

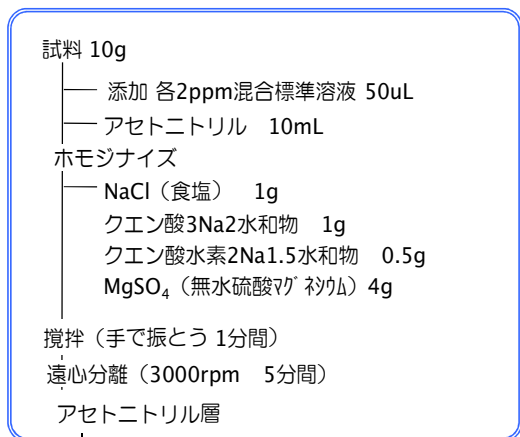
# エリンギ (ギ酸メタノール使用)

# MANUAL-LC



**STQ-KIT**  
For STQ Method

## 前処理フロー

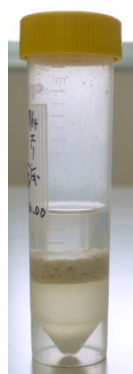


LC/MS/MS (注入量 5 uL : 試料 1.25mg相当)

## 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 = 1:1:1:1)
- 測定 : sMRM測定 (1チャンネル/成分)



遠心分離後の状態

## Sample



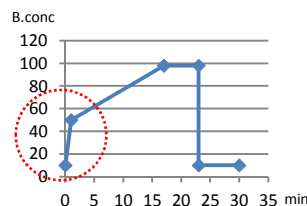
## Information

水分 : 87.5%  
脂質 : 0.5%  
脂肪酸 : 0.27%

エリンギは可食部を、フードプロセッサで細切。

## 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

全体的に回収率がやや高めに算出されたが、概ね良好な結果が得られた。一部の農薬は感度が悪い、またはRetention TimeがずれたのかStandardのピークが確認できず、分析不可のものがあった。

**AiSTI SCIENCE**

## Product

Smart-SPE C18-30  
Smart-SPE C18-50  
Smart-SPE 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	No.	Pesticide Name	添加回収率	Spike回収率	No.	Pesticide Name	添加回収率	Spike回収率
1	Abamectin	106.5	118.4	81	Hexaflumuron	117.6	83.9	161	Triflumuron	126.7	104.5
2	Acephate	71.0	80.2	82	hexazinone	102.0	110.2	162	Triticonazole	109.9	102.0
3	Acetamiprid	112.5	103.0	83	Hexythiazox	97.7	104.6	163	XMC	115.5	109.1
4	Acibenzolar-S-methyl	110.0	109.0	84	Imazalil	104.3	107.5		<b>Negative</b>		
5	Aldicarb	110.4	105.6	85	imazamethabenz-methyl	120.6	126.9	1	2-4-D	96.8	101.2
6	Aldoxycarb	86.4	79.4	86	Imazaquin	98.5	107.9	2	2-4-DP (Dichlorprop)	109.9	108.6
7	Anilofos	116.9	97.3	87	Imazosulfuron	123.0	100.7	3	4-Chlorophenoxyacetic acid	110.5	115.7
8	Aramite	103.4	102.8	88	Imidacloprid	116.6	115.9	4	Acifluorfen	131.9	151.2
9	atrazine	101.7	100.2	89	Indanofan	91.1	90.2	5	Bromoxynil	105.8	114.8
10	Azamethiphos	127.3	107.7	90	Indoxacarb	106.4	91.9	6	Cloprop	104.3	109.1
11	Azimsulfuron	104.8	114.5	91	Idosulfuron-methyl	117.9	128.1	7	Cyclanilide	101.0	104.3
12	Azinphos-methyl	103.9	106.1	92	Iprodione	-	-	8	Dichlorprop	109.9	108.6
13	Azoxystrobin	126.7	126.9	93	Iprovalicarb	119.5	118.6	9	Fluroxypyr	96.0	111.4
14	Bendiocarb	134.6	143.3	94	Isoprocab	130.0	129.3	10	Fomesafen	132.3	147.9
15	Bensulfuron-methyl	129.8	127.2	95	Isoxaflutole	98.7	112.3	11	Gibberellin	107.6	119.3
16	Benzofenap	107.5	109.6	96	Lactofen	101.7	112.6	12	Hexaflumuron	63.1	73.2
17	Boscalid	90.8	90.8	97	Lenacil	96.5	86.4	13	Ioxynil	99.4	112.5
18	bromacil	78.9	53.4	98	Linuron	92.5	95.3	14	Lufenuron	79.0	71.6
19	Butafenacil	106.9	108.6	99	Lufenuron	97.9	113.8	15	MCPA	100.5	116.6
20	Carbaryl	109.6	112.7	100	Mepanipyrim	119.7	111.6	16	MCPB	100.5	103.4
21	Carbofuran	132.7	113.0	101	Mesosulfuron-methyl	125.4	119.8	17	MCPP (Mecoprop)	115.3	112.2
22	carboxin	85.2	111.0	102	Methabenzthiazuron	101.8	96.3	18	Methoxyfenozide	68.9	75.4
23	Carpropamide	109.4	110.0	103	Methamidophos	77.3	92.8	19	Naphthaleneacetic acid	107.6	106.1
24	Chloridazon	96.4	95.6	104	Methiocarb	94.5	94.3	20	Naproanilide	79.3	86.2
25	Chlorimuron-ethyl	102.5	97.1	105	Methomyl	149.2	92.8	21	Oryzalin	94.9	100.7
26	Chlorsulfuron	131.5	122.9	106	Methoxyfenozide	98.3	106.1	22	Thidiazuron	122.4	118.5
27	Chlorxuron	116.6	115.1	107	Metosulam	86.9	116.7	23	Triclopyr	132.9	103.3
28	Chromafenozide	128.0	127.7	108	Metsulfuron-methyl	130.1	123.6				
29	Cinosulfuron	117.2	117.1	109	mevinphosE	138.9	147.8				
30	Clodinafop acid	-	-	110	mevinphosZ	115.5	102.4				
31	Clofencet	84.1	104.4	111	monocrotophos	114.0	98.3				
32	Clofentazine	82.2	87.1	112	Monolinuron	129.0	128.8				
33	Clomeprop	88.2	81.3	113	Naproanilide	96.5	93.6				
34	Cloquintocet-mexyl	119.9	121.1	114	Naptalam	131.9	145.8				
35	Cloransulam-methyl	139.7	133.1	115	Novaluron	86.8	99.7				
36	Clothianidin	111.5	119.0	116	oxadixyl	95.8	106.1				
37	Cumyruron	105.2	108.5	117	Oxamyl	117.7	104.8				
38	cyanazine	106.1	114.9	118	Oxaziclomfene	103.1	108.6				
39	Cycloate	101.4	97.6	119	Oxycarboxin	93.2	102.1				
40	Cyclosulfamuron	111.9	95.2	120	Penycuron	96.2	107.2				
41	Cyflufenamide	109.5	108.0	121	Penoxsulam	153.1	172.8				
42	Cyprodinil	107.9	118.5	122	Phenmedipham	111.3	105.5				
43	DDVP	91.6	100.0	123	PhosphamidoneE	97.1	105.7				
44	Di-allate	106.9	94.5	124	PhosphamidoneZ	138.2	130.5				
45	Diazinon-d	-	-	125	Primicarb	113.2	108.4				
46	Dichlosulam	91.1	102.4	126	Primicarb	116.7	120.6				
47	Diclomezine	144.0	138.6	127	Propaquizafop	98.6	110.2				
48	Diclotopos	110.7	114.4	128	propoxur	117.0	120.9				
49	Diflubenzuron	65.2	75.8	129	Propoxycarbazone	181.7	188.9				
50	Dimethirimol	99.9	110.2	130	Pyraclostrobin	106.9	98.7				
51	Dimethoate	102.4	110.8	131	Pyrazolynate	103.9	103.8				
52	DimethomorphE	110.7	132.7	132	Pyrazosulfuron-ethyl	116.2	96.2				
53	DimethomorphZ	119.1	109.2	133	Pyrifthalid	102.3	118.7				
54	Dimeton-s-methyl	125.3	124.0	134	pyroquilon	97.0	109.5				
55	Diuron	109.6	101.8	135	Quizalofop-ethyl	84.8	84.2				
56	Dymuron	97.5	97.8	136	Quizalofop-P-tefuryl	-	-				
57	Epoconazole	112.5	110.6	137	Silafluofen	36.9	136.2				
58	Ethametsulfuron-methyl	167.0	155.9	138	Simazine	124.6	98.2				
59	Ethoxysulfuron	-	-	139	Simeconazole	107.8	112.4				
60	Fenamidone	63.7	65.9	140	Simetorin	125.7	120.3				
61	Fenhexamid	107.0	120.1	141	Spinosyn A	77.4	79.5				
62	Fenobucarb	111.4	108.0	142	Spinosyn D	105.1	110.1				
63	Fenoxprop-ethyl	-	-	143	Sulfentrazone	87.4	92.9				
64	Fenoxycarb	105.8	99.1	144	Sulfosulfuron	112.4	109.5				
65	Fenpyroximate E	56.2	65.7	145	Tebufenozide	105.3	93.3				
66	Fenpyroximate Z	57.6	71.5	146	Tebuthiuron	103.4	100.1				
67	Ferimzone EandZ	96.8	105.8	147	Teflubenzuron	130.2	121.9				
68	Flazasulfuron	120.1	116.8	148	terbacil	-	-				
69	Florasulam	121.2	123.5	149	Tetrachlorvinphos	105.8	104.0				
70	Fluazifop	109.3	125.7	150	Thiabendazole	89.2	100.4				
71	Flufenacet	116.6	100.1	151	Thiacloprid	103.1	105.1				
72	Flufenoxuron	97.1	105.8	152	Thiamethoxam	89.7	82.2				
73	Flumetsulam	116.8	119.3	153	Thidiazuron	111.6	113.9				
74	Fluridon	103.8	101.2	154	Thifensulfuron-methyl	146.3	144.5				
75	Foramsulfuron	97.5	111.8	155	Thiodicarb	16.8	106.6				
76	Forchlorfenuron	92.6	101.4	156	Tralkoxydim	126.4	112.8				
77	Furametpyr	106.9	122.3	157	Triasulfuron	127.5	93.5				
78	Furathiocarb	88.9	110.1	158	Tridemorph E	102.9	115.8				
79	Halosulfuron-methyl	104.9	117.3	159	Tridemorph Z	101.1	118.7				
80	Haloxyfop	132.3	115.8	160	Trifloxysulfuron	124.0	152.4				

\* 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