

ジチアノン (柑橘系)

(残留農薬用前処理装置ST-L400)



全自動固相抽出装置
ST-L400
For STQ Method

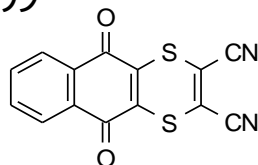
はじめに

ジチアノンはキノ系殺菌剤であり、かんきつ類をはじめ、果実類の病害防除に使用されています。

ジチアノンの試験法（農産物）は試料に塩酸を加えて均一化する必要があるため個別試験法となっています。本アプリケーションでは自動化装置を用いた簡便な前処理方法を紹介します。またジチアノンにおけるみかんの試験部位が2020.04.30より「外果皮を含む」となるのに伴い、外果皮を含むみかで添加回収試験を行いました。

対象化合物

ジチアノン



LogPow: 3.2

前処理フロー

予冷式ドライアイス凍結粉碎

試料 10g 採取

— 4mol/L 塩酸 1mL

混合

— 5ppm標準溶液/0.1%ギ酸含有アセトン 100μL

混合

— アセトン 10mL

ホモジナイズ(13,000rpm 1分間)

— 塩化ナトリウム 2g

— 無水硫酸マグネシウム 4g

撈拌 (手で振とう 1分間)

遠心分離 (3,500rpm 5分間)

アセトン層

試料瓶にアセトン層1mL分取

— 1%ギ酸水1mL

混合 (ST-L400にセット)

ST-L400

約 15 分/検体

負荷 [通液] 抽出液 1mL

Smart-SPE C18-50mg : 精製

— 通液 アセトニトリル-水 (6/4) 0.4mL

流出液

— 添加 1%ギ酸水 6.3mL

Smart-SPE C18-50mg : 保持

— 洗浄 1%ギ酸水 2mL

乾燥 窒素ガス

連結

Smart-SPE C18-50mg / AX-20mg : 精製

— 溶出 1%酢酸含有メタノール 1mL

溶出液

定容 (1mL) 1%酢酸含有メタノールで調整



全自動固相抽出装置 ST-L400
(アイステイサイエンス)



遠心分離後の抽出液



精製後の固相

C18-50

C18-50

AX-20

前処理のポイント

- 試料による影響を低減するため、酸性溶媒で調製した標準溶液を添加しました。
- 1つ目のC18に試料負荷時にアセトニトリル比を下げることで低極性夾雑物の精製効果を高めました。
- 分析過程で試料（液）を酸性に保つために水の代わりに1%ギ酸水を使用しました。
- C18の保持させたジチアノンを溶出する際にミクスモード強陰イオン交換のAXを連結し、イオン性夾雑物を除去し精製しました。

Sample



Information

水分 : 86.9%
脂質 : 0.1%
脂肪酸 : 0.05%
たんぱく質 : 0.7%
(参考値 : 温州みかん じょうのう)

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 AX-20
予冷式ドライアイス凍結粉碎キット

株式会社アイステイサイエンス
www.aisti.co.jp
お問い合わせ先
TEL. 073-475-0033
E-Mail; as@aisti.co.jp

実験方法

- 試料：みかん（外果皮を含む）
- 粉碎方法：予冷式ドライアイス凍結粉碎法



凍結粉碎により外果皮と果肉が均一に粉碎されます。

- 標準溶液：ジチアノン標準品
(富士フィルム和光純薬 製品コード：044-18373)
- 添加用標準溶液：5ppm/0.1%ギ酸含有アセトン
※ 試料による影響を低減するため酸性溶媒に溶解した標準溶液を使用しています。
- 添加濃度（試料中）：0.05 ppm（みかん基準値の1/100）
- 最終バイアル中濃度：25 ppb
- 検量線：1点：25ppb 絶対検量線
- 検量線希釈溶媒：1%酢酸含有メタノール

測定条件

【LC条件】

分析カラム：Shim-pack FC-ODS
(2.0 mmI.D. × 150 mmL., 3 μm)

移動相 A液：1%酢酸含有水
B液：1%酢酸含有メタノール

流速：0.2 mL/min

グラジエント：B.Conc50%(0 min)→90%(10-13 min)→50%(13.01-20 min)

分析時間：20分

注入量：2 μL

カラム温度：40 °C

【MS条件】

イオン化モード：ESI negative

ネブライザーガス流量：3 L/min

ヒートインガス流量：10 L/min

インターフェース温度：350 °C

DL温度：200 °C

ヒートブロック温度：400 °C

ドラインガス流量：10 L/min

測定モード：MRM



UHPLC(Nexera X2)
及びLCMS-8045
(島津製作所)

結果と考察

みかん（外果皮を含む）を用いて基準値の1/100倍濃度で添加回収試験を行った結果、夾雑物の影響もなく良好な回収率が得られました。また未知試料からの夾雑物ピークも見られませんでした。

検量線については2.5、5、10、25、50ng/μLの5点で作成したところ $R^2=0.9995$ の良好な直線性が得られました。

表1 添加回収試験結果

(n = 3)

	保持時間※ (分)	添加回収率 (%)	RSD (参考値) (%)
ジチアノン	8.62	98	9.1

※保持時間は弊社実測値

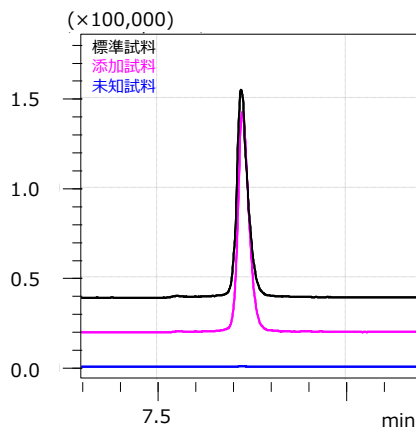


図1：みかん中のジチアノンのクロマトグラム
(上：標準試料、中：添加試料、下：未知試料)

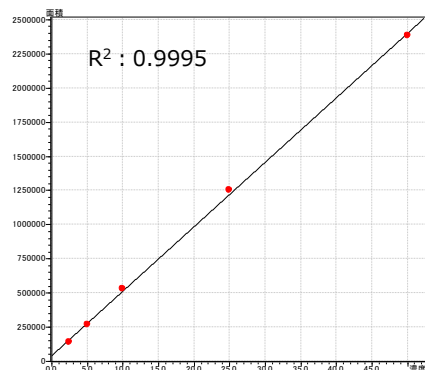


図2：ジチアノンの検量線
(2.5、5、10、25、50ng/μL)