

# ニラ (レンジ処理)

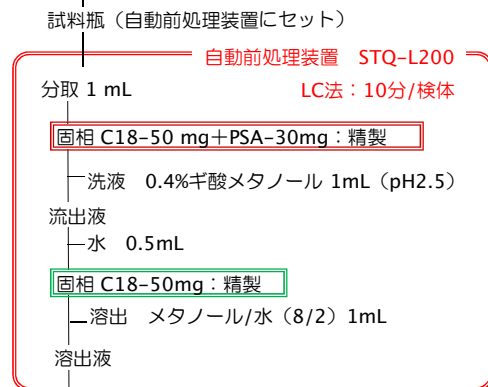
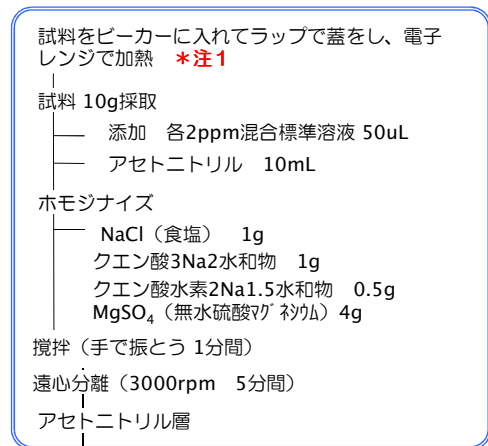
# AUTO-LC



**STQ-L200**

For STQ Method

## 前処理フロー



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: 林純薬PL2005 MIX-4,5,6,7,8,9,10 (2ppmMIX/アセトニトリルを作成) **: 林純薬 STQ法用極性56種 (新製品) (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)



レンジ処理後粉碎状態



遠心分離後の状態

## Sample



## Information

水分: 92.6%  
脂質: 0.3%  
脂肪酸: 0

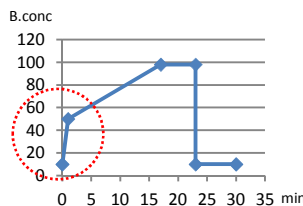
### \*注1

レンジ加熱処理は、500Wレンジ、100gで90秒を目安に行った。色素が多いため、C18を30mg→50mgに変更。

ニラは4等分し、レンジで加熱後、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
イオンブレイ電圧	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

Positive、Negative測定農薬ともに概ね良好な結果が得られた。

試料細切の際に、酵素反応により分析妨害成分が生成されるので、これを抑制するため、細切前に電子レンジで熱処理を行い酵素を失活させた。マトリックス効果が低減され、一定のレンジ効果が確認された。

ただし、レンジ処理により熱分解される農薬もあるかもしれないので、確認が必要と思われる。

**AiSTI SCIENCE**

## Product

STQ-L200  
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	1-Naphthylacetamide	75.8	76.8	81	Fluzafop	89.9	89.9	161	Simazine	94.0	103.0
2	3-OH-carbofuran	82.1	87.5	82	Flufenacet	104.2	95.0	162	Simeconazole	97.2	92.9
3	Abamectin	83.2	84.2	83	Flufenoxuron	78.4	78.2	163	Simetryn	92.9	89.6
4	Acephate	68.9	72.2	84	Flumetsulam	96.4	106.2	164	Spinosyn A	57.9	77.2
5	Acetamidrid	79.9	73.3	85	Fluridone	90.6	89.8	165	Spinosyn D	56.8	87.1
6	Acibenzolar-S-methyl	92.3	97.7	86	Flusilazole	90.9	97.2	166	Spiroxamine-AandB	75.6	96.2
7	Aldicarb	91.9	99.0	87	Flutriafol	75.5	79.5	167	Sulfentrazone	88.5	99.0
8	Aldoxycarb	80.4	77.4	88	Foramsulfuron	125.1	148.0	168	Sulfosulfuron	-	-
9	Anilofos	99.3	100.3	89	Forchlorfenuron	73.4	79.8	169	TCMTB	57.8	94.2
10	Aramite	84.3	86.1	90	Fosthiazate1and2	97.7	98.2	170	Tebufenozide	96.8	98.5
11	atrazine	90.0	94.5	91	Furametpyr	99.3	95.1	171	Tebuthiuron	88.4	86.8
12	Azafenidin	93.6	86.6	92	Furathiocarb	78.6	99.6	172	Teflufenuron	81.1	80.5
13	Azamectin	87.8	86.8	93	Halosulfuron-methyl	91.1	120.6	173	terbacil	-	-
14	Azimsulfuron	99.8	117.8	94	Haloxifyop	91.5	93.6	174	Tetrachlorvinphos	95.3	94.1
15	Azinphos-methyl	85.9	76.0	95	Hexaconazole	115.8	94.6	175	Tetraconazole	77.1	79.7
16	Azoxystrobin	97.0	95.4	96	Hexaflumuron	90.3	102.0	176	Thiabendazole	78.5	81.9
17	Bendiocarb	93.5	98.0	97	hexazinon	92.0	93.3	177	Thiacloprid	77.7	83.5
18	Bensulfuron-methyl	94.2	96.4	98	Hexythiazox	86.5	86.7	178	Thiamethoxam	61.7	59.1
19	Benzofenap	85.9	84.7	99	Imazalil	90.3	91.7	179	Thidiazuron	89.0	96.3
20	Bitertanol	94.5	97.6	100	imazamethabenz-methyl	95.9	92.8	180	Thifensulfuron-methyl	125.0	122.5
21	Boscalid	94.0	97.1	101	Imazaquin	82.6	83.0	181	Thifluzamide	96.2	96.0
22	Bromacil	75.0	77.7	102	Imazosulfuron	101.6	80.7	182	Thiodicarb	23.7	95.1
23	Butafenacil	99.5	85.8	103	Imibenconazole	75.8	82.5	183	Tolfenpyrad	87.0	90.8
24	Carbaryl	96.8	97.3	104	Imidacloprid	93.0	93.6	184	Tralkoxydim	73.8	103.1
25	Carbofuran	93.9	92.7	105	Indanofan	91.0	95.4	185	Triadimenol	107.5	106.9
26	carboxin	88.5	87.1	106	Indoxacarb	91.0	89.1	186	Triasulfuron	121.7	120.2
27	Carpropamide	97.5	93.2	107	Iodosulfuron-methyl	96.6	112.0	187	Tribenuron methyl	36.4	94.7
28	Chloridazon	77.3	70.4	108	Iprodion	79.9	99.3	188	Tricyclazole	80.4	88.5
29	Chlorimuron-ethyl	89.6	105.2	109	Iprovalicarb	99.5	92.9	189	Tridemorph E	61.5	99.0
30	Chlorisulfuron	109.5	107.3	110	Isoprocarb	93.7	103.3	190	Tridemorph Z	53.7	94.4
31	Chlorxuron	95.8	100.1	111	Isoxaflutole	104.4	110.7	191	Trifloxysulfuron	107.2	115.0
32	Chromafenozide	100.0	85.7	112	isoxathion-oxon	95.3	105.5	192	Triflururon	90.4	88.5
33	Cinosulfuron	115.9	122.9	113	Lactofen	89.8	89.0	193	Triflusulfuron methyl	92.1	101.9
34	Clodinafop acid	80.0	86.1	114	Lenacil	88.9	88.5	194	Triticonazole	80.2	78.0
35	Clofentezine	92.2	99.6	115	Linuron	95.0	88.3	195	XMC	89.4	92.3
36	Clomeprop	94.1	94.9	116	Lufenuron	95.8	103.8		<b>Negative</b>		
37	Cloquintocet-mexyl	91.1	92.5	117	Mepanipyrim	101.2	105.3	1	2-4-D	80.6	103.0
38	Cloransulam-methyl	102.4	96.1	118	Mesosulfuron-methyl	119.0	123.1	2	2-4-DP (Dichlorprop)	73.6	96.5
39	Clothianidin	572.8	565.3	119	Methabenzthiazuron	87.7	89.6	3	4-Chlorophenoxyacetic acid	78.9	103.8
40	Cumyruron	90.7	88.5	120	Methamidophos	64.6	70.8	4	Acifluorfen	67.1	89.6
41	cyanazine	87.2	90.4	121	Methiocarb	95.6	98.0	5	Bromoxynil	73.0	89.2
42	Cyazofamid	89.8	100.2	122	Methomyl	125.4	88.9	6	Cloprop	85.2	103.0
43	Cycloate	86.9	83.0	123	Methoxyfenozide	98.6	98.8	7	Cyclanilide	80.9	97.0
44	Cycloprothrin	-	-	124	Metosulam	106.1	118.3	8	Dicloran	65.2	56.7
45	Cyclosulfamuron	90.0	89.9	125	Metsulfuron-methyl	134.0	131.2	9	Dimethipin	96.4	99.6
46	Cyflufenamide	95.4	89.8	126	mevinphosE	97.8	89.1	10	Fluroxypyr	72.8	101.9
47	Cyproconazole-1	85.1	87.7	127	mevinphosZ	91.1	97.0	11	Fomesafen	82.0	93.8
48	Cyproconazole-2	83.3	86.9	128	monocrotophos	74.9	74.6	12	Formothion	-	-
49	Cyprodinil	96.6	103.2	129	Monolinuron	88.9	88.7	13	Gibberellin	105.9	105.2
50	DDVP	107.2	115.2	130	Myclobutanil	91.6	97.7	14	Hexaflumuron	97.8	92.4
51	demeton-S-methyl	96.2	128.7	131	Napraonilide	95.0	91.9	15	Ioxynil	74.8	95.1
52	Di-allate	81.5	91.9	132	Naptalam	92.4	97.8	16	Lufenuron	90.8	91.2
53	Dichlosulam	85.3	103.3	133	Norflurazon	94.8	98.9	17	MCPA	85.7	99.0
54	Diclomazine	105.1	109.9	134	Novaluron	89.3	91.4	18	MCPB	85.5	95.1
55	Diclotopos	84.8	83.1	135	<b>omethoate</b>	136.8	138.9	19	MCPP (Mecoprop)	85.8	94.7
56	Difenoconazole1and2	91.5	98.7	136	oxadixyl	93.4	100.2	20	Methoxyfenozide	90.3	88.2
57	Diflufenuron	91.4	65.3	137	Oxamyl	86.4	87.0	21	Naphthaleneacetic acid	105.0	135.2
58	Dimethirimol	93.4	101.0	138	Oxaziclomefone	87.5	91.0	22	Napraonilide	90.8	92.0
59	Dimethoate	103.5	99.9	139	Oxycarboxin	96.5	99.0	23	Norflurazon	102.9	102.9
60	DimethomorphE	98.5	98.0	140	Pencycuron	89.5	87.7	24	Oryzalin	96.6	109.6
61	DimethomorphZ	97.5	98.8	141	Penoxsulam	110.8	101.0	25	Thidiazuron	90.9	92.5
62	Dimeton-s-methyl	100.7	98.4	142	Pentoxazone	21.0	99.5	26	Triclopyr	81.5	116.4
63	Diuron	89.6	85.3	143	Phenmedipham	94.3	84.8	27	Trifluzamide	91.7	90.3
64	Dymuron	98.2	95.0	144	PhosphamidoneE	93.2	90.1				
65	Epoxiconazole	87.8	75.5	145	PhosphamidoneZ	90.9	95.2				
66	Ethamsulfuron-methyl	102.1	102.1	146	Primicarb	89.8	84.4				
67	Ethoxysulfuron	74.2	100.7	147	Primisulfuron methyl	87.9	95.4				
68	Fenamidon	84.8	87.3	148	prohydrojasmon1and2	88.8	93.2				
69	Fenamiphos	93.9	98.3	149	Propaquizafop	96.9	95.6				
70	Fenbuconazole	94.8	94.6	150	propoxur	107.0	102.6				
71	Fenhexamid	88.2	86.0	151	Propoxycarbazone	186.6	195.0				
72	Fenobucarb	94.0	94.4	152	Prosulfuron	215.1	285.6				
73	Fenoxaprop-ethyl	60.4	63.1	153	Pyraclostrobin	99.5	101.0				
74	Fenoxycarb	94.9	108.1	154	Pyrazolynate	98.3	97.9				
75	Fenpyroximate E	92.2	95.9	155	Pyrazosulfuron-ethyl	104.5	96.3				
76	Fenpyroximate Z	87.9	89.5	156	Pyrifthalid	98.4	98.9				
77	Fensulfothion	105.0	101.3	157	pyroquilon	83.1	82.1				
78	Ferimzone EandZ	94.6	91.1	158	Quinoclamine	86.8	82.0				
79	Flazasulfuron	95.8	111.3	159	Quizalofop-ethyl	89.8	93.1				
80	Florasulam	87.5	89.5	160	Silaflufen	35.2	77.3				

\* 添加回収率：n=2の平均値

\* 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 

\* Clothianidin, Omethoateは検出の可能性あり