

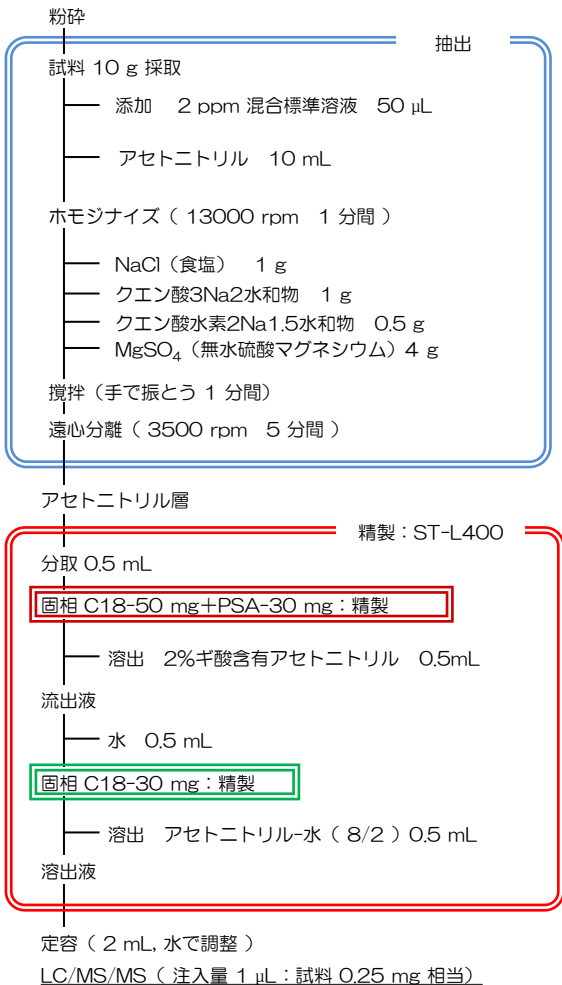
甘 夏

STQ-LC法（全自動固相抽出装置ST-L400）



ST-L400
For STQ Method

前処理フロー



【添加回収試験】

- 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0.01ppm（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（1：1：1：1）
①アセトニトリル
②2%ギ酸含有アセトニトリル
③アセトニトリル-水（8/2）
④水
- 自動処理時間
約10分/検体

Sample



Information

水分 : 88.6%
脂質 : 0.1%
脂肪酸 : 0%
たんぱく質 : 0.9%

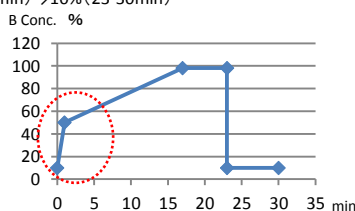
凍結粉砕法試料を予冷式ドライアイスにて粉砕

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。

Product

ST-L400
Smart-SPE C18-50
Smart-SPE C18-30
Smart-SPE PSA-30

No. Sample Name	溶媒stdを用いた場合 ^{a)}		マトリクスstdを用いた場合 ^{b)}		No. Sample Name	溶媒stdを用いた場合 ^{a)}		マトリクスstdを用いた場合 ^{b)}		No. Sample Name	溶媒stdを用いた場合 ^{a)}		マトリクスstdを用いた場合 ^{b)}	
	回収率 (%)	回収率 (%)	回収率 (%)	回収率 (%)		回収率 (%)	回収率 (%)	回収率 (%)	回収率 (%)		回収率 (%)	回収率 (%)	回収率 (%)	回収率 (%)
1 1-Naphthylacetamide	70	100	74 Fenpyroximate Z	83	94	147 Propoxur	88	93						
2 3-OH-carbofuran	81	99	75 Fensulfothion	62	105	148 Propoxy carbazono	65	82						
3 Abamectin	87	90	76 Ferimzone EandZ	75	97	149 Prolsulfuron	55	99						
4 Acephate	77	90	77 Flazasulfuron	55	80	150 Pyraclostrobin	86	98						
5 Acetamidrid	-	検出性	78 Florasulam	81	111	151 Pyrazolynate	-	検出性						
6 Acibenzolar-S-methyl	99	88	79 Fluazifop	84	86	152 Pyrazosulfuron-ethyl	93	109						
7 Aldicarb	81	99	80 Flufenacet	74	101	153 Pyriftalid	99	105						
8 Aldoxycarb	92	98	81 Flufenoxuron	67	96	154 Pyroquilon	81	101						
9 Anilofos	79	102	82 Flumetsulam	-	検出性	155 Quinoclamine	66	106						
10 Aramite	86	101	83 Fluridone	85	96	156 Quizalofop-ethyl	91	99						
11 Atrazine	77	96	84 Flusilazole	69	96	157 Simazine	67	93						
12 Azafenidin	62	99	85 Flutriafol	77	100	158 Simeconazole	64	98						
13 Azamethiphos	90	101	86 Foramsulfuron	89	85	159 Simeetryn	78	100						
14 Azimsulfuron	75	102	87 Forchlorfenuron	61	102	160 Spinosyn A	79	85						
15 Azinphos-methyl	87	111	88 Fosthiazate1and2	59	100	161 Spinosyn D	73	82						
16 Azoxystrobin	106	108	89 Furametryr	87	104	162 Spiroamine-AandB	81	91						
17 Bendiocarb	94	105	90 Furathiocarb	87	99	163 Sulfentrazone	88	88						
18 Bensulfuron-methyl	72	94	91 Halosulfuron-methyl	80	94	164 Sulfosulfuron	102	103						
19 Benzozenap	85	105	92 Haloxypop	59	88	165 TCMTB	86	97						
20 Bitertanol	80	106	93 Hexaconazole	79	95	166 Tebufenozide	76	109						
21 Boscalid	86	99	94 Hexaflumuron*	70	88	167 Tebutiuron	85	98						
22 Bromacil	56	108	95 Hexazinon	88	96	168 Teflubenzuron	72	79						
23 Butafenacil	57	98	96 Hexythiazox	62	93	169 Tetrachlorovinphos	83	103						
24 Carbaryl	77	102	97 Imazalil	88	89	170 Tetraconazole	58	101						
25 Carbofuran	94	93	98 Imazamethabenz-methyl	86	94	171 Thiabendazole	78	94						
26 Carboxin	88	96	99 Imazaquin	76	87	172 Thiachlorid	83	98						
27 Carpropamide	84	104	100 Imazosulfuron	40	82	173 Thiamethoxam	79	92						
28 Chloridazon	86	105	101 Imibenconazole	85	99	174 Thidiazuron*	34	99						
29 Chlorimuron-ethyl	80	95	102 Imidacloprid	86	106	175 Thifensulfuron-methyl	107	95						
30 Chlorsulfuron	109	103	103 Indanofan	91	103	176 Thifluzamide*	77	82						
31 Chlorsuxuron	62	100	104 Indoxacarb	84	108	177 Thiodicarb	87	122						
32 Chromafenozide	53	97	105 Iodosulfuron-methyl	119	100	178 Tolfenpyrad	96	96						
33 Cinosulfuron	90	92	106 Iprovalicarb	76	104	179 Tralkoxydim	53	86						
34 Clodinafop acid	81	85	107 Isoprocarb	75	103	180 Triadimenol	62	100						
35 Clofentezine	88	93	108 Isoxaflutole	72	106	181 Triasulfuron	52	99						
36 Clomeprop	92	98	109 Isoxathion-oxon	88	96	182 Tricyclazole	86	92						
37 Cloquintocet-mexyl	88	99	110 Lactofen	96	98	183 Tridemorph E	79	85						
38 Cloransulam-methyl	95	98	111 Lenacil	40	102	184 Tridemorph Z	81	83						
39 Clothianidin	-	検出性	112 Linuron	90	108	185 Trifloxysulfuron	94	109						
40 Cumyruon	71	99	113 Lufenuron*	82	105	186 Triflumuron	76	95						
41 Cyanazine	64	93	114 Mepanipyrim	76	98	187 Triflufuron methyl	101	103						
42 Cyazofamid	83	93	115 Mesosulfuron-methyl	128	85	188 Triticonazole	64	101						
43 Cycloate	88	100	116 Methabenzthiazuron	59	105	189 XMC	84	103						
44 Cyclosulfamuron	95	95	117 Methamidophos	63	86									
45 Cyflufenamide	86	102	118 Methiocarb	87	99									
46 Cyproconazole-1	71	113	119 Methomyl	90	100									
47 Cyproconazole-2	53	88	120 Methoxyfenozide*	70	104									
48 Cyprodinil	98	110	121 Metosulam	84	99									
49 DDVP	91	87	122 Metsulfuron-methyl	116	103									
50 Demeton-S-methyl	82	108	123 MevinphosE	98	100									
51 Di-allate	95	97	124 MevinphosZ	97	106									
52 Dichlosulam	61	113	125 Monocrotophos	84	96									
53 Dichlomezine	91	108	126 Monolinuron	85	98									
54 Dicrotophos	87	95	127 Myclobutanil	-	検出性									
55 Difenoconazole1and2	82	89	128 Naproanilide*	70	96									
56 Diflubenzuron	70	90	129 Naptalam	60	74									
57 Dimethirimol	93	106	130 Norflurazon*	83	103									
58 Dimethoate	84	106	131 Novaluron	80	94									
59 DimethomorphE	89	110	132 Omethoate	81	97									
60 DimethomorphZ	62	101	133 Oxadixyl	89	96									
61 Diuron	85	106	134 Oxamyl	90	102									
62 Dymuron	73	103	135 Oxaziolomefene	71	96									
63 Epoxiconazole	78	102	136 Oxycarboxin	72	100									
64 Ethametsulfuron-methyl	49	90	137 Pencycuron	89	100									
65 Ethoxysulfuron	87	97	138 Penoxsulam	97	112									
66 Fenamidone	77	99	139 Pentoxazone	102	99									
67 Fenamiphos	65	100	140 Phenmedipham	94	98									
68 Fenbuconazole	72	98	141 PhosphamidoneE	86	98									
69 Fenhexamid	65	104	142 PhosphamidoneZ	72	103									
70 Fenobucarb	88	97	143 Primicarb	91	100									
71 Fenoxaprop-ethyl	83	102	144 Primisulfuron methyl	86	93									
72 Fenoxycarb	77	104	145 Prohydrojasmon1and2	91	91									
73 Fenpyroximate E	90	100	146 Propanilazafop	92	99									

n=5、添加濃度：試料中0.01ppm(測定濃度2.5ppb) * : ポジティブ、ネガティブ両モードで測定

a) 添加回収サンプル ÷ 溶媒std × 100

b) 添加回収サンプル ÷ マトリクスstd × 100