87.3	87.6	
60	Florasulam	87.0	81.3		153	monocrotophos	60.8	66.2	
61	Fluazifop	99.5	98.3		154	oxadixyl	90.8	76.3	
62	Flufenacet	97.9	91.3		155	PhosphamidoneE	96.1	101.2	
63	Flufenoxuron	95.8	94.3		156	PhosphamidoneZ	87.4	83.4	
64	Flumetsulam	69.4	67.9		157	Primicarb	95.5	96.9	
65	Fluridon	67.5	67.3		158	propoxur	77.3	97.3	
66	Foramsulfuron	100.1	104.0		159	pyroquilon	77.5	83.4	
67	Forchlorfenuron	45.7	41.2		160	Simazine	81.8	79.5	
68	Furametpyr	86.0	83.8		161	Simetorin	85.9	92.7	
69	Furathiocarb	104.8	107.4		162	terbacil	-	-	ST ピークなし
70	Halosulfuron-methyl	101.1	88.5		163	XMC	88.8	91.7	
71	Haloxypop	84.4	91.1	Neg	1	2-4-D	128.2	124.2	
72	Hexaflumuron	89.9	102.9	Neg	2	2-4-DP (Dichlorprop)	112.2	105.1	
73	Hexythiazox	90.8	98.3	Neg	3	4-Chlorophenoxyacetic acid	115.3	111.5	
74	Imazalil	19148.5	18285.3	検出	4	Acifluorfen	114.3	97.0	
75	Imazaquin	57.2	66.9		5	Bromoxynil	67.7	71.4	
76	Imazosulfuron	123.2	108.6	低感度	6	Cloprop	121.3	111.5	
77	Imidacloprid	318.4	296.7	検出	7	Cyclanilide	105.3	102.0	
78	Indanofan	87.9	98.1		8	Dichlorprop	107.6	107.9	
79	Indoxacarb	93.5	102.4		9	Fluroxypyr	87.8	84.9	
80	Iodosulfuron-methyl	95.5	100.1		10	Fomesafen	140.5	134.9	
81	Iprovalicarb	95.0	87.7		11	Gibberellin	86.0	82.0	
82	Isoxaflutole	86.3	92.8		12	Hexaflumuron	100.8	99.7	
83	Lactofen	91.8	95.5		13	Ioxynil	80.7	79.7	
84	Linuron	83.3	104.6		14	Lufenuron	110.3	108.2	
85	Lufenuron	98.2	112.0		15	MCPA	129.5	121.8	
86	Mepanipyrim	84.3	79.0		16	MCPB	106.8	100.7	
87	Mesosulfuron-methyl	96.3	96.8		17	MCPP (Mecoprop)	129.0	115.3	
88	Methabenzthiazuron	82.9	90.8		18	Methoxyfenozide	40.7	41.7	
89	Methamidophos	71.0	84.9		19	Naphthaleneacetic acid	110.8	106.7	
90	Methiocarb	81.1	84.8		20	Naproanilide	63.8	66.4	
91	Methomyl	45.5	52.5		21	Oryzalin	86.8	88.9	
92	Methoxyfenozide	33.9	27.9		22	Thidiazuron	69.9	62.1	
93	Metosulam	103.3	97.2		23	Triclopyr	96.8	115.3	

\* Spike回収率：最終試験溶液に農薬を添加し測定することで、機器分析におけるマトリックス効果を確認。

\* 絶対検量線を使用 回収率30%未満は  スタンダードピークなしは  回収率150%以上は