

玉ねぎ (レンジ処理)

AUTO-LC

前処理フロー

試料をピーカーに入れてラップで蓋をし、電子レンジで加熱 ***注1**

- 試料 10g採取
 - 添加 各2ppm混合標準溶液 50uL
 - アセトニトリル 10mL

ホモジナイズ

- NaCl (食塩) 1g
- クエン酸3Na2水和物 1g
- クエン酸水素2Na1.5水和物 0.5g
- MgSO₄ (無水硫酸Mg 初項) 4g

撈拌 (手で振とう 1分間)

遠心分離 (3000rpm 5分間)

アセトニトリル層

試料瓶 (自動前処理装置にセット)

自動前処理装置 STQ-L200

分取 1 mL LC法: 10分/検体

固相 C18-30 mg+PSA-30mg: 精製

洗液 0.4%ギ酸メタノール 1mL (pH2.5)

流出液

水 0.5mL

固相 C18-50mg: 精製

溶出 メタノール/水 (8/2) 1mL

溶出液

定容 (4mL, 水で調製: 4倍希釈)

LC/MS/MS (注入量5 uL: 試料1.25mg相当)

目的/実験方法

自動前処理装置STQ-L200を用いた添加回収試験(LC法)

- 添加濃度(試料中): 10ppb
- 最終バイアル中濃度: 2.5ppb
- 農薬: 林純薬PL2005 MIX-4,5,6,7,8,9,10 (2ppmMIX/アセトニトリルを作成) **: 林純薬 STQ法用極性56種(新製品) (2ppmMIX/アセトニトリルを作成)**
- 検量線:
 - ・絶対、直線検量線
 - ・1点: 2.5ppb 農薬混合標準溶液(アセトニトリル:80%メタノール/水:0.4%ギ酸メタノール:水=1:1:1:1)
- 測定: sMRM測定(1チャンネル/成分)



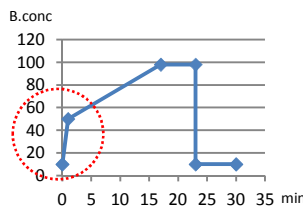
レンジ処理後粉碎状態



遠心分離後の状態

LC/MS/MS分析条件

装置	MS: API 3200Q system (AB SCIEX)
	LC: Prominence (SIMADZU)
分析カラム	L-column2 ODS 2.1×150mm 3.0μm (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. (%)
Positive	10%→50% (0-1min) →98% (1-17min) →98% (17-23min) →10% (23-30min)
Negative	10%→50% (0-2min) →98% (2-10min) →98% (10-13min) →10% (13-20min)
分析時間	30min (Positive), 20min (Negative)
流速	0.2mL/min
注入量	5μL
イオン化モード	ESI Positive/Negative
イオンスプレー電圧	5500V/-4500V
イオンソース温度	350°C
測定モード	sMRM (scheduled Multiple Reaction Monitoring)



* Posのグラジエント: アセフェートなどの高極性農薬のピーク形状が改善



STQ-L200

For STQ Method

Sample



Information

水分: 91.5% (ゆで)
89.7% (生)
脂質: 0.1% (ゆで)
0.1% (生)
脂肪酸: 0.04% (ゆで)
0.04% (生)

*注1

レンジ加熱処理は、500Wレンジ、100gで90秒を目安に行なった。

玉ねぎは外皮、ひげ根を除去し、4等分したものをレンジで加熱後、フードプロセッサーで細切。

AiSTI SCIENCE

Product

STQ-L200
Smart-SPE C18-30
Smart-SPE C18-50
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 2F
TEL. 073-475-0033
FAX. 073-497-5011
www.aisti.co.jp

考察

Positive、Negative測定農薬ともに概ね良好な結果が得られた。

試料細切の際に、酵素反応により分析妨害成分が生成されるので、これを抑制するため、細切前に電子レンジで熱処理を行い酵素を失活させた。マトリックス効果が低減され、一定のレンジ効果が確認された。ただし、レンジ処理により熱分解される農薬もあるかもしれないので、確認が必要と思われる。

No.	Pesticide Name	添加回収率	Spike回収率	No.	Pesticide Name	添加回収率	Spike回収率	No.	Pesticide Name	添加回収率	Spike回収率
1	1-Naphthylacetamide	89.9	98.5	81	Fluazifop	80.4	89.6	161	Simazine	100.7	112.9
2	3-OH-carbofuran	83.6	94.0	82	Flufenacet	97.3	95.0	162	Simeconazole	84.7	94.6
3	Abamectin	95.6	93.5	83	Flufenoxuron	85.5	94.2	163	Simetryn	88.9	99.8
4	Acephate	64.4	72.9	84	Flumetsulam	90.2	106.9	164	Spinosyn A	75.0	92.7
5	Acetamiprid	88.9	96.3	85	Fluridone	91.9	96.2	165	Spinosyn D	68.2	92.4
6	Acibenzolar-S-methyl	101.7	95.2	86	Flusilazole	94.5	99.9	166	Spiroxamine-AandB	88.0	103.8
7	Aldicarb	90.4	106.7	87	Flutriafol	87.8	99.2	167	Sulfentrazone	97.1	91.6
8	Aldoxycarb	81.4	88.0	88	Foramsulfuron	93.4	105.2	168	Sulfosulfuron	103.3	104.5
9	Anilofos	90.1	102.6	89	Forchlorfenuron	88.0	96.9	169	TCMTB	89.5	107.4
10	Aramite	97.6	109.7	90	Fosthiazate1and2	93.0	88.0	170	Tebufenozide	89.1	103.6
11	atrazine	90.5	102.4	91	Furametpyr	96.8	94.6	171	Tebuthiuron	101.3	108.9
12	Azafenidin	110.7	124.4	92	Furathiocarb	94.9	92.2	172	Teflubenzuron	89.1	101.7
13	Azamephiphos	102.8	103.8	93	Halosulfuron-methyl	71.6	93.6	173	terbacil	-	-
14	Azimsulfuron	83.2	115.2	94	Haloxyfop	81.0	103.1	174	Tetrachlorvinphos	99.4	104.9
15	Azinphos-methyl	91.4	86.4	95	Hexaconazole	80.7	89.7	175	Tetraconazole	99.8	93.4
16	Azoxystrobin	97.6	98.2	96	Hexaflumuron	79.9	85.8	176	Thiabendazole	87.7	90.1
17	Bendiocarb	93.7	95.4	97	hexazinon	90.1	98.1	177	Thiacloprid	70.3	72.9
18	Bensulfuron-methyl	83.1	92.4	98	Hexythiazox	86.7	88.1	178	Thiamethoxam	79.1	91.6
19	Benzofenap	81.6	87.0	99	Imazalil	88.7	98.8	179	Thidiazuron	81.4	90.9
20	Bitertanol	87.3	85.2	100	imazamethabenz-methyl	97.5	106.3	180	Thifensulfuron-methyl	89.3	101.5
21	Boscalid	94.6	99.4	101	Imazaquin	77.3	89.5	181	Thifluzamide	95.1	111.1
22	Bromacil	82.7	102.9	102	Imazosulfuron	85.4	70.3	182	Thiodicarb	65.3	95.4
23	Butafenacil	90.5	100.7	103	Imibenconazole	98.2	99.1	183	Tolfenpyrad	93.5	91.7
24	Carbaryl	99.8	98.4	104	Imidacloprid	97.1	112.9	184	Tralkoxydim	67.9	110.4
25	Carbofuran	88.0	90.4	105	Indanofan	96.5	108.7	185	Triadimenol	92.9	97.1
26	carboxin	96.3	103.4	106	Indoxacarb	84.2	95.6	186	Triasulfuron	86.2	85.2
27	Carpropamide	93.3	101.9	107	Iodosulfuron-methyl	75.1	89.7	187	Tribenuron methyl	27.5	100.4
28	Chloridazon	91.2	90.8	108	Iprodion	93.5	95.7	188	Tricyclazole	88.3	96.2
29	Chlorimuron-ethyl	75.9	98.2	109	Iprovalicarb	99.5	115.7	189	Tridemorph E	76.9	99.4
30	Chlorsulfuron	89.2	113.9	110	Isoprocarb	94.5	101.8	190	Tridemorph Z	72.5	96.0
31	Chlorxuron	96.3	99.5	111	Isoxaflutole	88.1	86.9	191	Trifloxysulfuron	94.5	100.6
32	Chromafenozide	97.4	116.5	112	isoxathion-oxon	85.9	81.8	192	Triflumuron	91.1	96.9
33	Cinosulfuron	83.4	95.5	113	Lactofen	91.8	96.0	193	Triflusulfuron methyl	76.2	98.8
34	Clodinafop acid	82.0	96.4	114	Lenacil	92.4	100.7	194	Triticconazole	87.7	97.8
35	Clofentezine	90.4	95.6	115	Linuron	90.1	90.7	195	XMC	86.0	101.3
36	Clomeprop	93.4	90.1	116	Lufenuron	91.8	93.2	Negative			
37	Cloquintocet-mexyl	92.2	97.5	117	Mepanipyrim	98.7	97.8	1	2-4-D	67.8	93.4
38	Cloransulam-methyl	80.8	102.7	118	Mesosulfuron-methyl	76.0	85.1	2	2-4-DP (Dichlorprop)	83.7	108.0
39	Clothianidin	96.7	104.5	119	Methabenzthiazuron	90.0	94.3	3	4-Chlorophenoxyacetic acid	68.8	99.1
40	Cumyruon	94.3	103.8	120	Methamidophos	67.9	74.7	4	Acifluorfen	96.4	124.6
41	cyazazine	90.9	88.7	121	Methiocarb	94.1	96.7	5	Bromoxynil	73.9	96.0
42	Cyazofamid	118.9	115.0	122	Methomyl	116.2	113.4	6	Cloprop	66.8	88.8
43	Cycoate	81.1	82.9	123	Methoxyfenozide	93.2	104.3	7	Cyclanilide	73.3	94.9
44	Cycloprothrin	76.5	68.8	124	Metosulam	86.5	108.1	8	Dicloran	47.7	49.1
45	Cyclosulfamuron	85.3	107.2	125	Metsulfuron-methyl	90.1	113.2	9	Dimethipin	87.5	100.8
46	Cyflufenamide	91.9	98.6	126	mevinphosE	98.4	94.2	10	Fluroxypyr	57.0	82.3
47	Cyproconazole-1	94.1	95.6	127	mevinphosZ	96.7	110.6	11	Fomesafen	79.8	106.4
48	Cyproconazole-2	96.8	109.5	128	monocrotophos	82.8	90.5	12	Formothion	-	-
49	Cyprodinil	90.5	94.1	129	Monolinuron	89.6	95.3	13	Gibberellin	82.6	87.3
50	DDVP	93.7	114.5	130	Myclobutanil	88.6	91.9	14	Hexaflumuron	92.5	98.5
51	demeton-S-methyl	104.5	113.2	131	Napronilide	101.0	107.7	15	Ioxynil	73.4	95.6
52	Di-allate	97.6	87.0	132	Naptalam	55.1	79.5	16	Lufenuron	92.4	95.6
53	Dichlosulam	76.9	93.9	133	Norflurazon	97.4	105.3	17	MCPA	74.9	104.1
54	Dicloromezine	89.0	88.4	134	Novaluron	91.9	95.7	18	MCPB	75.6	100.5
55	Diplotopos	90.7	93.8	135	omethoate	85.8	93.5	19	MCPP (Mecoprop)	82.7	103.8
56	Difenoconazole1and2	86.7	94.9	136	oxadixyl	96.8	94.9	20	Methoxyfenozide	91.3	98.2
57	Diflubenzuron	213.5	276.7	137	Oxamyl	90.7	101.3	21	Naphthaleneacetic acid	123.6	126.4
58	Dimethirimol	93.1	98.2	138	Oxaziclomefone	91.6	96.5	22	Napronilide	93.7	97.6
59	Dimethoate	94.7	103.9	139	Oxycarboxin	83.9	93.8	23	Norflurazon	100.5	91.4
60	DimethomorphE	87.0	99.2	140	Pencycuron	86.3	91.4	24	Oryzalin	85.8	92.1
61	DimethomorphZ	87.8	88.0	141	Penoxsulam	82.9	95.4	25	Thidiazuron	102.5	107.8
62	Dimeton-s-methyl	105.1	118.9	142	Pentoxazone	68.1	94.4	26	Triclopyr	78.7	93.1
63	Diuron	92.7	96.5	143	Phenmedipham	86.3	94.1	27	Trifluzamide	95.8	100.3
64	Dymuron	97.1	102.1	144	PhosphamidoneE	90.3	92.0				
65	Epoxiconazole	97.8	114.3	145	PhosphamidoneZ	108.2	93.1				
66	Ethametsulfuron-methyl	88.4	93.2	146	Primingcarb	97.4	106.0				
67	Ethoxysulfuron	-	-	147	Primisulfuron methyl	74.6	101.7				
68	Fenamidone	80.5	83.9	148	prohydrojasmon1and2	93.5	93.1				
69	Fenamiphos	93.9	98.6	149	Propaquizafop	91.5	89.9				
70	Fenbuconazole	97.9	101.3	150	propoxur	98.0	108.6				
71	Fenhexamid	88.0	86.6	151	Propoxycarbazone	66.7	85.1				
72	Fenobucarb	95.9	105.2	152	Prosulfuron	79.0	143.6				
73	Fenoxaprop-ethyl	69.0	67.9	153	Pyraclostrobin	96.8	98.3				
74	Fenoxycarb	93.6	103.1	154	Pyrazolynate	89.1	101.2				
75	Fenpyroximate E	86.8	83.4	155	Pyrazosulfuron-ethyl	79.2	93.5				
76	Fenpyroximate Z	86.2	91.4	156	Pyrifthalid	91.7	96.1				
77	Fensulfothion	103.6	101.2	157	pyroquilon	93.7	95.2				
78	Ferimzone EandZ	90.2	94.6	158	Quinoclamine	80.2	87.0				
79	Flazasulfuron	75.6	91.0	159	Quizalofop-ethyl	85.1	87.2				
80	Florasulam	83.7	96.6	160	Silafiuofen	44.8	100.7				

* 添加回収率：n=2の平均値

* Spike回収率：最終試験溶液に農薬を添加し測定することで、機器分析におけるマトリックス効果を確認。

* 絶対検量線を使用 回収率30%未満は スタンダードピークなしは 回収率150%以上は