

# ウスイエンドウ

# STQ-GC-B法 (試験管ラック使用)

# 前処理フロー

### 凍結粉砕

抽出:30分 =

### 試料 10 g 採取

- 2ppm 混合標準溶液 50 μL
  - アセトニトリル 10 mL

### ホモジナイズ

- NaCl(食塩) 1q クエン酸 3Na2水和物 1g クエン酸水素 2Na1.5水和物 0.5g MgSO<sub>4</sub>(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(3500 rpm 5分間)

アセトニトリル層

- 精製:15分 -

分取 0.5 mL

### 固相 C18-50 mg:精製

- 洗液 アセトニトリルー水(9/1)0.5 mL

#### 流出液

- 添加 水 1.5 mL

### 固相 HLBi5-20mg:保持

- 10%食塩水 10 mL

## 固相 HLBi5-20mg:再保持

乾燥(吸引乾燥 3分間)

# 連結固相 PSA-30 mg:精製

─ 溶出 アセトンーヘキサン(15/85)1 mL

#### 溶出液

─ 1ppmフェナントレンd体+0.1%PEG300/アセトン 20 uL

定容(1 mL, アセトン/ヘキサン(15/85)で調製)

GC/MS(LVI-S250 大量注入 25 uL: 試料 12.5 mg相当)

# 写真



左) C18-50 右) HLBi5-20+PSA-30

# 実験方法

## 試験管ラックを用いた添加回収試験 (GC-B法)

- ●粉砕方法 予冷式ドライアイス凍結粉砕法
- ●添加濃度(試料中): 10ppb●最終バイアル中濃度: 5ppb
- ●標準溶液:
- PL2005農薬GC/MS MIX I, II, II, IV, V, VI, 7
  \*いずれも林純薬工業製
- ●検量線:
- PEG共注入標準溶液、絶対検量線(直線)
- 1点:5ppb
- 20ppb7i†ントレンd体+20ppmPEG +混合標準溶液(アセトンーヘキサン)
- \*フェナントレンd体は装置の感度評価の目安として使用。
- ●測定条件:
- 使用機器: Agilent 7890B/ 7000C
- PTV条件:LVI-S250(アイスティサイエンス)

70°C (0.3min) →120°C/min

- $\rightarrow$ 240°C $\rightarrow$ 50°C/min $\rightarrow$ 290°C (45min)
- 注入量: 25 µL
- カラム:

VF-5ms  $0.25 \, \text{mm} \, \text{I.D.} \times 30 \, \text{m}$   $df: 0.25 \, \mu \text{m}$ 

·GC昇温条件:

60°C (4min) →25 °C/min

- $\rightarrow$ 150°C $\rightarrow$ 3°C/min $\rightarrow$ 200°C $\rightarrow$ 8°C/min
- →310°C (8min)
- ・注入モード: Solvent Vent Mode
- ベント流量: 150 mL/min
- ・ベント圧力:70 kPa
- ベント終了時間: 0.27 min
- パージ流量:50 mL/min
- パージ時間:4 min
- ガスセーバー流量: 20 mL/min
- ・ガスセーブ時間:6 min
- イオン源温度: 280℃
- インターフェース温度:290℃
- MS条件: MRM



Manual STQ Method

#### Sample



### Information

水分:88.6% 脂質:0.2% 脂肪酸:0.15% タンパク質:3.1%

分析部位:豆

## **AISTI SCIENCE**

#### **Product**

LVI-S250 試験管ラック Smart-SPE C18-50 Smart-SPE HLBi5-20 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 アソート黒田2F TEL. 073-475-0033 FAX. 073-497-5011 www.aisti.co.jp

	ノスイエントラ は	C-D#	A Mailuc	ıı AISTI	App	iicati	on	Note				No. AS160519M		
No.	化合物名	回収率 (%)	コメント No	化合物名	回収率 (%)	コメント	No.	化合物名	回収率 (%)	コメント	No.	化合物名	回収率 (%)	コメント
1				- クロメプロップ	113			テトラジホン	107			ブタフェナシル	113	
2	ΒΗC (δ)	99		クロリダゾン	ND			テトラメトリン I	104			ブタミホス	108	
3 4	EPN EPTC	114 90		; クロルエトキシホス - クロルタールジメチル	97 100			テトラメトリン II テニルクロール	107 103			ブチレート ブピリメート	89 105	
5	MCPB	83		・ クロルチオホス	104			テブコナゾール	100			ブプロフェジン	99	
6	MCPBエチル	101		クロルピリホス	104			テブピリミホス	102			フラムプロップメチル	103	
7	TCMTB	148		クロルピリホスメチル	102			テブフェンピラド	103			フラメトピル	107	
8 9	XMC アクリナトリン	94 107		; クロルフェナピル ! クロルフェンソン	97 107			テフルトリン デメトン-S-メチル	101 82			フラメトピル代謝物 フリラゾール	70 97	
10		94		) クロルフェンビンホス (a)(E)	107			デルタメトリン	114			フルアクリピリム	105	
11	アザメチホス	112		1 クロルフェンビンホス (β) (Z)	102		191	テルブカルブ	99		281	フルキンコナゾール	105	
12		130		2 クロルブファム	110			テルブトリン	101			フルジオキソニル	75	
13 14		151 ND		3 クロルプロピレート 4 クロルプロファム	100 99			テルブホス トリアジメノール I	103 106			フルシトリネート I フルシトリネート II	113 116	
15		101		5 クロルベンシド	101			トリアジメノール II	133			フルシラゾール	96	
16		95	10	6 クロルメホス	93			トリアジメホン	98			フルシラゾール代謝物	106	
	アトラジン	95		7 クロロタロニル	36			トリアゾホス	116			フルチアセットメチル	133	
18 19		108 72		8 クロロニトロフェン 9 クロロネブ	113 92			トリアレート トリクラミド	98 27	テーリング		フルトラニル フルトリアホール	104 81	
	アメトリン	96		0 クロロベンジレート	94			トリシクラゾール	46	, ,,,		フルバリネート-tau-I II	114	
	アラクロール	98		1 シアナジン	87			トリブホス	105			フルフェンピルエチル	105	
	アリドクロール	48		2 シアノフェンホス	107			トリフルラリン	102			フルミオキサジン	142	
	アレスリン I II アレスリン III IV	108 111		3 シアノホス 4 ジアリホス	104 118			トリフロキシストロビン トリルフルアニド	100 90			フルミクロラックペンチル フルリドン	135 102	
	イサゾホス	105		5 ジエトフェンカルブ		テーリング		トリルフルアニド代謝物	106			プロシミドン	105	
26	イソカルボホス	93	11	6 ジオキサチオン	133			トルクロホスメチル	105		296	プロチオホス	106	
	イソキサジフェンエチル	103		7 ジオキサベンゾホス	102			トルフェンピラド	139			プロパクロール	91	
28 29		117 99		8 ジクロシメット I 9 ジクロシメット II	102 101			ナフタレンアセタミド ナプロパミド	24 103			プロパジン プロパニル	100 99	
30		105		ファラファライ II D <mark>ジクロトホス</mark>	4			ニトラリン	128			プロパホス	97	
	イソプロカルブ	96		1 ジクロフェンチオン	101		211	ニトロタールイソプロピル	104			プロパルギット	135	
	イソプロチオラン	102		2 ジクロブトラゾール	101			ニトロフェン	105			プロピコナゾール I	101	
33 34		126 124		3 ジクロフルアニド 4 ジクロフルアニド代謝物	86 92			ネライストキシン <mark>ノルフルラゾン</mark>	ND 105			プロピコナゾール II プロピザミド	99 100	
35		100		5 ジクロベニル	89			パクロブトラゾール	98			プロヒドロジャスモン I	97	
36		91		5 ジクロホップメチル	107			パラチオン	112			プロフェノホス	106	
37		96		7 ジクロラン	98			パラチオンメチル	113			プロポクスル	85	
38 39		138 65		8 <mark>ジクロルボス</mark> 9 ジスルホトン	67 91			バルフェンプロックス ビオレスメトリン	130 94			ブロマシル ブロムコナゾール I	72 104	
40		103		0 ジスルホトンスルホン	108			ピコリナフェン	110			ブロムコナゾール II	104	
	インドキサカルブ	99		1 ジタリムホス	94			ビテルタノール I II	95			プロメトリン	101	
	ウニコナゾール p	105		2 ジチオビル	104			ビフェナゼート	233			ブロモブチド	109	
	エスプロカルブ エタルフルラリン	105 105		3 ジニコナゾール 4 シニドンエチル	99 151			ビフェニル - ビフェノックス	95 134			ブロモプロピレート ブロモホス	103 109	
45		111		· シー・リン (γ)	111			ビフェントリン	103			ブロモホスエチル	101	
	エチクロゼート	91		5 シハロトリン (λ)	108			ピペロニルブトキシド	106			ヘキサコナゾール	103	
	エディフェンホス エトキサゾール	113		7 シハロホップブチル 8 ジフェナミド	113			ピペロホス	104			ヘキサジノン ベナラキシル	60	
48 49	エトキサゾール代謝物	120 36		9 ジフェニルアミン	101 114			ピラクロストロビン ピラクロホス	187 122			ベノキサコール	105 100	
	エトフェンプロックス	112		D <mark>ジフェノコナゾール I II</mark>	109			ピラゾホス	120			ペルタン	103	
	エトフメセート	101		1 シフルトリン I II III IV	119			ピラフルフェンエチル	100			ペルメトリン (cis)	109	
52 53	エトプロホス エトベンザニド	96 147		2 シフルフェナミド 3 ジフルフェニカン	98 101			ピリダフェンチオン ピリダベン	141 111			ペルメトリン (trans) ペンコナゾール	111 99	
	エトリジアゾール	99		4 <mark>シプロコナゾール</mark>	99			ピリフェノックス (E)	104			ペンディメタリン	106	
55	エトリムホス	98		5 シプロジニル	98			ピリフェノックス (Z)	98		325	ペントキサゾン	107	
	エポキシコナゾール	101		5 シペルメトリン I II III IV	117			ピリブチカルブ	108			ベンフルラリン	99	
	エンドスルファン (α) エンドスルファン (β)	94 103		7 <mark>シマジン</mark> 8 シメコナゾール	81 99			ピリプロキシフェン ピリミジフェン	112 115			ベンフレセート ホサロン	99 127	
	エンドスルファンサルフェート	90		9 ジメタメトリン	98			ピリミノバックメチル (E)	102			ホスチアゼート I II	101	
	オキサジアゾン	109		D <mark>ジメチピン</mark>	ND			ピリミノバックメチル (Z)	102			ホスファミドン I	58	
	オキサジキシル オキサベトリニル	66		1 ジメチルビンホス (E)	106			ピリミホスメチル	104			ホスファミドン II	63	
	オキシフルオルフェン	101 107		2 ジメチルビンホス (Z) 3 ジメテナミド	106 100			ピリメタニル ピロキロン	93 63			ホスメット ホノホス	125 101	
	オキシポコナゾール	115		4 <mark>ジメトエート</mark>	34			ビンクロゾリン	100			ホルペット	114	
	オキシポコナゾール代謝産物I(オ			5 ジメトモルフ (E)	97			ファモキサドン	116			ホルペット分解物	93	
	オメトエート オルトフェニルフェノール	ND 104		6 ジメトモルフ (Z) 7 <mark>シメトリン</mark>	93 97			フィプロニル フェナミホス	103 99			ホルモチオン ホレート	93 97	
	カズサホス	101		8 ジメピペレート	101			フェナリモル	98			マラチオン	107	
69	カフェンストロール	116	15	9 シラフルオフェン	103		249	フェニトロチオン	108			ミクロブタニル	96	
	カルフェントラゾンエチル	105		D シンメチリン	101			フェノキサニル	106			メカルバム	104	
	カルベタミド カルボキシン	77 119		1 スゥエップ 2 <mark>スピロキサミン I</mark>	111 102			フェノキサプロップエチル フェノキシカルブ	111 98			メタクリホス メタラキシル	96 91	
	カルボフェノチオン	108		3 スピロキサミン II	141			フェノチオール	109			メチダチオン	116	
	カルボフラン	92		4 スピロジクロフェン	99			フェノチオカルブ	105			メトキシクロール	107	
	カルボフラン(分解物)	96		5 スルプロホス 5 スルオニップ	104			フェノトリン I	90			メトプレン I	87	
	キザロホップエチル キシリルカルブ	133 97		5 スルホテップ 7 ゾキサミド	104 132			フェノトリン II フェリムゾン	107 87			メトプレン II メトミノストロビン (E)	109 99	
	キナルホス	106		8 ターバシル	77			フェンアミドン	117			メトミノストロビン (Z)	99	
79	キノキシフェン	103	16	9 ダイアジノン	95		259	フェンクロルホス	101		349	メトラクロール	100	
	キノクラミン + ハチナラート	93		O ダイアレート I	99 107			フェンスルホチオン	109			メトリブジン	75 27	
	キノメチオネート キャプタン	101 101		1 ダイアレート II 2 チアメトキサム	107 ND			フェンチオン フェントエート	102 106			メビンホス メフェナセット	27 119	
	キャプタン,カプタホール分解物			3 チオシクラム	ND			フェンバレレートI	115			メフェンピルジエチル	106	
	キントゼン	97		4 チオベンカルブ	105			フェンバレレート II エス	112			メプロニル	108	
	クリミジン クレソキシムメチル	48 103		5 チオメトン 6 <mark>チフルザミド</mark>	97 74			フェンブコナゾール フェンプロパトリン	101 106			モノクロトホス モリネート	1 90	
	クロゾリネート	97		o <mark>ナノルサミト</mark> 7 テクナゼン	74 98			フェンプロピモルフ	96			レスメトリン I	90	
88	クロフェンテジン(分解物)	78		, , , , , と , , , , , , , , , , , , , ,	53		268	フェンメディファム	17			レスメトリン II	96	
	クロマゾン	98		9 テトラクロルビンホス	105			フサライド	102			レナシル	91	
_90	クロメトキシニル	114	18	D <mark>テトラコナゾール</mark>	97		270	ブタクロール	101		360	レプトホス	115	-