

日本梨 (ギ酸メタノール使用)

AUTO-LC

前処理フロー

試料 10g

- 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 (無水硫酸マグネシウム) 4g

撹拌 (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
LC法: 10分/検体

分取 1 mL

固相 C18-30 mg+PSA-30 mg: 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

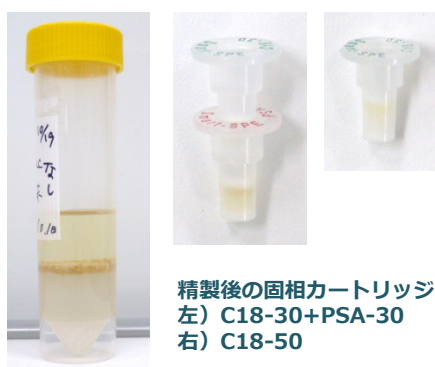
定容 (4mL, 水で調製: 4倍希釈)

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)

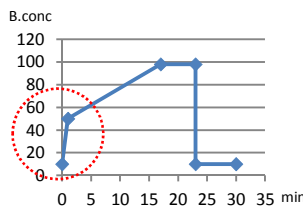
- 添加濃度 (試料中): 10ppb
- 最終バイアル中濃度: 2.5ppb
- 農薬: 関東MIX-53, 54, 55, 58, 45
(2ppmMIX/MeOHを作成)
: 64種のGC対象高極性農薬
(2ppmMIX/アセトニトリルを作成)
- 検量線:
 - ・ 絶対、直線検量線
 - ・ 1点: 2.5ppb
農薬混合標準溶液 (アセトニトリル: 80%メタノール/
水: 0.4%ギ酸メタノール: 水 = 1:1:1:1)
- 測定: sMRM測定 (1チャンネル/成分)



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: 88.0%
脂質: 0.1%
脂肪酸: 0.00%

特記事項: 特になし
やや酸性だがpH調整なし

梨は花おち、芯および果梗の基部を除去したものを、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

考察

Positive、Negative測定農薬ともに良好な結果が得られた。一部の農薬は感度が悪い、またはRetention TimeがずれたのかStandardのピークが確認できず、分析不可のものがあった。

株式会社アイスティサイエンス

〒640-8341
和歌山市黒田120-6アソト黒田2F
TEL. 073-475-0033
FAX. 073-497-5011
www.aisti.co.jp

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	88.1	76.6	81	Fluridone	96.0	88.8	161	Tebuthiuron	90.1	85.6
2	3-Hydroxycarbofuran	93.3	74.8	82	Flusilazole	99.0	86.4	162	Teflubenzuron	97.6	94.4
3	Abamectin	92.6	91.5	83	Flutriafol	89.4	80.2	163	terbacil	-	-
4	Acephate	79.7	76.1	84	Foramsulfuron	71.4	76.8	164	Tetrachlorvinphos	94.1	86.4
5	Acetamiprid	84.0	72.1	85	Forchlorfenuron	84.5	82.1	165	Tetraconazole	81.6	59.2
6	Acibenzolar-S-methyl	88.3	90.1	86	Fosthiazate	103.1	80.3	166	Thiabendazole	72.8	74.0
7	Aldicarb	103.4	103.8	87	Furametpyr	91.8	86.3	167	Thiacloprid	51.5	52.2
8	Aldoxycarb	86.3	82.5	88	Furathiocarb	96.1	87.3	168	Thiamethoxam	96.2	86.3
9	Anilofos	88.3	84.6	89	Halosulfuron-methyl	-	-	169	Thidiazuron	87.8	80.6
10	Aramite	103.9	92.9	90	Haloxypop	-	-	170	Thifensulfuron-methyl	73.8	80.3
11	atrazine	98.8	91.8	91	Hexaconazole	97.4	92.2	171	Thiodicarb	102.2	95.3
12	Azamectiphos	84.4	83.9	92	Hexaflumuron	93.2	102.8	172	Tralkoxydim	88.8	76.5
13	Azimsulfuron	70.1	51.3	93	hexazinon	92.1	85.4	173	Triadimenol	98.9	92.7
14	Azinphos-methyl	91.2	95.9	94	Hexythiazox	95.7	94.5	174	Triasulfuron	101.5	103.1
15	Azoxystrobin	99.9	91.0	95	Imazalil	86.7	81.5	175	Tricyclazole	88.0	77.9
16	Bendiocarb	94.4	87.6	96	imazamethabenz-methyl	96.5	86.4	176	Tridemorph E	83.8	90.4
17	Bensulfuron-methyl	104.3	88.3	97	Imazaquin	-	-	177	Tridemorph Z	76.8	94.1
18	Benzofenap	100.9	102.0	98	Imazosulfuron	-	-	178	Trifloxysulfuron	92.6	83.4
19	Bitertanol	116.0	108.5	99	Imibenconazole	104.8	92.2	179	Triflumuron	100.9	88.3
20	Boscalid	96.5	89.2	100	Imidacloprid	118.8	99.7	180	Trifluzamide	95.1	80.1
21	bromacil	109.7	83.7	101	Indanofan	92.8	82.5	181	Triticonazole	98.8	102.9
22	Butafenacil	98.8	94.7	102	Indoxacarb	81.1	94.5	182	XMC	102.0	90.6
23	Carbaryl	96.9	88.2	103	Iodosulfuron-methyl	-	-				
24	Carbofuran	91.9	85.4	104	Iprodione	-	-		Negative		
25	carboxin	-	-	105	Iprovalicarb	93.4	90.4	1	2-4-D	63.5	70.7
26	Carpropamide	93.0	90.3	106	Isopropcarb	99.3	89.2	2	2-4-DP (Dichlorprop)	89.3	73.2
27	Chloridazon	70.6	63.2	107	Isoxaflutole	90.4	79.0	3	4-Chlorophenoxyacetic acid	73.6	83.1
28	Chlorimuron-ethyl	-	-	108	Lactofen	95.5	91.0	4	Acifluorfen	92.1	80.0
29	Chlorsulfuron	0.0	0.0	109	Lenacil	92.4	77.9	5	Bromoxynil	86.6	89.8
30	Chlorxuron	97.8	93.7	110	Linuron	96.9	93.1	6	Cloprop	89.2	91.7
31	Chromafenozide	99.3	93.9	111	Lufuron	94.7	100.4	7	Cyclanilide	52.1	31.4
32	Cinosulfuron	78.5	80.2	112	Mepanipyrim	104.1	91.7	8	Dichlorprop	87.9	71.7
33	Clofencet	-	-	113	Mesosulfuron-methyl	90.8	88.6	9	Dicloran	84.7	89.6
34	Clofentezine	83.4	78.7	114	Methabenzthiazuron	94.5	88.6	10	Dimethipin	95.2	105.4
35	Clomeprop	97.0	83.6	115	Methamidophos	76.5	79.3	11	Fluroxypyr	63.6	76.9
36	Cloquintocet-mexyl	97.4	92.8	116	Methiocarb	95.4	91.2	12	Fomesafen	108.0	94.2
37	Cloransulam-methyl	-	-	117	Methomyl	84.5	73.4	13	Formothion	-	-
38	Clothianidin	99.3	90.0	118	Methoxyfenozide	98.2	93.7	14	Gibberellin	85.1	86.3
39	Cumyruon	90.2	86.2	119	Metosulam	83.0	99.2	15	Hexaflumuron	81.3	78.0
40	cyanazine	86.4	81.2	120	Metsulfuron-methyl	97.5	87.3	16	Ioxynil	82.7	84.9
41	Cycloate	98.9	93.7	121	mevinphosE	97.5	94.0	17	Lufuron	86.0	87.8
42	Cyclosulfamuron	96.9	103.3	122	mevinphosZ	97.3	87.4	18	MCPA	73.8	68.7
43	Cyflufenamide	90.6	90.8	123	monocrotophos	78.4	71.9	19	MCPB	90.9	96.1
44	Cyproconazole-1	92.7	63.8	124	Monolinuron	96.6	101.1	20	MCPP (Mecoprop)	83.6	76.2
45	Cyproconazole-2	92.7	63.8	125	Myclobutanil	94.7	79.3	21	Methoxyfenozide	92.0	88.6
46	Cyprodinil	94.7	91.6	126	Naproanilide	93.3	88.8	22	Naphthaleneacetic acid	103.8	116.6
47	DDVP	95.5	79.4	127	Naptalam	-	-	23	Naproanilide	86.7	84.2
48	Di-allate	96.4	96.4	128	Norflurazon	91.6	87.7	24	Norflurazon	102.8	84.2
49	Dichlosulam	-	-	129	Novaluron	90.5	89.4	25	Oryzalin	97.6	89.4
50	Diclomazine	91.9	87.9	130	oxadixyl	97.1	92.7	26	Thidiazuron	90.4	90.4
51	Diclotopos	88.4	79.7	131	Oxamyl	90.5	79.1	27	Triclopyr	68.8	57.3
52	Difenoconazole	84.5	85.4	132	Oxaziclofene	92.5	87.0	28	Trifluzamide	98.1	88.0
53	Diflubenzuron	85.0	71.9	133	Oxycarboxin	80.9	83.4				
54	Dimethirimol	87.5	84.1	134	Pencycuron	91.2	86.5				
55	Dimethoate	104.5	89.6	135	Penoxsulam	-	-				
56	DimethomorphE	93.9	88.4	136	Phenmedipham	93.3	86.6				
57	DimethomorphZ	87.6	87.9	137	PhosphamidoneE	104.9	94.0				
58	Dimeton-s-methyl	110.6	98.7	138	PhosphamidoneZ	100.8	87.8				
59	Diuron	95.2	87.9	139	Primicarb	98.4	93.7				
60	Dymron	98.0	93.3	140	Propaquizafop	104.4	95.2				
61	Epoxiconazole	94.4	93.6	141	propoxur	101.8	91.5				
62	Ethametsulfuron-methyl	75.9	75.0	142	Propoxycarbazono	-	-				
63	Ethoxysulfuron	-	-	143	Pyraclostrobin	100.3	90.6				
64	Fenamidone	93.1	87.8	144	Pyrazolynate	86.6	88.9				
65	Fenamiphos	94.6	63.6	145	Pyrazosulfuron-ethyl	5.4	14.3				
66	Fenbuconazole	97.2	81.4	146	Pyriotalid	102.5	95.5				
67	Fenhexamid	103.4	97.0	147	pyroquilon	97.2	88.2				
68	Fenobucarb	98.3	88.0	148	Quinoclamine	86.0	85.7				
69	Fenoxaprop-ethyl	112.4	125.6	149	Quizalofop-ethyl	98.1	92.4				
70	Fenoxycarb	86.2	88.0	150	Silafuofen	14.9	91.0				
71	Fenpyroximate E	90.0	88.7	151	Simazine	87.1	71.4				
72	Fenpyroximate Z	89.2	89.5	152	Simeconazole	90.0	93.7				
73	Fensulfthion	91.6	84.7	153	Simetorin	100.6	90.7				
74	Ferimzone EandZ	91.2	91.1	154	Spinosyn A	74.4	78.8				
75	Flazasulfuron	63.1	82.9	155	Spinosyn D	76.6	93.7				
76	Florasulam	5.4	7.5	156	Spiroxamine-A	-	-				
77	Fluazifop	-	-	157	Spiroxamine-B	-	-				
78	Flufenacet	97.4	94.2	158	Sulfentrazone	93.2	105.7				
79	Flufenoxuron	98.5	91.9	159	Sulfosulfuron	0.0	0.0				
80	Flumetsulam	97.8	99.2	160	Tebufenozide	107.8	92.4				

* 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