

# トマト (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
- MgSO<sub>4</sub> (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 (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

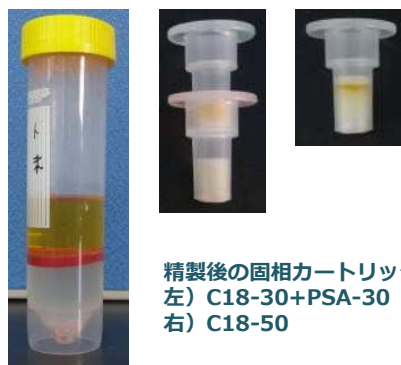
定容 (4mL, 水で調製: 4倍希釈)

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)

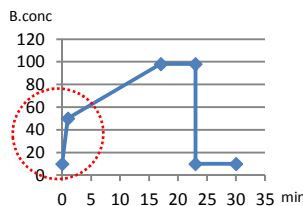
- 添加濃度 (試料中): 10ppb
- 最終バイアル中濃度: 2.5ppb
- 農薬: 林純薬PL2005 MIX-4,5,6,7,8,9,10  
(2ppmMIX/アセトニトリルを作成)  
: 林純薬 STQ法用極性56種 (新製品)  
(2ppmMIX/アセトニトリルを作成)
- 検量線:
  - ・ 絶対、直線検量線
  - ・ 1点: 2.5ppb
  - 農薬混合標準溶液 (アセトニトリル: 80%メタノール/水: 0.4%ギ酸メタノール: 水 = 1:1:1:1)
- 測定: sMRM測定 (1チャンネル/成分)



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

## 考察

Positive、Negative測定農薬ともに概ね良好な結果が得られた。

遠心分離後にアセトニトリル層を分取する際は、PPチューブを大きく傾けると試料層が薄いため崩れ、水層と混ざることがあるため注意すること。



STQ-L200  
For STQ Method

## Sample



## Information

水分: 94.0%  
脂質: 0.1%  
脂肪酸: 0.05%

特記事項: 特になし  
やや酸性だがpH調整なし

トマトはへたを除去したものを、フードプロセッサで細切。

## 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

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	71.6	84.0	81	Fluazifop	90.0	97.1	161	Simazine	83.6	92.7
2	3-OH-carbofuran	76.6	99.6	82	Flufenacet	85.5	85.4	162	Simeconazole	96.1	90.6
3	Abamectin	77.9	96.6	83	Flufenoxuron	86.4	91.4	163	Simetryn	90.2	91.7
4	Acephate	67.1	79.0	84	Flumetsulam	101.6	124.5	164	Spinosyn A	70.3	86.8
5	Acetamidiprid	69.0	77.1	85	Fluridone	88.0	93.2	165	Spinosyn D	62.4	77.8
6	Acibenzolar-S-methyl	88.4	89.4	86	Flusilazole	90.6	84.4	166	Spiroxamine-AandB	80.8	90.8
7	Aldicarb	63.9	126.8	87	Flutriafol	102.3	100.4	167	Sulfentrazone	88.0	89.3
8	Aldoxycarb	79.2	87.0	88	Foramsulfuron	104.7	117.8	168	Sulfosulfuron	61.1	94.6
9	Anilofos	86.1	92.0	89	Forchlorfenuron	85.8	95.3	169	TCMTB	95.3	97.5
10	Aramite	94.1	112.1	90	Fosthiazate1and2	89.0	90.3	170	Tebufenozide	85.4	89.9
11	atrazine	85.9	90.2	91	Furametpyr	87.0	99.9	171	Tebuthiuron	81.5	89.4
12	Azafenidin	92.9	87.2	92	Furathiocarb	89.7	100.5	172	Teflubenzuron	111.5	120.9
13	Azamethiphos	87.1	84.4	93	Halosulfuron-methyl	58.1	69.7	173	terbacil	-	-
14	Azimsulfuron	103.7	113.5	94	Haloxifyop	83.1	95.6	174	Tetrachlorvinphos	80.4	88.6
15	Azinphos-methyl	0.0	136.3	95	Hexaconazole	90.1	109.5	175	Tetraconazole	72.4	65.1
16	Azoxystrobin	93.5	103.4	96	Hexaflumuron	117.2	125.3	176	Thiabendazole	69.5	74.2
17	Bendiocarb	93.9	90.7	97	hexazinon	84.4	92.1	177	Thiacloprid	82.5	84.6
18	Bensulfuron-methyl	97.8	100.1	98	Hexythiazox	86.6	96.0	178	Thiamethoxam	72.6	82.2
19	Benzofenap	81.9	90.3	99	Imazalil	71.9	74.5	179	Thidiazuron	91.4	109.9
20	Bitertanol	86.5	99.1	100	imazamethabenz-methyl	89.6	94.6	180	Thifensulfuron-methyl	148.2	182.8
21	Boscalid	90.9	87.7	101	Imazaquin	79.3	93.8	181	Thifluzamide	92.7	101.2
22	Bromacil	65.2	91.1	102	Imazosulfuron	68.5	103.5	182	Thiodicarb	96.6	85.7
23	Butafenacil	83.8	100.5	103	Imibenconazole	105.4	110.4	183	Tolfenpyrad	90.1	90.8
24	Carbaryl	81.3	96.5	104	Imidacloprid	71.9	95.6	184	Tralkoxydim	77.6	69.9
25	Carbofuran	78.2	90.0	105	Indanofan	92.8	109.1	185	Triadimenol	77.3	90.5
26	carboxin	85.2	87.2	106	Indoxacarb	77.0	81.9	186	Triasulfuron	88.7	101.3
27	Carpropamide	84.3	93.2	107	Iodosulfuron-methyl	89.3	105.1	187	Tribenuron methyl	88.5	96.2
28	Chloridazon	69.1	68.6	108	Iprodion	153.8	162.4	188	Tricyclazole	93.1	89.6
29	Chlorimuron-ethyl	101.2	104.6	109	Iprovalicarb	78.3	97.0	189	Tridemorph E	78.4	94.3
30	Chlorsulfuron	109.4	116.1	110	Isoprocarb	88.7	93.7	190	Tridemorph Z	73.1	92.3
31	Chlorxuron	91.9	93.8	111	Isoxaflutole	128.4	124.7	191	Trifloxysulfuron	97.4	99.8
32	Chromafenozide	97.4	101.9	112	isoxathion-oxon	90.0	79.9	192	Triflurufenon	91.6	105.8
33	Cinosulfuron	106.4	96.4	113	Lactofen	77.6	95.7	193	Triflusulfuron methyl	96.8	105.3
34	Clodinafop acid	74.6	87.8	114	Lenacil	81.0	85.7	194	Triticonazole	95.0	94.4
35	Clofentezine	88.9	91.7	115	Linuron	90.3	103.8	195	XMC	93.6	103.0
36	Clomeprop	95.6	97.5	116	Lufenuron	98.4	110.8	<b>Negative</b>			
37	Cloquintocet-mexyl	88.0	93.0	117	Mepanipyrim	75.1	72.2	12-4-D	78.6	106.2	
38	Cloransulam-methyl	85.5	89.8	118	Mesosulfuron-methyl	103.4	124.5	22-4-DP (Dichlorprop)	78.2	95.0	
39	Clothianidin	78.7	79.3	119	Methabenzthiazuron	95.9	101.3	34-Chlorophenoxyacetic acid	75.0	97.1	
40	Cumyruon	90.2	95.1	120	Methamidophos	78.6	94.9	4Acifluorfen	68.8	90.2	
41	cyanazine	85.5	86.9	121	Methiocarb	76.5	90.1	5Bromoxynil	76.0	90.8	
42	Cyazofamid	84.4	107.0	122	Methomyl	77.1	88.5	6Cloprop	85.6	94.9	
43	Cycloate	70.8	77.2	123	Methoxyfenozide	93.7	88.9	7Cyclanilide	78.0	91.3	
44	Cycloprothrin	65.1	61.7	124	Metosulam	98.3	106.5	8Dicloran	91.8	102.4	
45	Cyclosulfamuron	85.8	101.6	125	Metsulfuron-methyl	138.8	149.1	9Dimethipin	83.1	84.0	
46	Cyflufenamide	93.7	103.5	126	mevinphosE	81.7	81.8	10Fluroxypyr	64.2	90.1	
47	Cyproconazole-1	99.9	104.4	127	mevinphosZ	95.1	98.7	11Fomesafen	93.9	105.7	
48	Cyproconazole-2	90.9	88.2	128	monocrotophos	75.3	84.5	12Formothion	-	-	
49	Cyprodinil	90.4	97.3	129	Monolinuron	86.7	98.8	13Gibberellin	86.6	107.0	
50	DDVP	94.1	96.4	130	Myclobutanil	87.8	86.2	14Hexaflumuron	83.0	88.8	
51	demeton-S-methyl	100.6	110.1	131	Naproanilide	86.0	95.3	15Ioxynil	73.2	91.5	
52	Di-allate	106.5	101.6	132	Naptalam	73.7	74.2	16Lufenuron	77.8	81.5	
53	Dichlosulam	76.7	89.0	133	Norflurazon	79.8	81.2	17MCPA	78.5	96.1	
54	Diclomezine	67.7	82.3	134	Novaluron	101.8	101.0	18MCPB	86.8	87.3	
55	Diclotopos	86.1	92.7	135	omethoate	70.2	75.7	19MCPP (Mecoprop)	88.9	98.2	
56	Difenoconazole1and2	95.7	96.9	136	oxadixyl	79.9	75.5	20Methoxyfenozide	89.2	93.0	
57	Diflubenazuron	90.4	88.8	137	Oxamyl	96.2	105.9	21Naphthaleneacetic acid	86.1	106.5	
58	Dimethirimol	89.0	92.7	138	Oxaziclonemefone	85.3	96.3	22Naproanilide	78.8	78.4	
59	Dimethoate	82.6	82.2	139	Oxycarboxin	81.0	93.3	23Norflurazon	76.7	74.7	
60	DimethomorphE	88.8	96.0	140	Pencycuron	79.2	87.7	24Oryzalin	83.3	88.1	
61	DimethomorphZ	87.0	94.7	141	Penoxsulam	74.5	97.5	25Thidiazuron	89.4	100.7	
62	Dimeton-s-methyl	100.6	100.3	142	Pentoxazone	90.4	90.5	26Triclopyr	78.6	121.0	
63	Diuron	83.7	87.0	143	Phenmedipham	87.2	76.9	27Trifluzamide	80.2	85.5	
64	Dymuron	89.7	102.5	144	PhosphamidoneE	88.7	87.7				
65	Epoxiconazole	90.5	84.4	145	PhosphamidoneZ	83.3	81.0				
66	Ethametsulfuron-methyl	111.2	93.8	146	Primicarb	90.6	93.2				
67	Ethoxysulfuron	79.6	85.6	147	Primisulfuron methyl	82.3	89.5				
68	Fenamidone	93.0	98.5	148	prohydrojasmon1and2	84.2	91.9				
69	Fenamiphos	85.1	91.1	149	Propaquizafop	81.2	90.9				
70	Fenbuconazole	81.5	83.9	150	propoxur	113.3	99.6				
71	Fenhexamid	99.4	120.9	151	Propoxycarbazone	94.7	134.6				
72	Fenobucarb	81.1	93.8	152	Prosulfuron	138.4	130.3				
73	Fenoxaprop-ethyl	-	-	153	Pyraclostrobin	84.5	84.4				
74	Fenoxycarb	82.9	89.1	154	Pyrazolynate	81.8	85.4				
75	Fenpyroximate E	89.3	90.7	155	Pyrazosulfuron-ethyl	85.1	100.4				
76	Fenpyroximate Z	78.8	89.1	156	Pyrifitalid	84.5	95.8				
77	Fensulfothion	85.6	94.1	157	pyroquilon	80.8	87.0				
78	Ferimzone EandZ	84.9	90.7	158	Quinoclamine	79.0	97.0				
79	Flazasulfuron	111.0	141.1	159	Quizalofop-ethyl	81.6	90.4				
80	Florasulam	97.3	99.1	160	Silafluofer	41.6	109.4				

\* 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