

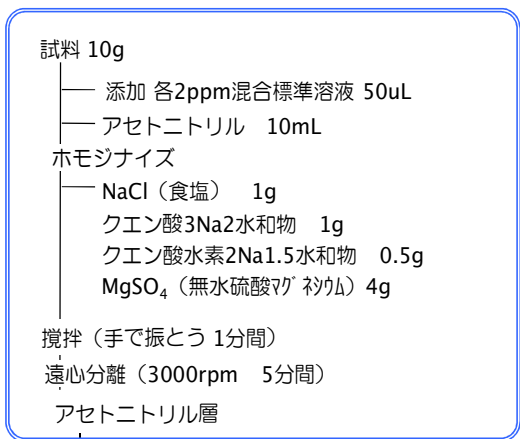
# レタス (ギ酸メタノール使用)

# MANUAL-LC



**STQ-KIT**  
For STQ Method

## 前処理フロー



分取 1 mL

**Smart-SPE 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

**Smart-SPE 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

### 手作業による添加回収試験(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)

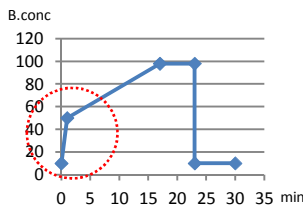


精製後の固相カートリッジ  
左) C18-30+PSA-30  
右) C18-50

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

## Sample



## Information

水分 : 95.9%  
脂質 : 0.1%  
脂肪酸 : 0.04%

レタスは外側変質葉及びしんを除去したものを、フードプロセッサで細切。

**AISTI SCIENCE**

## Product

Smart-SPE C18-30  
Smart-SPE C18-50  
Smart-SPE PSA-30

## 考察

測定可能であったほとんどの農薬でイオン化阻害は認められず、概ね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つた。

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](http://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	78.7	78.2	81	Fluridone	95.0	94.9	161	Tebuthiuron	62.9	62.5
2	3-Hydroxycarbofuran	99.8	65.6	82	Flusilazole	92.1	81.7	162	Teflubenzuron	71.8	105.5
3	Abamectin	78.8	92.9	83	Flutriafol	81.3	74.1	163	terbacil	-	-
4	Acephate	64.7	53.9	84	Foramsulfuron	97.0	95.9	164	Tetrachlorvinphos	90.9	89.3
5	Acetamiprid	90.6	84.0	85	Forchlorfenuron	81.8	79.9	165	Tetraconazole	107.0	81.6
6	Acibenzolar-S-methyl	69.0	96.5	86	Fosthiazate	81.4	71.7	166	Thiabendazole	78.4	75.0
7	Aldicarb	81.6	85.1	87	Furametpyr	88.5	92.2	167	Thiacloprid	83.3	83.6
8	Aldoxycarb	76.2	75.5	88	Furathiocarb	85.6	84.2	168	Thiamethoxam	71.0	77.9
9	Anilofos	87.6	85.2	89	Halosulfuron-methyl	-	-	169	Thidiazuron	76.1	82.8
10	Aramite	88.4	88.1	90	Haloxifyop	-	-	170	Thifensulfuron-methyl	75.7	78.3
11	atrazine	94.5	90.8	91	Hexaconazole	81.2	78.4	171	Thiodicarb	55.9	80.7
12	Azamethiphos	96.2	96.8	92	Hexaflumuron	81.0	87.0	172	Tralkoxydim	83.1	81.5
13	Azimsulfuron	76.1	80.9	93	hexazinon	96.5	89.4	173	Triadimenol	94.3	87.6
14	Azinphos-methyl	84.7	85.4	94	Hexythiazox	67.4	69.9	174	Triasulfuron	109.9	105.0
15	Azoxystrobin	85.0	88.6	95	Imazalil	85.9	88.6	175	Tricyclazole	84.9	81.9
16	Bendiocarb	89.1	90.1	96	imazamethabenz-methyl	85.8	78.4	176	Tridemorph E	78.0	87.4
17	Bensulfuron-methyl	81.8	93.9	97	Imazaquin	0.0	0.0	177	Tridemorph Z	84.5	91.0
18	Benzofenap	91.3	95.0	98	Imazosulfuron	-	-	178	Trifloxysulfuron	100.4	95.5
19	Bitertanol	103.3	102.1	99	Imibenconazole	73.4	79.1	179	Triflumuron	85.9	87.2
20	Boscalid	94.2	92.1	100	Imidacloprid	89.6	85.4	180	Trifluzamide	76.3	84.7
21	bromacil	118.1	90.6	101	Indanofan	87.9	83.6	181	Triticonazole	87.7	88.1
22	Butafenacil	91.6	90.2	102	Indoxacarb	98.1	87.6	182	XMC	100.3	88.8
23	Carbaryl	69.9	66.3	103	Iodosulfuron-methyl	-	-				
24	Carbofuran	92.2	97.2	104	Iprodione	-	-				
25	carboxin	-	-	105	Iprovalicarb	89.1	86.5	1	2-4-D	88.0	90.9
26	Carpropamide	81.2	83.8	106	Isoprocarb	92.5	89.8	2	2-4-DP (Dichlorprop)	73.0	69.5
27	Chloridazon	78.8	83.3	107	Isoxaflutole	81.8	83.3	3	4-Chlorophenoxyacetic acid	89.7	99.4
28	Chlorimuron-ethyl	-	-	108	Lactofen	81.5	84.5	4	Acifluorfen	80.7	83.2
29	Chlorsulfuron	83.8	62.3	109	Lenacil	90.5	84.1	5	Bromoxynil	90.5	87.9
30	Chlorxuron	82.0	81.1	110	Linuron	95.7	94.2	6	Clopprop	93.0	90.1
31	Chromafenozide	88.1	88.6	111	Lufenuron	78.4	80.5	7	Cyclanilidop	38.0	40.5
32	Cinosulfuron	92.7	89.2	112	Mepanipyrim	78.9	83.0	8	Dichlorprop	73.0	69.5
33	Clofencet	-	-	113	Mesosulfuron-methyl	96.5	91.9	9	Dicloran	72.4	47.1
34	Clofentezine	95.5	82.8	114	Methabenzthiazuron	89.0	85.3	10	Dimethipin	89.4	87.5
35	Clomeprop	84.2	81.2	115	Methamidophos	81.1	86.9	11	Fluroxypyr	86.4	88.0
36	Cloquintocet-mexyl	83.5	85.0	116	Methiocarb	86.2	87.5	12	Fomesafen	112.2	113.6
37	Cloransulam-methyl	-	-	117	Methomyl	94.4	75.1	13	Formothion	-	-
38	Clothianidin	89.8	78.7	118	Methoxyfenozide	90.3	92.8	14	Gibberellin	98.3	96.5
39	Cumyruuron	88.1	85.7	119	Metosulam	93.2	96.3	15	Hexaflumuron	91.4	86.2
40	cyanazine	87.9	81.4	120	Metsulfuron-methyl	89.7	90.9	16	Ioxynil	86.9	87.9
41	Cycloate	80.9	92.7	121	mevinphosE	92.8	94.7	17	Lufenuron	84.5	83.5
42	Cycloclafamuron	83.6	86.3	122	mevinphosZ	97.2	85.8	18	MCPA	69.6	76.7
43	Cyflufenamide	88.2	86.5	123	monocrotophos	85.0	80.3	19	MCPB	106.5	98.0
44	Cyproconazole-1	88.8	78.4	124	Monolinuron	96.0	93.5	20	MCPP (Mecoprop)	69.5	72.6
45	Cyproconazole-2	88.8	78.4	125	Myclobutanil	94.6	88.7	21	Methoxyfenozide	94.0	90.2
46	Cyprodinil	90.1	89.2	126	Naproanilide	84.0	81.3	22	Naphthaleneacetic acid	69.6	80.4
47	DDVP	97.3	88.2	127	Naptalam	-	-	23	Naproanilide	86.7	87.6
48	Di-allate	96.4	77.8	128	Norflurazon	97.2	86.2	24	Norflurazon	87.1	81.9
49	Dichlosulam	-	-	129	Novaluron	85.7	85.2	25	Oryzalin	94.3	89.3
50	Diclomezine	97.1	88.2	130	oxadixyl	93.4	93.0	26	Thidiazuron	91.1	87.7
51	Diclotopos	99.3	90.3	131	Oxamyl	78.8	78.3	27	Triclopyr	60.6	62.7
52	Difenconazole	80.1	82.3	132	Oxaziclomefone	83.7	87.6	28	Trifluzamide	99.1	91.4
53	Diflubenzuron	69.2	72.7	133	Oxycarboxin	85.2	90.8				
54	Dimethirimol	84.4	84.9	134	Pencycuron	85.2	87.1				
55	Dimethoate	85.3	82.5	135	Penoxsulam	-	-				
56	DimethomorphE	97.9	94.8	136	Phenmedipham	81.5	86.6				
57	DimethomorphZ	87.4	84.7	137	PhosphamidoneE	99.4	91.5				
58	Dimeton-s-methyl	89.7	98.3	138	PhosphamidoneZ	105.1	66.2				
59	Diuron	88.5	82.1	139	Primicarb	89.0	86.6				
60	Dymuron	86.9	88.3	140	Propaquizafop	62.5	84.9				
61	Epoxiconazole	91.6	86.7	141	propoxur	95.7	90.8				
62	Ethamsulfuron-methyl	77.9	89.6	142	Propoxycarbazono	-	-				
63	Ethoxysulfuron	-	-	143	Pyraclostrobin	89.3	90.2				
64	Fenamidone	84.7	81.9	144	Pyrazolynate	89.1	86.4				
65	Fenamiphos	72.0	70.7	145	Pyrazosulfuron-ethyl	32.5	30.0				
66	Fenbuconazole	86.0	92.5	146	Pyritalid	89.0	87.7				
67	Fenhexamid	87.4	87.8	147	pyroquilon	79.4	73.3				
68	Fenobucarb	86.5	85.5	148	pyroclamine	69.0	73.0				
69	Fenoxaprop-ethyl	99.6	127.7	149	Quizalofop-ethyl	80.0	78.3				
70	Fenoxycarb	91.9	85.4	150	Silafluofen	12.9	88.7				
71	Fenpyroximate E	67.8	74.7	151	Simazine	83.9	80.4				
72	Fenpyroximate Z	68.3	73.7	152	Simeconazole	76.4	75.2				
73	Fensulfothion	91.1	93.1	153	Simetorin	90.8	85.0				
74	Ferimzone EandZ	85.1	84.1	154	Spinosyn A	81.9	85.5				
75	Flazasulfuron	70.7	85.7	155	Spinosyn D	80.8	86.9				
76	Florasulam	83.2	88.6	156	Spiroxamine-A	-	-				
77	Fluazifop	-	-	157	Spiroxamine-B	-	-				
78	Flufenacet	93.9	89.2	158	Sulfentrazone	92.9	76.7				
79	Flufenoxuron	71.5	81.1	159	Sulfosulfuron	34.6	28.8				
80	Flumetsulam	82.2	85.1	160	Tebufenozide	85.7	89.7				

\* 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