

レタス (ギ酸メタノール使用)

AUTO-LC

前処理フロー

試料 10g

- 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
- MgSO₄ (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

試料瓶 (自動前処理装置にセット)

自動前処理装置 STQ-L200
LC法: 10分/検体

分取 1 mL

固相 C18-30 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

固相 C18-50mg: 精製

- 溶出 メタノール/水 (8/2) 1mL

溶出液

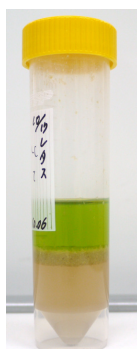
定容 (4mL, 水で調製: 4倍希釈)

LC/MS/MS (注入量 5 uL: 試料1.25mg相当)

目的/実験方法

自動前処理装置STQ-L200を用いた
添加回収試験(LC法)

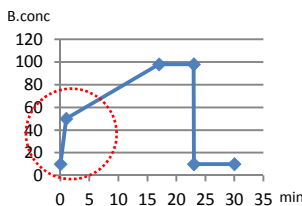
- 添加濃度 (試料中): 10ppb
- 最終バイアル中濃度: 2.5ppb
- 農薬: 関東MIX-53, 54, 55, 58, 45
(2ppmMIX/MeOHを作成)
: 64種のGC対象高極性農薬
(2ppmMIX/アセトニトリルを作成)
- 検量線:
 - ・絶対、直線検量線
 - ・1点: 2.5ppb
農薬混合標準溶液 (アセトニトリル: 80%メタノール/
水: 0.4%ギ酸メタノール: 水 = 1:1:1:1)
- 測定: sMRM測定 (1チャンネル/成分)



遠心分離後の状態

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



STQ-L200

For STQ Method

Sample



Information

水分: 95.9%
脂質: 0.1%
脂肪酸: 0.04%

レタスは外側変質
葉及びしんを除去し
たものを、フードプロ
セッサで細切。

AISTI SCIENCE

Product

STQ-L200
Smart-SPE C18-30
Smart-SPE C18-50
Smart-SPE PSA-30

考察

Positive測定農薬は概ね良好な結果が得られたが、一部のNegative測定農薬で手分析の結果よりやや低回収率のものもあった。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。

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

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	1-Naphthylacetamide	80.9	86.0	81	Fluridone	85.7	96.2	161	Tebuthiuron	53.2	62.9
2	3-Hydroxycarbofuran	94.9	82.8	82	Flusilazole	88.0	89.3	162	Teflubenzuron	80.8	80.5
3	Abamectin	80.1	92.8	83	Flutriafol	73.8	85.5	163	terbacil	-	-
4	Acephate	70.8	82.5	84	Foramsulfuron	82.6	115.9	164	Tetrachlorvinphos	79.2	92.3
5	Acetamiprid	80.3	84.9	85	Forchlorfenuron	75.1	83.5	165	Tetraconazole	111.9	114.3
6	Acibenzolar-S-methyl	62.3	83.4	86	Fosthiazate	79.9	85.7	166	Thiabendazole	70.9	80.3
7	Aldicarb	81.8	89.1	87	Furametpyr	83.1	91.6	167	Thiacloprid	78.1	83.9
8	Aldoxycarb	64.6	74.5	88	Furathiocarb	71.2	92.2	168	Thiamethoxam	91.2	99.0
9	Anilofos	83.4	90.4	89	Halosulfuron-methyl	-	-	169	Thidiazuron	69.0	75.4
10	Aramite	75.1	90.4	90	Haloxifyop	-	-	170	Thifensulfuron-methyl	63.0	77.5
11	atrazine	88.0	92.8	91	Hexaconazole	101.0	84.4	171	Thiodicarb	54.0	87.1
12	Azamectiphos	75.4	69.7	92	Hexaflumuron	78.8	97.9	172	Tralkoxydim	72.5	99.6
13	Azimsulfuron	55.9	71.4	93	hexazinon	90.4	93.6	173	Triadimenol	89.6	90.9
14	Azinphos-methyl	88.1	81.0	94	Hexythiazox	62.1	75.2	174	Triasulfuron	95.6	107.4
15	Azoxystrobin	95.4	98.6	95	Imazail	72.0	86.4	175	Tricyclazole	78.0	81.6
16	Bendiocarb	88.5	89.0	96	imazamethabenz-methyl	79.1	81.9	176	Tridemorph E	72.4	94.2
17	Bensulfuron-methyl	79.1	89.5	97	Imazaquin	-	-	177	Tridemorph Z	67.8	96.2
18	Benzo fenap	81.7	93.4	98	Imazosulfuron	-	-	178	Trifloxysulfuron	98.9	98.1
19	Bitertanol	83.5	88.9	99	Imibenconazole	65.3	82.1	179	Triflumuron	81.1	101.8
20	Boscalid	87.2	87.8	100	Imidacloprid	65.9	89.4	180	Trifluzamide	82.1	87.6
21	bromacil	122.4	87.3	101	Indanofan	74.7	82.7	181	Triticonazole	80.0	85.0
22	Butafenacil	85.0	91.3	102	Indoxacarb	73.7	95.1	182	XMC	91.1	95.7
23	Carbaryl	58.5	64.9	103	Iodosulfuron-methyl	-	-				
24	Carbofuran	78.4	87.3	104	Iprodione	-	-				
25	carboxin	-	-	105	Iprovalicarb	82.0	93.0	1	2-4-D	62.4	91.4
26	Carpropamide	84.3	94.3	106	Isoprocarb	89.9	88.7	2	2-4-DP (Dichlorprop)	71.2	78.0
27	Chloridazon	73.8	78.7	107	Isoxaflutole	83.1	80.1	3	4-Chlorophenoxyacetic acid	64.7	107.4
28	Chlorimuron-ethyl	-	-	108	Lactofen	75.0	90.2	4	Acifluorfen	75.4	106.1
29	Chlorsulfuron	37.5	39.3	109	Lenacil	88.4	88.5	5	Bromoxynil	69.5	92.9
30	Chlorxuron	78.2	92.1	110	Linuron	91.4	101.8	6	Clopropr	98.6	123.8
31	Chromafenozide	78.4	86.6	111	Lufenuron	74.0	82.2	7	Cyfluanilide	42.9	39.4
32	Cinosulfuron	87.5	87.0	112	Mepanipyrim	84.2	85.5	8	Dichlorprop	71.2	78.0
33	Clofencet	-	-	113	Mesosulfuron-methyl	75.9	105.3	9	Dicloran	60.0	63.0
34	Clofentezine	81.1	96.2	114	Methabenzthiazuron	80.4	90.4	10	Dimethipin	82.6	100.8
35	Clomeprop	71.7	84.6	115	Methamidophos	77.0	90.7	11	Fluroxypry	58.1	102.1
36	Cloquintocet-mexyl	79.0	91.2	116	Methiocarb	82.0	95.4	12	Fomesafen	76.8	114.9
37	Cloransulam-methyl	-	-	117	Methomyl	87.3	77.9	13	Formothion	-	-
38	Clothianidin	78.1	91.8	118	Methoxyfenozide	85.2	97.3	14	Gibberellin	83.1	100.0
39	Cumyruron	79.8	87.9	119	Metosulam	84.2	94.9	15	Hexaflumuron	77.9	92.8
40	cyanazine	90.1	100.0	120	Metsulfuron-methyl	63.4	83.4	16	Ioxynil	63.9	87.5
41	Cycloate	74.5	82.8	121	mevinphosE	95.2	90.7	17	Lufenuron	76.7	89.0
42	Cyclosulfamuron	84.1	86.7	122	mevinphosZ	86.7	89.8	18	MCPA	68.9	84.3
43	Cyflufenamide	80.7	88.5	123	monocrotophos	86.2	84.6	19	MCPB	98.1	115.8
44	Cyproconazole-1	82.8	93.2	124	Monolinuron	81.7	94.6	20	MCPP (Mecoprop)	71.7	81.3
45	Cyproconazole-2	82.8	93.2	125	Myclobutanil	85.4	87.4	21	Methoxyfenozide	79.0	89.0
46	Cyprodinil	79.4	89.6	126	Napronilide	79.7	85.9	22	Naphthaleneacetic acid	91.1	148.6
47	DDVP	88.2	82.5	127	Naptalam	-	-	23	Naproxanilide	81.1	93.6
48	Di-allate	77.8	85.5	128	Norflurazon	87.6	90.5	24	Norflurazon	86.2	89.0
49	Dichlosulam	-	-	129	Novaluron	79.4	91.2	25	Oryzalin	85.2	90.3
50	Diclomezine	74.6	64.8	130	oxadixyl	85.6	90.7	26	Thidiazuron	83.7	101.2
51	Diclotopos	79.6	88.1	131	Oxamyl	65.4	73.1	27	Triclopyr	70.2	80.6
52	Difenoconazole	84.7	100.9	132	Oxaziclofomefone	83.0	91.4	28	Trifluzamide	88.6	92.2
53	Diflubenzuron	83.4	93.7	133	Oxycarboxin	76.8	84.7				
54	Dimethirimol	78.6	96.5	134	Pencycuron	78.7	90.7				
55	Dimethoate	81.8	100.8	135	Penoxsulam	-	-				
56	DimethomorphE	88.2	92.0	136	Phenmedipham	81.8	96.0				
57	DimethomorphZ	79.9	84.4	137	PhosphamidoneE	95.2	101.5				
58	Dimeton-s-methyl	85.0	101.8	138	PhosphamidoneZ	85.8	95.7				
59	Diuron	85.6	98.1	139	Primicarb	85.8	96.9				
60	Dymuron	83.9	92.1	140	Propaquizafop	58.6	90.4				
61	Epoxiconazole	80.5	87.5	141	propoxur	82.5	82.5				
62	Ethamsulfuron-methyl	81.6	82.4	142	Propoxycarbazone	-	-				
63	Ethoxysulfuron	-	-	143	Pyraclostrobin	80.9	89.9				
64	Fenamidone	88.4	99.0	144	Pyrazolynate	80.6	70.8				
65	Fenamiphos	91.9	92.8	145	Pyrazosulfuron-ethyl	21.2	21.3				
66	Fenbuconazole	78.0	84.9	146	Pyrifthalid	80.3	90.1				
67	Fenhexamid	88.6	99.9	147	pyroquilon	75.0	79.5				
68	Fenobucarb	84.1	93.1	148	Quinoclamine	75.6	59.9				
69	Fenoxaprop-ethyl	49.6	88.5	149	Quizalofop-ethyl	78.7	93.5				
70	Fenoxycarb	78.0	93.1	150	Silafluofen	36.1	81.9				
71	Fenpyroximate E	68.3	81.4	151	Simazine	89.7	92.0				
72	Fenpyroximate Z	67.0	80.6	152	Simeconazole	79.7	86.3				
73	Fensulfothion	88.8	88.6	153	Simetorin	85.9	92.7				
74	Ferimzone EandZ	80.8	93.4	154	Spinosyn A	72.5	88.9				
75	Flazasulfuron	76.4	95.3	155	Spinosyn D	63.9	88.7				
76	Florasulam	65.5	70.0	156	Spiroxamine-A	-	-				
77	Fluazifop	-	-	157	Spiroxamine-B	-	-				
78	Flufenacet	82.7	90.4	158	Sulfentrazone	74.0	89.1				
79	Flufenoxuron	68.8	78.7	159	Sulfosulfuron	8.3	23.9				
80	Flumetsulam	62.8	74.7	160	Tebufenozide	81.9	90.7				

* 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