

バナナ (ギ酸メタノール使用)

MANUAL-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

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-SPE 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

Smart-SPE C18-50mg : 精製

— 溶出 メタノール-水 (8/2) 1mL

溶出液

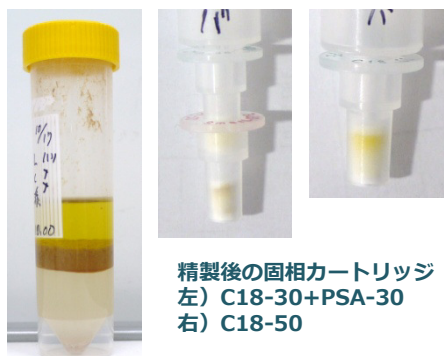
定容 (4mL, 水で調製: 4倍希釈)

LC/MS/MS (注入量 5 uL : 試料 1.25mg相当)

目的/実験方法

手作業による添加回収試験(LC法)

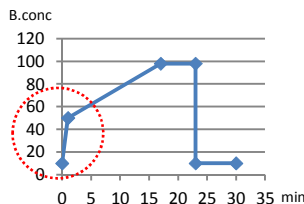
- 添加濃度 (試料中) : 10ppb
- 最終バイアル中濃度 : 2.5ppb
- 農薬 : 関東MIX-53, 54, 55, 58, 45
(2ppmMIX/MeOHを作成)
: 64種のGC対象高極性農薬
(2ppmMIX/アセトニトリルを作成)
- 検量線 :
 - ・絶対、直線検量線
 - ・1点 : 2.5ppb
農薬混合標準溶液 (アセトニトリル : 80%メタノール/
水 : 0.4%ギ酸メタノール : 水 = 1:1:1:1)
- 測定 : sMRM測定 (1チャンネル/成分)



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-KIT
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で細切。

AISTI SCIENCE

Product

Smart-SPE C18-30
Smart-SPE C18-50
Smart-SPE PSA-30

考察

測定可能であったほとんどの農薬でイオン化阻害は認められず、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。

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	92.0	83.5	81	Fluridone	99.0	91.7	161	Tebuthiuron	75.1	76.9
2	3-Hydroxycarbofuran	74.9	84.7	82	Flusilazole	93.2	89.5	162	Teflubenzuron	76.9	85.4
3	Abamectin	85.1	95.5	83	Flutriafol	65.3	70.3	163	terbacil	-	-
4	Acephate	65.2	63.8	84	Foramsulfuron	91.8	99.2	164	Tetrachlorvinphos	97.0	92.4
5	Acetamiprid	73.7	67.9	85	Forchlorfenuron	71.7	74.7	165	Tetraconazole	132.6	133.1
6	Acibenzolar-S-methyl	94.2	83.0	86	Fosthiazate	109.8	93.3	166	Thiabendazole	78.7	84.7
7	Aldicarb	109.4	95.7	87	Furametpyr	92.5	83.9	167	Thiacloprid	76.5	78.4
8	Aldoxycarb	76.2	75.4	88	Furathiocarb	94.4	89.3	168	Thiamethoxam	87.1	82.0
9	Anilofos	92.6	95.1	89	Halosulfuron-methyl	-	-	169	Thiazuron	83.6	74.1
10	Aramite	96.4	86.2	90	Haloxypop	-	-	170	Thifensulfuron-methyl	83.7	75.9
11	atrazine	98.9	91.7	91	Hexaconazole	88.2	92.2	171	Thiodicarb	99.6	80.1
12	Azamethiphos	89.2	89.2	92	Hexaflumuron	112.4	85.7	172	Tralkoxydim	103.3	89.2
13	Azimsulfuron	54.1	42.7	93	hexazinon	94.3	87.8	173	Triadimenol	115.7	93.0
14	Azinphos-methyl	105.1	82.4	94	Hexythiazox	68.3	63.0	174	Triasulfuron	93.7	107.0
15	Azoxystrobin	95.1	85.6	95	Imazalil	91.9	93.8	175	Tricyclazole	78.2	74.6
16	Bendiocarb	112.4	102.2	96	imazamethabenz-methyl	92.3	86.6	176	Tridemorph E	49.3	93.5
17	Bensulfuron-methyl	97.9	87.4	97	Imazaquin	0.0	0.0	177	Tridemorph Z	29.2	88.7
18	Benzofenap	91.9	88.2	98	Imazosulfuron	0.0	0.0	178	Trifloxysulfuron	96.7	94.4
19	Bitertanol	104.8	85.5	99	Imibenconazole	127.9	122.9	179	Triflumuron	97.4	81.8
20	Boscalid	84.5	82.2	100	Imidacloprid	88.1	84.5	180	Trifluzamide	102.5	84.3
21	bromacil	57.6	88.1	101	Indanofan	108.3	102.4	181	Triticonazole	95.8	87.5
22	Butafenacil	98.4	97.1	102	Indoxacarb	92.1	85.2	182	XMC	105.4	95.8
23	Carbaryl	90.1	84.5	103	Iodosulfuron-methyl	-	-				
24	Carbofuran	92.7	86.1	104	Iprodione	-	-		Negative		
25	carboxin	-	-	105	Iprovalicarb	91.1	86.9	1	2-4-D	80.2	91.3
26	Carpropamide	78.5	72.7	106	Isoprocarb	93.9	80.2	2	2-4-DP (Dichlorprop)	94.7	95.3
27	Chloridazon	80.8	75.9	107	Isoxaflutole	98.0	83.4	3	4-Chlorophenoxyacetic acid	74.3	81.1
28	Chlorimuron-ethyl	-	-	108	Lactofen	94.6	90.0	4	Acifluorfen	98.1	78.3
29	Chlorsulfuron	0.0	0.0	109	Lenacil	95.8	85.6	5	Bromoxynil	83.6	84.3
30	Chlorxuron	96.0	92.4	110	Linuron	92.5	81.8	6	Cloprop	91.2	100.2
31	Chromafenozide	86.7	91.5	111	Lufenuron	85.1	78.2	7	Cyclanilid	53.1	47.8
32	Cinosulfuron	79.4	85.0	112	Mepanipyrim	90.0	86.0	8	Dichlorprop	94.7	95.3
33	Clofencet	-	-	113	Mesosulfuron-methyl	86.8	90.9	9	Dicloran	95.2	80.7
34	Clofentezine	96.3	103.8	114	Methabenzthiazuron	85.0	85.0	10	Dimethipin	89.0	81.4
35	Clomeprop	84.1	73.0	115	Methamidophos	44.9	51.7	11	Fluroxypyr	78.1	75.4
36	Cloquintocet-mexyl	88.4	87.7	116	Methiocarb	98.3	97.2	12	Fomesafen	121.4	118.9
37	Cloransulam-methyl	-	-	117	Methomyl	75.6	81.9	13	Formothion	-	-
38	Clothianidin	76.6	87.3	118	Methoxyfenozide	88.6	81.6	14	Gibberellin	80.9	90.3
39	Cumyruon	90.1	83.8	119	Metosulam	85.6	97.4	15	Hexaflumuron	91.7	87.9
40	cyanazine	96.9	90.8	120	Metsulfuron-methyl	103.6	64.0	16	Toxynil	83.5	84.5
41	Cycloate	88.8	89.2	121	mevinphosE	100.8	87.8	17	Lufenuron	85.6	84.8
42	Cyclofoslamuron	98.1	99.1	122	mevinphosZ	94.8	90.9	18	MCPA	74.7	73.1
43	Cyflufenamide	89.7	85.4	123	monocrotophos	70.5	65.1	19	MCPB	85.8	84.6
44	Cyproconazole-1	81.0	75.5	124	Monolinuron	97.8	88.3	20	MCPP (Mecoprop)	72.7	81.6
45	Cyproconazole-2	81.0	75.5	125	Myclobutanil	88.3	81.8	21	Methoxyfenozide	75.4	74.8
46	Cyprodinil	87.2	82.4	126	Napronilide	90.0	90.6	22	Naphthaleneacetic acid	85.7	82.6
47	DDVP	104.7	93.4	127	Naptalam	-	-	23	Napronilide	88.3	86.8
48	Di-allate	115.6	99.4	128	Norflurazon	97.1	86.1	24	Norflurazon	94.4	87.1
49	Dichlosulam	-	-	129	Novaluron	91.0	75.4	25	Oryzalin	95.8	90.0
50	Diclorofen	83.3	86.3	130	oxadixyl	86.9	89.7	26	Thiazuron	92.9	88.3
51	Diclotopos	93.9	80.5	131	Oxamyl	80.6	79.2	27	Triclopyr	71.2	74.3
52	Difenoconazole	94.7	73.8	132	Oxaziclorofone	92.7	87.4	28	Trifluzamide	100.7	91.4
53	Diflubenzuron	94.4	94.2	133	Oxycarboxin	95.3	87.7				
54	Dimethirimol	80.9	83.4	134	Pencycuron	89.6	87.5				
55	Dimethoate	108.5	99.2	135	Penoxsulam	-	-				
56	DimethomorphE	93.6	85.7	136	Phenmedipham	86.4	85.8				
57	DimethomorphZ	95.1	88.7	137	PhosphamidoneE	104.4	86.6				
58	Dimeton-s-methyl	121.5	100.0	138	PhosphamidoneZ	125.4	102.6				
59	Diuron	98.5	85.4	139	Primicarb	95.2	89.0				
60	Dymuron	86.0	81.4	140	Propaquizafop	81.0	82.0				
61	Epoxiconazole	93.1	88.2	141	propoxur	108.9	103.9				
62	Ethamsulfuron-methyl	90.5	86.4	142	Propoxycarbazon	-	-				
63	Ethoxysulfuron	-	-	143	Pyraclostrobin	94.6	91.0				
64	Fenamidon	91.1	90.9	144	Pyrazolynate	96.5	88.9				
65	Fenamiphos	126.8	114.6	145	Pyrazosulfuron-ethyl	0.0	0.0				
66	Fenbuconazole	100.0	85.7	146	Pyriotalid	90.3	90.0				
67	Fenhexamid	88.8	80.3	147	pyroquilon	89.2	90.9				
68	Fenobucarb	96.6	86.3	148	Quinoclamine	67.7	78.7				
69	Fenoxaprop-ethyl	102.6	61.5	149	Quizalofop-ethyl	90.0	83.0				
70	Fenoxycarb	90.7	90.3	150	Silafiuofen	6.5	91.6				
71	Fenpyroximate E	75.3	75.0	151	Simazine	101.7	74.0				
72	Fenpyroximate Z	73.3	77.2	152	Simeconazole	102.4	90.8				
73	Fensulfothion	106.8	88.5	153	Simetorin	98.4	92.4				
74	Ferimzone EandZ	96.1	92.1	154	Spinosyn A	64.9	87.9				
75	Flazasulfuron	87.5	96.0	155	Spinosyn D	49.3	91.1				
76	Florasulam	4.9	2.6	156	Spiroxamine-A	-	-				
77	Fluazifop	-	-	157	Spiroxamine-B	-	-				
78	Flufenacet	98.2	94.3	158	Sulfentrazone	86.6	89.1				
79	Flufenoxuron	81.8	76.4	159	Sulfosulfuron	0.0	0.0				
80	Flumetsulam	68.1	75.9	160	Tebufenozide	94.5	89.9				

* 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