

玄米

STQ-LC法 (全自動固相抽出装置ST-L400)



全自動固相抽出装置
ST-L400
For STQ Method

前処理フロー

粉碎

試料 5g 採取

- 2ppm混合標準溶液 50 μ L
- 水 10mL(膨潤 15分間)
- アセトニトリル 10mL

ホモジナイズ(13,000rpm 1分間)

- 塩化ナトリウム 1g
- クエン酸3Na2水和物 1g
- クエン酸水素2Na1.5水和物 0.5g
- 無水硫酸マグネシウム 4g

攪拌(手で振とう 1分間)

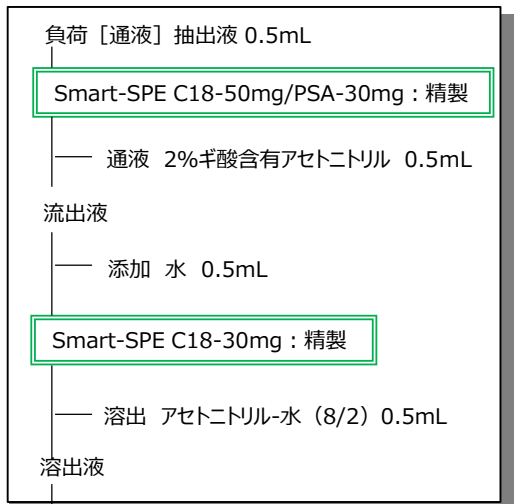
遠心分離 (3,500rpm 5分間)

アセトニトリル層 (抽出液)

試料瓶に分取 2mL
(ST-L400にセット)

ST-L400

約10分/検体



LC-MS/MS
(注入量 2 μ L ; 試料 0.25mg相当)

前処理ポイント

玄米には脂肪酸が多く含まれますが、PSAを使用することで除去することができます。ただしギ酸などを含む酸性溶媒で溶出するとそれらも溶出していきます。酸性農薬が対象外の場合はアセトニトリル(中性)での溶出をお勧めします。

また玄米は粉碎後、時間の経過とともに脂肪酸がメチル化されます。その結果PSAでの精製効率は低下しますのでご注意ください。

実験方法

- 粉碎方法 : 常温粉碎 (ミル使用)
 - 添加濃度 (試料中) : **0.02 ppm**
 - 最終バイアル中濃度 : **2.5 ppb**
 - 標準溶液 : *いずれも林純薬工業製
 - PL2005 MIX-4,5,6,7,8,9,10,STQ法用農薬混合標準液
 - 検量線 : 1点 : 2.5ppb 直線検量線
 - 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
- 使用機器 :



全自動固相抽出装置
ST-L400
(アイステイサイエンス)



UHPLC(Nexera X2)
及びLCMS-8045
(島津製作所)

測定条件

【LC条件】

分析カラム : Shim-pack FC-ODS
(2.0 mmI.D. \times 150 mmL, 3 μ m)
移動相 A液 : 0.5mM酢酸アンモニウム水溶液
B液 : 0.5mM酢酸アンモニウムメタノール
流速 : 0.2 mL/min
グラジエント : B.Conc15%(0 min) \rightarrow 40%(1-3.5 min) \rightarrow 50%(6 min) \rightarrow 55%(8 min) \rightarrow 95%(17.5-30 min) \rightarrow 15%(30.01-40min)
分析時間 : 40分
注入量 : 2 μ L (+ 40 μ L水共注入)
カラム温度 : 40 $^{\circ}$ C

【MS条件】

イオン化モード : ESI positive and negative
ネブライザーガス流量 : 2 L/min
ヒートアップガス流量 : 10 L/min
インターフェース温度 : 200 $^{\circ}$ C
DL温度 : 250 $^{\circ}$ C
ヒートブロック温度 : 400 $^{\circ}$ C
ドラインガス流量 : 10 L/min
測定モード : MRM



遠心分離後



精製後の固相

結果と考察

一部の成分で測定時に夾雑成分の影響を受けましたが、概ね良好な結果が得られました。

Sample



Information

水分 : 14.9%
脂質 : 2.7%
脂肪酸 : 2.35%
たんぱく質 : 6.8%

玄米は、ミルで粉状に細かく粉碎。

Key Word

残留農薬分析
STQ法
自動前処理装置
固相抽出

AiSTI SCIENCE

Product

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

No.	化合物名	極性 ^{a)}	溶媒stdを用いた場合 ^{b)}		マトリクスstdを用いた場合 ^{c)}	No.	化合物名	極性 ^{a)}	溶媒stdを用いた場合 ^{b)}		No.	化合物名	極性 ^{a)}	溶媒stdを用いた場合 ^{b)}	
			回収率(%)	回収率(%)					回収率(%)	回収率(%)					
1	(E)-Fenpyroximate	P	57	87		76	Fenamidone	P	85	90	151	Omethoate	P	84	87
2	(E,Z)-Ferimzone	P	97	93		77	Fenamiphos	P	93	91	152	Oryzalin	P	82	108
3	(Z)-Fenpyroximate	P	86	90		78	Fenbuconazole	P	91	98	153	Oryzalin	N	137	90
4	1-naphthaleneacetamide	P	94	95		79	Fenhexamid	P	87	102	154	Oxadixyl	P	92	94
5	2,4-PA	N	72	65		80	Fenhexamid	N	98	96	155	Oxamyl	P	87	91
6	4-Chlorophenoxyacetic acid	N	76	75		81	Fenobucarb	P	93	94	156	Oxaziclofomefone	P	89	93
7	Acephate	P	81	87		82	Fenoxaprop-ethyl	P	91	93	157	Oxycarboxin	P	89	87
8	Acetamiprid	P	94	96		83	Fenoxycarb	P	85	91	158	Pencycuron	P	89	94
9	Acibenzolar-S-methyl	P	93	93		84	Fensulfothion	P	92	98	159	Penoxsulam	P	100	94
10	Acifluorfen	N	82	85		85	Flazasulfuron	P	89	98	160	Phenmedipham	P	93	94
11	Aldicarb	P	88	94		86	Florasulam	P	89	101	161	Phosphamidon	P	94	93
12	Aldicarb-sulfone (Aldoxycarb)	P	87	100		87	Fluazifop	P	89	88	162	Pirimicarb	P	93	91
13	Anilofos	P	97	94		88	Fluazifop	N	86	89	163	Primisulfuron-methyl	P	99	97
14	Aramite	P	89	91		89	Flufenacet	P	95	95	164	Primisulfuron-methyl	N	103	96
15	Atrazine	P	97	94		90	Flufenoxuron	P	91	82	165	Prohydrojasmon	P	101	95
16	Avermectin B1a	P	86	92		91	Flumetsulam	P	93	98	166	Propaquizafop	P	94	121
17	Azamethiphos	P	93	95		92	Fluridone	P	98	95	167	Propoxur	P	98	95
18	Azimsulfuron	P	76	99		93	Fluroxypyr	P	72	70	168	Propoxycarbazone-sodium	P	147	90
19	Azinphos-methyl	P	96	94		94	Fluroxypyr	N	67	79	169	Prosulfuron	P	100	96
20	Azoxystrobin	P	96	96		95	Flusilazole	P	80	94	170	Prosulfuron	N	96	93
21	Bendiocarb	P	92	94		96	Flutriafol	P	89	99	171	Pyraclostrobin	P	90	91
22	Bensulfuron-methyl	P	97	99		97	Fomesafen	N	116	90	172	Pyrazolynate	P	80	92
23	Benzenofenap	P	91	93		98	Foramsulfuron	P	76	82	173	Pyrazosulfuron-ethyl	P	88	98
24	Bitertanol	P	91	92		99	Forchlorfenuron	P	88	92	174	Pyrifthalid	P	97	99
25	Boscalid	P	100	102		100	Fosthiazate	P	94	96	175	Pyroquilon	P	96	91
26	Bromacil	P	90	102		101	Furametpyr	P	96	95	176	Quinoclamine	P	107	96
27	Bromoxynil	N	119	112		102	Furathiocarb	P	94	92	177	Quizalofop-ethyl	P	86	95
28	Butafenacil	P	96	93		103	Gibberellic acid	N	98	95	178	Simazine	P	97	93
29	Carbaryl	P	94	97		104	Halosulfuron-methyl	P	87	95	179	Simeconazole	P	87	95
30	Carbofuran	P	96	97		105	Halosulfuron-methyl	N	90	86	180	Simetryn	P	98	96
31	Carbofuran-3-hydroxy	P	94	89		106	Haloxyfop	P	87	91	181	Spinosyn A	P	80	81
32	Carboxin	P	90	88		107	Hexaconazole	P	84	90	182	Spinosyn D	P	71	75
33	Carpropamid	P	93	91		108	Hexaflumuron	N	99	95	183	Spiroxamine	P	80	87
34	Chloridazon	P	91	96		109	Hexazinone	P	91	91	184	Sulfentrazone	P	91	81
35	Chlorimuron-ethyl	P	93	93		110	Hexythiazox	P	75	87	185	Sulfosulfuron	P	86	92
36	Chloroxuron	P	94	92		111	Imazalil	P	104	90	186	Tebufenozide	P	97	97
37	Chlorsulfuron	P	79	99		112	Imazamethabenz-methyl	P	97	93	187	Tebuthiuron	P	92	94
38	Chromafenozide	P	93	95		113	Imazaquin	P	83	90	188	Teflubenzuron	N	91	83
39	Cinosulfuron	P	88	96		114	Imazaquin	N	86	86	189	Tetrachlorvinphos	P	89	97
40	Clodinafop	P	78	84		115	Imazosulfuron	P	75	92	190	Tetraconazole	P	83	101
41	Clodinafop	N	91	81		116	Imibenconazole	P	86	92	191	Thiabendazole	P	87	86
42	Clofentezine	P	86	88		117	Imidacloprid	P	90	94	192	Thiacloprid	P	90	94
43	Clomeprop	P	94	88		118	Indanofan	P	107	107	193	Thiamethoxam	P	83	91
44	Cloprop	N	89	87		119	Indoxacarb	P	97	102	194	Thidiazuron	P	83	92
45	Clouintocet-mexyl	P	91	92		120	Iodosulfuron-methyl	P	89	89	195	Thifensulfuron-methyl	P	71	93
46	Cloransulam-methyl	P	98	98		121	Ioxynil	N	100	83	196	Thifluzamide	P	102	81
47	Clothianidin	P	86	97		122	Iprovalicarb	P	94	96	197	Thiodicarb	P	83	85
48	Cumyluron	P	90	93		123	Isoprocarb	P	96	92	198	Tolfenpyrad	P	84	92
49	Cyanazine	P	94	90		124	Isoxaflutole	P	88	78	199	Tralkoxydim1	P	95	87
50	Cyazofamid	P	85	92		125	Isoxathion-oxon	P	94	95	200	Tralkoxydim2	P	84	88
51	Cyclanilide	N	84	83		126	Lactofen	P	92	91	201	Triadimenol	P	92	96
52	Cycloate	P	94	86		127	Lenacil	P	92	99	202	Triasulfuron	P	90	101
53	Cyclosulfamuron	P	95	96		128	Linuron	P	98	97	203	Tribenuron-methyl	P	85	89
54	Cyflufenamid	P	89	96		129	Lufenuron	N	96	91	204	Triclopyr	N	80	94
55	Cyproconazole1	P	87	94		130	MCPA	N	90	77	205	Tricyclazole	P	92	86
56	Cyproconazole2	P	88	98		131	MCPB	N	95	90	206	Tridemorph (E)	P	73	72
57	Cyprodinil	P	84	89		132	Mecoprop	N	90	92	207	Tridemorph (Z)	P	70	70
58	Daimuron	P	92	95		133	Mepanipyrim	P	91	87	208	Trifloxysulfuron	P	92	91
59	Demeton-S-methyl	P	91	92		134	Mesosulfuron-methyl	P	89	94	209	Triflumuron	P	85	94
60	Di-allate	P	93	79		135	Methabenzthiazuron	P	94	97	210	Triflusulfuron-methyl	P	90	95
61	Dichlorprop	N	83	91		136	Methamidophos	P	58	77	211	Triticonazole	P	89	97
62	Dichlorvos	P	91	94		137	Methiocarb	P	93	92	212	XMC	P	94	95
63	Dicloromezine	P	112	119		138	Methomyl	P	98	93	213	TCMTB	P	93	93
64	Diclosulam	P	93	94		139	Methoxyfenozide	P	93	93					
65	Dicrotophos	P	95	96		140	Metosulam	P	100	96					
66	Difenoconazole	P	88	92		141	Metsulfuron-methyl	P	78	99					
67	Diflubenzuron	P	83	87		142	Mevinphos(E)	P	94	95					
68	Dimethirimol	P	93	90		143	Mevinphos(Z)	P	90	90					
69	Dimethoate	P	93	94		144	Monocrotophos	P	100	91					
70	Dimethomorph (E)	P	99	95		145	Monolinuron	P	90	99					
71	Dimethomorph (Z)	P	95	96		146	Myclobutanil	P	92	100					
72	Diuron	P	92	98		147	Napronilide	P	84	98					
73	Epoxiconazole	P	86	95		148	Naptalam	P	70	75					
74	Ethamsulfuron-methyl	P	91	100		149	Norflurazon	P	90	95					
75	Ethoxysulfuron	P	92	91		150	Novaluron	P	100	93					

*添加濃度：試料中0.02ppm *添加回収率はn=2の平均値

a)極性 P:Positive, N:Negative b)添加サンプル÷溶媒std×100 c)添加サンプル÷マトリクスstd×100

50%未満 50%以上70%未満 120%以上200%未満 200%以上