

バナナ (ギ酸メタノール使用)

AUTO-LC

前処理フロー

試料 10g + 水 2.5mL

- 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

撈拌 (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

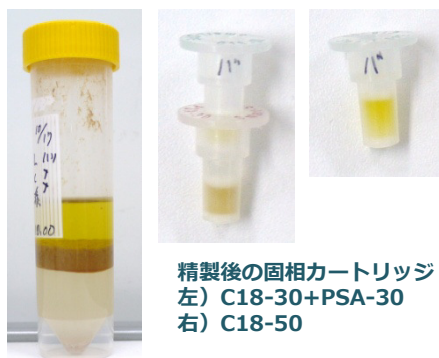
定容 (4mL, 水で調製: 4倍希釈)

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)

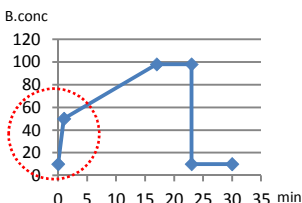
- 添加濃度 (試料中): 10ppb
- 最終バイアル中濃度: 2.5ppb
- 農薬: 関東MIX-53, 54, 55, 58, 45
(2ppmMIX/MeOHを作成)
: 64種のGC対象高極性農薬
(2ppmMIX/アセトニトリルを作成)
- 検量線:
 - ・ 絶対、直線検量線
 - ・ 1点: 2.5ppb
農薬混合標準溶液 (アセトニトリル: 80%メタノール/
水: 0.4%ギ酸メタノール: 水 = 1:1:1:1)
- 測定: sMRM測定 (1チャンネル/成分)



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: 75.1%

脂質: 0.2%

脂肪酸: 0%

水分量が少ないため抽出時に水2.5mLを添加。

バナナは、果柄部を除去したものを皮ごとフードプロセッサーで細切。

AISTI SCIENCE

Product

- STQ-L200
- 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

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。

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	83.6	84.7	81	Fluridone	93.0	96.0	161	Tebuthiuron	84.1	78.3
2	3-Hydroxycarbofuran	92.2	69.8	82	Flusilazole	88.5	85.3	162	Teflubenzuron	91.7	89.2
3	Abamectin	76.6	88.2	83	Flutriafol	72.7	73.8	163	terbacil	-	-
4	Acephate	55.5	59.4	84	Foramsulfuron	49.9	72.2	164	Tetrachlorvinphos	92.4	89.0
5	Acetamiprid	69.2	67.1	85	Forchlorfenuron	73.9	74.6	165	Tetraconazole	81.6	107.7
6	Acibenzolar-S-methyl	96.7	99.6	86	Fosthiazate	99.0	98.2	166	Thiabendazole	76.0	85.9
7	Aldicarb	91.8	97.2	87	Furametpyr	85.3	85.2	167	Thiacloprid	70.6	73.1
8	Aldoxycarb	72.1	79.8	88	Furathiocarb	89.7	86.1	168	Thiamethoxam	81.2	87.0
9	Anilofos	93.4	86.7	89	Halosulfuron-methyl	-	-	169	Thidiazuron	83.4	88.4
10	Aramite	91.7	92.9	90	Haloxyfop	-	-	170	Thifensulfuron-methyl	71.6	86.3
11	atrazine	89.4	84.5	91	Hexaconazole	95.2	67.9	171	Thiodicarb	95.5	99.8
12	Azamethiphos	81.1	85.9	92	Hexaflumuron	77.6	76.1	172	Tralkoxydim	133.7	101.3
13	Azimsulfuron	37.4	43.7	93	hexazinon	87.3	87.9	173	Triadimenol	87.1	88.5
14	Azinphos-methyl	81.7	84.3	94	Hexythiazox	63.6	61.8	174	Triasulfuron	96.3	93.7
15	Azoxystrobin	88.3	87.9	95	Imazail	81.1	81.8	175	Tricyclazole	77.6	74.2
16	Bendiocarb	86.0	83.6	96	imazamethabenz-methyl	90.8	84.1	176	Tridemorph E	60.7	97.0
17	Bensulfuron-methyl	94.7	103.4	97	Imazaquin	0.0	0.0	177	Tridemorph Z	49.4	91.4
18	Benzofenap	86.1	91.7	98	Imazosulfuron	-	-	178	Trifloxysulfuron	93.4	94.6
19	Bitteranol	103.1	84.2	99	Imibenconazole	93.8	95.7	179	Triflurumuron	98.0	90.5
20	Boscalid	80.8	80.9	100	Imidacloprid	72.3	84.1	180	Trifluzamide	89.2	78.3
21	bromacil	-	-	101	Indanofan	93.2	83.7	181	Triticonazole	85.0	82.8
22	Butafenacil	91.5	89.1	102	Indoxacarb	81.9	85.6	182	XMC	101.0	89.7
23	Carbaryl	86.1	87.1	103	Iodosulfuron-methyl	-	-				
24	Carbofuran	81.4	84.8	104	Iprodione	-	-				
25	carboxin	-	-	105	Iprovalicarb	89.4	84.5				
26	Carpropamide	89.5	82.0	106	Isoprocarb	105.1	95.0				
27	Chloridazon	72.0	72.3	107	Isoxaflutole	91.0	83.8				
28	Chlorimuron-ethyl	-	-	108	Lactofen	90.7	85.7				
29	Chlorsulfuron	0.0	0.0	109	Lenacil	87.9	79.6				
30	Chlorxuron	85.9	81.0	110	Linuron	84.2	85.3				
31	Chromafenozide	91.1	86.3	111	Lufenuron	97.2	102.8				
32	Cinosulfuron	82.2	85.3	112	Mepanipyrim	84.9	86.1				
33	Clofencet	-	-	113	Mesosulfuron-methyl	89.5	86.8				
34	Clofentezine	101.5	100.8	114	Methabenzthiazuron	83.4	90.3				
35	Clomeprop	90.9	88.2	115	Methamidophos	44.7	51.0				
36	Cloquintocet-mexyl	89.4	86.2	116	Methiocarb	88.1	90.1				
37	Cloransulam-methyl	-	-	117	Methomyl	75.4	75.9				
38	Clothianidin	79.4	73.9	118	Methoxyfenozide	84.2	83.6				
39	Cumyruon	81.9	86.9	119	Metosulam	79.4	88.4				
40	cyanazine	107.5	100.6	120	Metsulfuron-methyl	82.1	52.9				
41	Cycloate	105.6	95.1	121	mevinphosE	100.3	100.6				
42	Cyclosulfamuron	79.5	88.6	122	mevinphosZ	102.8	91.0				
43	Cyflufenamide	93.6	85.2	123	monocrotophos	75.7	66.9				
44	Cyproconazole-1	78.6	71.3	124	Monolinuron	99.2	101.0				
45	Cyproconazole-2	78.6	71.3	125	Myclobutanil	78.1	82.9				
46	Cyprodinil	94.5	88.3	126	Naproanilide	81.9	83.6				
47	DDVP	93.8	90.9	127	Naptalam	-	-				
48	Di-allate	94.1	94.1	128	Norflurazon	93.8	88.7				
49	Dichlosulam	-	-	129	Novaluron	83.2	80.2				
50	Diclomezine	83.7	70.3	130	oxadixyl	93.0	82.2				
51	Diplotopos	91.5	89.8	131	Oxamyl	72.2	74.1				
52	Difenoconazole	119.5	92.7	132	Oxaziclomefone	90.8	88.3				
53	Diflubenzuron	90.3	84.0	133	Oxycarboxin	90.9	87.7				
54	Dimethirimol	79.4	85.0	134	Pencycuron	89.1	86.3				
55	Dimethoate	95.0	94.4	135	Penoxsulam	-	-				
56	DimethomorphE	87.9	92.9	136	Phenmedipham	85.7	83.0				
57	DimethomorphZ	89.1	91.4	137	PhosphamidoneE	94.6	88.5				
58	Dimeton-s-methyl	107.9	83.3	138	PhosphamidoneZ	79.7	77.2				
59	Diuron	84.0	81.9	139	Primicarb	93.1	88.2				
60	Dymuron	84.7	88.3	140	Propaquizafop	83.5	83.4				
61	Epoxiconazole	95.5	89.9	141	propoxur	90.4	93.0				
62	Ethametsulfuron-methyl	75.5	80.1	142	Propoxycarbazono	-	-				
63	Ethoxysulfuron	-	-	143	Pyraclostrobin	92.8	88.0				
64	Fenamidone	83.6	78.7	144	Pyrazolynate	93.1	90.1				
65	Fenamiphos	95.7	100.9	145	Pyrazosulfuron-ethyl	1.6	3.1				
66	Fenbuconazole	100.3	88.1	146	Pyrifthalid	90.2	90.0				
67	Fenhexamid	89.3	83.0	147	pyroquilon	91.6	79.6				
68	Fenobucarb	90.4	91.6	148	Quinoclamine	88.4	86.7				
69	Fenoxaprop-ethyl	80.2	91.5	149	Quizalofop-ethyl	89.1	85.1				
70	Fenoxycarb	85.9	86.8	150	Silafuofen	30.0	77.1				
71	Fenpyroximate E	76.2	76.2	151	Simazine	82.2	72.3				
72	Fenpyroximate Z	73.7	75.8	152	Simeconazole	81.4	80.6				
73	Fensulfthion	91.3	85.2	153	Simetorin	93.6	92.4				
74	Ferimzone EandZ	92.0	89.3	154	Spinosyn A	56.0	85.2				
75	Flazasulfuron	73.3	81.3	155	Spinosyn D	48.0	84.7				
76	Florasulam	3.3	2.1	156	Spiroxamine-A	-	-				
77	Fluazifop	-	-	157	Spiroxamine-B	-	-				
78	Flufenacet	85.5	82.0	158	Sulfentrazone	110.9	108.3				
79	Flufenoxuron	77.0	77.4	159	Sulfosulfuron	0.0	0.0				
80	Flumetsulam	64.7	74.3	160	Tebufenozide	90.8	82.4				

* 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