

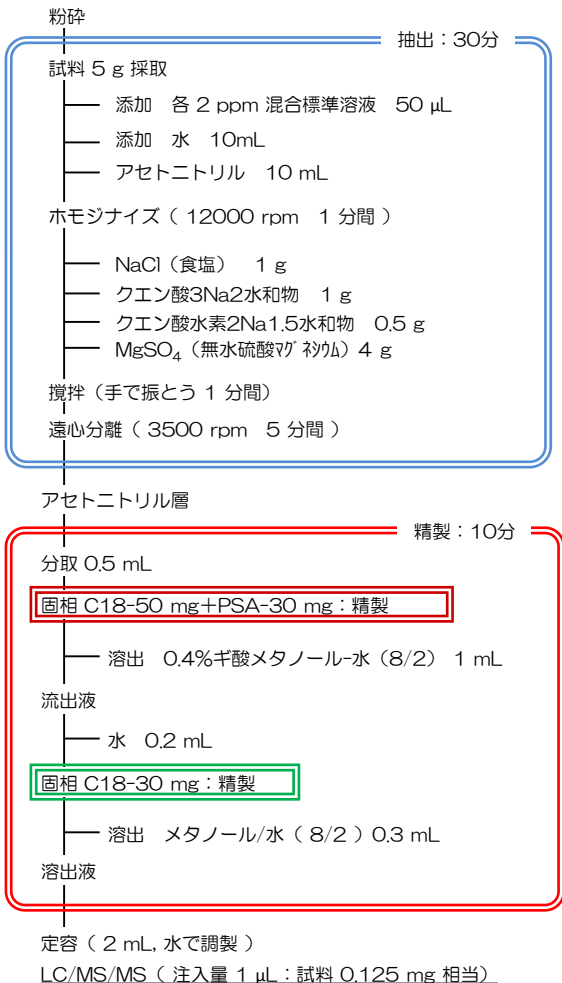


Manual
STQ Method

玄米

STQ-LC法（試験管ラック使用）

前処理フロー



【添加回収試験】

- 粉砕方法
常温粉砕（ミル）
- 添加濃度
試料中0.02 ppm（測定濃度 2.5 ppb）
- 標準溶液
PL2005 MIX-4, 5, 6, 7, 8, 9, 10
STQ法用農薬混合標準溶液（極性 53 種類混合）
いずれも林純薬工業製
- 検量線
絶対検量線、一点検量線（2.5 ppb）
- 検量線希釈溶媒
下記①：②：③：④の混合液（5：10：3：2）
①アセトニトリル
②0.4%ギ酸含有メタノール・水（8/2）
③メタノール・水（8/2）
④水
- 自動処理時間
約10分

精製後のSmart-SPE（写真）



左) C18-30 右) C18-50+PSA-30

Sample



Information

水分：14.9%
脂質：2.7%
脂肪酸：2.35%
タンパク質：6.8%

水分量が少ないため抽出時に水10mLを添加した。

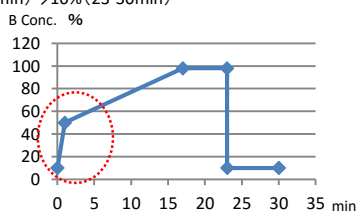
玄米はミルで粉状に細かく粉砕

LC/MS/MS分析条件

装置	MS: QTRAP® 4500 LC/MS/MSシステム (SCIEX) LC: ExionLC™ (SCIEX)
分析カラム	L-column2 ODS 2.1mm I.D. × 150mm L. 粒子径 3.0 μ m (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. (%) 10%→50%(0-1min)→98%(1-17min)→98%(17-23min)→10%(23-30min)
分析時間	30min (Pos/Negスイッチング)
流速	0.2mL/min
注入量	1 μ L
イオン化モード	ESI Positive/Negative
イオンスプレー電圧	4500V/-4500V
イオンソース温度	350°C
測定モード	sMRM (scheduled Multiple Reaction Monitoring)



QTRAP® 4500LC/MS/MSシステム, ExionLC™ AD



*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

結果

添加回収試験結果は裏面参照。

AiSTI SCIENCE

Product

試験管ラック
Smart-SPE C18-50
Smart-SPE C18-30
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

No.	Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)	No.	Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)	No.	Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)
1	1-Naphthylacetamide	92	90	76	Fenpyroximate Z	84	96	151	propoxur	114	104
2	3-OH-carbofuran	82	99	77	Fensulfothion	120	100	152	Propoxycarbazone	66	98
3	Abamectin	60	59	78	Ferimzone EandZ	100	97	153	Prosulfuron	84	115
4	Acephate	91	95	79	Flazasulfuron	97	100	154	Pyraclostrobin	103	96
5	Acetamidiprid	83	103	80	Florasulam	106	101	155	Pyrazolynate	81	78
6	Acibenzolar-S-methyl	67	77	81	Fluazifop	93	94	156	Pyrazosulfuron-ethyl	101	113
7	Aldicarb	110	105	82	Flufenacet	100	107	157	Pyrifthalid	109	114
8	Aldoxycarb	112	102	83	Flufenoxuron	77	89	158	pyroquilon	63	65
9	Anilofos	100	96	84	Flumetsulam	84	94	159	Quinoclamine	154	178
10	Aramite	94	99	85	Fluridone	86	104	160	Quizalofop-ethyl	87	95
11	atrazine	79	93	86	Flusilazole	100	101	161	Silafiuofen	1	1
12	Azafenidin	108	112	87	Flutriafol	81	73	162	Simazine	125	99
13	Azamethiphos	90	108	88	Foramsulfuron	92	99	163	Simeconazole	90	105
14	Azimsulfuron	76	91	89	Forchlorfenuron	94	100	164	Simetryn	96	90
15	Azinphos-methyl	104	133	90	Fosthiazate1and2	94	112	165	Spinosyn A	88	88
16	Azoxystrobin	110	97	91	Furametpyr	93	97	166	Spinosyn D	81	85
17	Bendiocarb	97	109	92	Furathiocarb	81	87	167	Spiroxamine-AandB	89	89
18	Bensulfuron-methyl	91	94	93	Halosulfuron-methyl	116	112	168	Sulfentrazone	57	79
19	Benzofenap	89	99	94	Haloxyfop	87	193	169	Sulfosulfuron	65	74
20	Bitertanol	90	127	95	Hexaconazole	76	85	170	TCMTB	62	71
21	Boscalid	84	89	96	Hexaflumuron	114	85	171	Tebufenozide	108	89
22	Bromacil	64	49	97	hexazinon	91	93	172	Tebuthiuron	106	98
23	Butafenacil	106	108	98	Hexythiazox	85	83	173	Teflubenzuron	90	91
24	Carbaryl	93	93	99	Imazail	69	79	174	Tetrachlorvinphos	87	108
25	Carbofuran	107	108	100	imazamethabenz-methyl	90	91	175	Tetraconazole	156	163
26	carboxin	164	98	101	Imazaquin	73	79	176	Thiabendazole	80	82
27	Carpropamide	99	107	102	Imazosulfuron	105	80	177	Thiacloprid	100	99
28	Chloridazon	78	82	103	Imibenconazole	105	130	178	Thiamethoxam	94	110
29	Chlorimuron-ethyl	92	77	104	Imibenconazole debenzyl	50	50	179	Thidiazuron	90	105
30	Chlorsulfuron	74	90	105	Imidacloprid	105	114	180	Thifensulfuron-methyl	89	95
31	Chlorxuron	98	84	106	Indanofan	119	114	181	Thifluzamide	112	127
32	Chromafenozide	101	103	107	Indoxacarb	84	100	182	Thiodicarb	16	16
33	Cinosulfuron	94	82	108	Iodosulfuron-methyl	80	91	183	Tolfenpyrad	90	94
34	Clodinafop acid	76	103	109	Iprodion	62	131	184	Tralkoxydim	83	96
35	Clofentezine	115	106	110	Iprovalicarb	92	95	185	Triadimenol	96	113
36	Clomeprop	98	99	111	Isoprocarb	90	100	186	Triasulfuron	86	90
37	Cloquintocet-mexyl	89	92	112	Isoxaflutole	92	91	187	Tribenuron methyl	68	77
38	Cloransulam-methyl	78	67	113	isoxathion-oxon	65	64	188	Trioxyclozole	131	103
39	Clothianidin	112	78	114	Lactofen	100	99	189	Tridemorph E	86	84
40	Cumyruon	102	103	115	Lenacil	75	97	190	Tridemorph Z	86	91
41	cyanazine	75	95	116	Linuron	75	76	191	Trifloxysulfuron	89	80
42	Cyazofamid	107	106	117	Lufenuron	78	88	192	Triflumuron	105	107
43	Cycloate	111	91	118	Mepanipyrim	132	113	193	Triflusulfuron methyl	98	97
44	Cycloprothrin	N. D.	N. D.	119	Mesosulfuron-methyl	82	86	194	Triticconazole	94	96
45	Cyclosulfamuron	82	95	120	Methabenzthiazuron	92	99	195	XMC	102	92
46	Cyflufenamide	94	99	121	Methamidophos	78	82				
47	Cyproconazole-1	109	106	122	Methiocarb	96	105	ネガティブモード対象成分			
48	Cyproconazole-2	82	114	123	Methomyl	136	128	196	2-4-D	73	79
49	Cyprodinil	108	136	124	Methoxyfenozide	100	95	197	2-4-DP (Dichlorprop)	82	89
50	DDVP(Dichlorvos)	186	102	125	Metosulam	85	82	198	4-Chlorophenoxyacetic acid	72	73
51	demeton-S-methyl	167	162	126	Metsulfuron-methyl	97	91	199	Acifluorfen	89	100
52	Di-allate	65	84	127	mevinphosE	89	105	200	Bromoxynil	98	92
53	Dichlosulam	87	95	128	mevinphosZ	113	89	201	Cloprop	89	92
54	Diclomezine	74	126	129	monocrotophos	100	105	202	Cyclanilide	91	94
55	Diclotopos	107	112	130	Monolinuron	93	93	203	Dicloran	71	155
56	Difenoconazole1and2	71	115	131	Myclobutanil	80	104	204	Dimethipin	150	110
57	Diflubenzuron	104	106	132	Naproanilide	103	103	205	Fluroxypyr	99	71
58	Dimethirimol	89	88	133	Naptalam	81	84	206	Fomesafen	70	71
59	Dimethoate	110	106	134	Norflurazon	87	114	207	Gibberellin	68	85
60	DimethomorphE	102	92	135	Novaluron	95	92	208	Hexaflumuron-n	103	103
61	DimethomorphZ	98	88	136	omethoate	98	96	209	Ioxynil	74	78
62	Dimeton-s-methyl	177	208	137	oxadixyl	101	110	210	Lufenuron-n	98	104
63	Diuron	105	94	138	Oxamyl	91	106	211	MCPA	77	71
64	Dymuron	92	101	139	Oxaziclofomefone	95	102	212	MCPB	91	101
65	Epoxiconazole	294	91	140	Oxycarboxin	91	98	213	MCPP (Mecoprop)	89	91
66	Ethametsulfuron-methyl	88	106	141	Pencycuran	89	90	214	Methoxyfenoazide-n	92	99
67	Ethoxysulfuron	101	90	142	Penoxsulam	120	115	215	Naphthaleneacetic acid	182	146
68	Fenamidone	99	90	143	Pentoxazone	21	19	216	Naproanilide-n	97	100
69	Fenamiphos	100	109	144	Phenmedipham	77	84	217	Norflurazon-n	101	102
70	Fenbuconazole	88	103	145	PhosphamidoneE	96	92	218	Oryzalin	88	97
71	Fenhexamid	79	103	146	PhosphamidoneZ	71	82	219	Thidiazuron-n	98	99
72	Fenobucarb	115	104	147	Primicarb	99	112	220	Triclopyr	110	101
73	Fenoxaprop-ethyl	110	91	148	Primisulfuron methyl	106	102	221	Trifluzamide	106	109
74	Fenoxycarb	110	113	149	prohydrojasmon1and2	99	90				
75	Fenpyroximate E	89	94	150	Propaquizafop	93	84				

* 絶対検量線を使用 マトリクス効果を確認するためにマトリクス検量線による回収率も算出した