

りんご (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

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

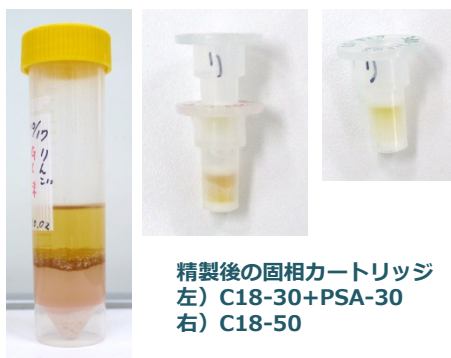
定容 (4mL, 水で調製: 4倍希釈)

LC/MS/MS (注入量 5 uL: 試料1.25mq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)

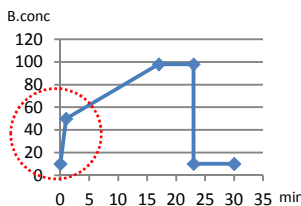
- 添加濃度 (試料中): 10ppb
- 最終バイアル中濃度: 2.5ppb
- 農薬: 関東MIX-53, 54, 55, 58, 45
(2ppmMIX/MeOHを作成)
: 64種のGC対象高極性農薬
(2ppmMIX/アセトニトリルを作成)
- 検量線:
 - ・絶対、直線検量線
 - ・1点: 2.5ppb
農薬混合標準溶液 (アセトニトリル: 80%メタノール/
水: 0.4%ギ酸メタノール: 水 = 1:1:1:1)
- 測定: sMRM測定 (1チャンネル/成分)



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: 84.9%
脂質: 0.1%
脂肪酸: 0.05%

特記事項: 特になし
やや酸性だがpH調整なし

りんごは花おち、芯および果種の基部を除去したものを、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 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。

