

緑茶

STQ-LC法 (全自動固相抽出装置ST-L400)



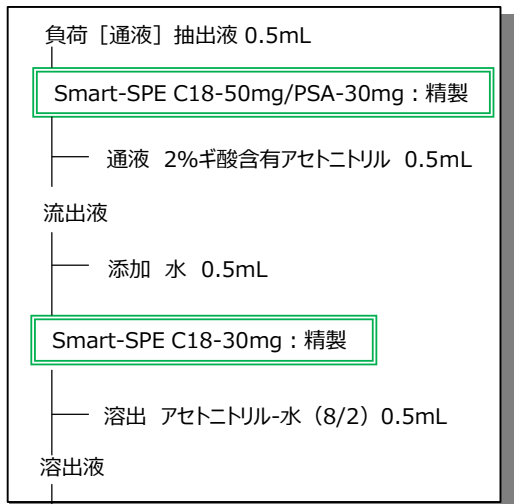
全自動固相抽出装置
ST-L400
For STQ Method

前処理フロー

- 粉碎
- 試料 2g 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



定容 (2mL) ; 水で調整

LC-MS/MS
(注入量 2 μ L ; 試料 0.1mg相当)

前処理ポイント

緑茶には緑色のクロロフィルが多く含まれています。本方法ではGCKを使用していませんがC18-50 mgでそのほとんどを取り除くことができました。

実験方法

- 粉碎方法 : 常温粉碎 (ミル使用)
 - 添加濃度 (試料中) : **0.05 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)

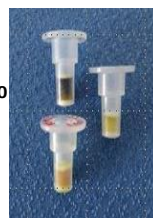
分析時間 : 40分
注入量 : 2 μ L (+40 μ L水共注入)
カラム温度 : 40 $^{\circ}$ C

【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

測定時に夾雑物の影響を受けた成分がありましたが、マトリクス検量線での定量により概ね良好な結果が得られました。

Sample



Information

水分 : 3.1%
脂質 : 4.1%
脂肪酸 : 0%
たんぱく質 : 29.1%

緑茶は、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)}	溶解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)}	溶解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)}	溶解stdを用いた場合 ^{b)}		マトリクスstdを用いた場合 ^{c)}	
			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	(E)-Fenpyroximate	P	78	90			76	Fenamidone	P	80	102			151	Omethoate	P	50	98		
2	(E,Z)-Ferimzone	P	91	98			77	Fenamiphos	P	99	103			152	Oryzalin	P	130	110		
3	(Z)-Fenpyroximate	P	80	99			78	Fenbuconazole	P	92 ¹⁾	113 ²⁾			153	Oryzalin	N	77	78		
4	1-naphthaleneacetamide	P	59	97			79	Fenhexamid	P	78	99			154	Oxadixyl	P	77	100		
5	2,4-PA	N	88	90			80	Fenhexamid	N	66	94			155	Oxamyl	P	38	101		
6	4-Chlorophenoxyacetic acid	N	81	70			81	Fenobucarb	P	98	103			156	Oxaziclomefone	P	90	96		
7	Acephate	P	54	92			82	Fenoxaprop-ethyl	P	91	101			157	Oxycarboxin	P	62	109		
8	Acetamidiprid	P	65	98			83	Fenoxycarb	P	87	102			158	Pencycuron	P	89	98		
9	Acibenzolar-S-methyl	P	94	111			84	Fensulfothion	P	93	101			159	Penoxsulam	P	105	98		
10	Acifluorfen	N	77	76			85	Flazasulfuron	P	89	92			160	Phenmedipham	P	92	101		
11	Aldicarb	P	80	97			86	Florasulam	P	72	98			161	Phosphamidon	P	95	103		
12	Aldicarb-sulfone (Aldoxycarb)	P	38	115			87	Fluazifop	P	59	98			162	Pirimicarb	P	95	100		
13	Anilofos	P	94	105			88	Fluazifop	N	103	92			163	Primisulfuron-methyl	P	116	94		
14	Aramite	P	91	96			89	Flufenacet	P	98	105			164	Primisulfuron-methyl	N	136	96		
15	Atrazine	P	73	99			90	Flufenoxuron	P	71 ¹⁾	129 ²⁾			165	Prohydrojasmon	P	105	106		
16	Avermectin B1a	P	98	91			91	Flumetsulam	P	122	106			166	Propaquizafop	P	76	102		
17	Azamethiphos	P	85	102			92	Fluridone	P	97	100			167	Propoxur	P	99	104		
18	Azimsulfuron	P	64	100			93	Fluroxypyr	P	254	106			168	Propoxycarbazon-sodium	P	85	91		
19	Azinphos-methyl	P	92	120			94	Fluroxypyr	N	10	- ³⁾			169	Prosulfuron	P	121	99		
20	Azoxystrobin	P	105	105			95	Flusilazole	P	77	111			170	Prosulfuron	N	84	98		
21	Bendiocarb	P	86	101			96	Flutriafol	P	58	102			171	Pyraclostrobin	P	96	102		
22	Bensulfuron-methyl	P	100	102			97	Fomesafen	N	148	93			172	Pyrazolynate	P	84	93		
23	Benzofenap	P	80	91			98	Foramsulfuron	P	99	82			173	Pyrazosulfuron-ethyl	P	59	104		
24	Bitertanol	P	88	100			99	Forchlorfenuron	P	49	87			174	Pyritalid	P	90	97		
25	Boscalid	P	84	115			100	Fosthiazate	P	99	103			175	Pyroquilon	P	69	103		
26	Bromacil	P	49	93			101	Furametpyr	P	84	103			176	Quinoclamine	P	51	91		
27	Bromoxynil	N	62	134			102	Furathiocarb	P	90	95			177	Quizalofop-ethyl	P	80	103		
28	Butafenacil	P	97	108			103	Gibberellic acid	N	10	71			178	Simazine	P	76	100		
29	Carbaryl	P	84	108			104	Halosulfuron-methyl	P	79	94			179	Simeconazole	P	77	106		
30	Carbofuran	P	98	111			105	Halosulfuron-methyl	N	61	97			180	Simetryn	P	95	95		
31	Carbofuran-3-hydroxy	P	95	99			106	Haloxypop	P	95	94			181	Spinosyn A	P	79	90		
32	Carboxin	P	83	95			107	Hexaconazole	P	77	105			182	Spinosyn D	P	71	83		
33	Carpropamid	P	85	99			108	Hexaflumuron	N	91	98			183	Spiroxamine	P	84	92		
34	Chloridazon	P	60	104			109	Hexazinone	P	93	101			184	Sulfentrazone	P	109	111		
35	Chlorimuron-ethyl	P	109	95			110	Hexythiazox	P	65	86			185	Sulfosulfuron	P	78	93		
36	Chloroxuron	P	93	102			111	Imazalil	P	87	91			186	Tebufenozide	P	103	103		
37	Chlorsulfuron	P	82	104			112	Imazamethabenz-methyl	P	98	100			187	Tebuthiuron	P	75	101		
38	Chromafenozide	P	92	101			113	Imazaquin	P	92	84			188	Teflubenzuron	N	84	100		
39	Cinosulfuron	P	83	104			114	Imazaquin	N	74	77			189	Tetrachlorvinphos	P	100	104		
40	Clodinafop	P	57	93			115	Imazosulfuron	P	85	91			190	Tetraconazole	P	78	115		
41	Clodinafop	N	92	95			116	Imibenconazole	P	67	99			191	Thiabendazole	P	81	91		
42	Clofentezine	P	74	92			117	Imidacloprid	P	62	95			192	Thiacloprid	P	43	102		
43	Clomeprop	P	86	102			118	Indanofan	P	100	101			193	Thiamethoxam	P	109 ¹⁾	104 ²⁾		
44	Cloprop	N	103	93			119	Indoxacarb	P	94	101			194	Thidiazuron	P	45	89		
45	Cloquintocet-mexyl	P	83	89			120	Iodosulfuron-methyl	P	108	95			195	Thifensulfuron-methyl	P	102	118		
46	Cloransulam-methyl	P	123	102			121	Ioxynil	N	82	97			196	Thifluzamide	P	84	115		
47	Clothianidin	P	117	97			122	Iprovalicarb	P	100	105			197	Thiodicarb	P	31	36		
48	Cumyluron	P	93	99			123	Isoprocab	P	102	104			198	Tolfenpyrad	P	73 ¹⁾	89 ²⁾		
49	Cyanazine	P	63	101			124	Isoxaflutole	P	94	102			199	Tralkoxydim1	P	69	91		
50	Cyazofamid	P	93	104			125	Isoxathion-oxon	P	101	101			200	Tralkoxydim2	P	80	97		
51	Cyclanilide	N	79	82			126	Lactofen	P	88	105			201	Triadimenol	P	72	90		
52	Cycloate	P	92	91			127	Lenacil	P	59	88			202	Triasulfuron	P	102	103		
53	Cyclosulfamuron	P	101	99			128	Linuron	P	94	106			203	Tribenuron-methyl	P	83	99		
54	Cyflufenamid	P	97	97			129	Lufenuron	N	75 ¹⁾	104 ²⁾			204	Triclopyr	N	94	83		
55	Cyproconazole1	P	76	110			130	MCPA	N	91	89			205	Tricyclazole	P	75	94		
56	Cyproconazole2	P	75	103			131	MCPB	N	84	91			206	Tridemorph (E)	P	74	77		
57	Cyprodinil	P	86	87			132	Mecoprop	N	117	92			207	Tridemorph (Z)	P	76	83		
58	Daimuron	P	95	101			133	Mepanipyrim	P	89	103			208	Trifloxysulfuron	P	101	99		
59	Demeton-S-methyl	P	100	100			134	Mesosulfuron-methyl	P	108	102			209	Triflumuron	P	93	101		
60	Di-allate	P	114	89			135	Methabenzthiazuron	P	67	106			210	Triflurosulfuron-methyl	P	108	102		
61	Dichlorprop	N	124	88			136	Methamidophos	P	48	85			211	Triticonazole	P	79	110		
62	Dichlorvos	P	69	73			137	Methiocarb	P	96	100			212	XMC	P	98	104		
63	Diclomezine	P	113	132			138	Methomyl	P	83	135			213	TCMTB	P	72	78		
64	Diclosulam	P	88	91			139	Methoxyfenozide	P	101 ¹⁾	115 ²⁾									
65	Dicrotophos	P	98	103			140	Metosulam	P	96	99									
66	Difenoconazole	P	73	109			141	Metsulfuron-methyl	P	126	114									
67	Diflubenzuron	P	90	96			142	Mevinphos(E)	P	101	98									
68	Dimethirimol	P	82	85			143	Mevinphos(Z)	P	116	93									
69	Dimethoate	P	89	103			144	Monocrotophos	P	95	94									
70	Dimethomorph (E)	P	84	103			145	Monolinuron	P	87	94									
71	Dimethomorph (Z)	P	86	105			146	Myclobutanil	P	87	113									
72	Diuron	P	80	100			147	Naproanilide	P	88	106									
73	Epoxiconazole	P	77	102			148	Naptalam	P	80	85									
74	Ethametsulfuron-methyl	P	96	97			149	Norflurazon	P	84	101									
75	Ethoxysulfuron	P	93	93			150	Novaluron	P	105	114									

* 添加濃度：試料中0.05ppm * 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÷溶解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

1) 参考データ：回収率は未知サンプルのピークを減算して算出 (添加サンプル-未知サンプル) ÷ 溶解std×100

2) 参考データ：回収率は未知サンプルのピークを減算して算出 (添加サンプル-未知サンプル) ÷ (マトリクスstd-未知サンプル)×100

3) マトリクスstdのピークが不検出のため定量不可