

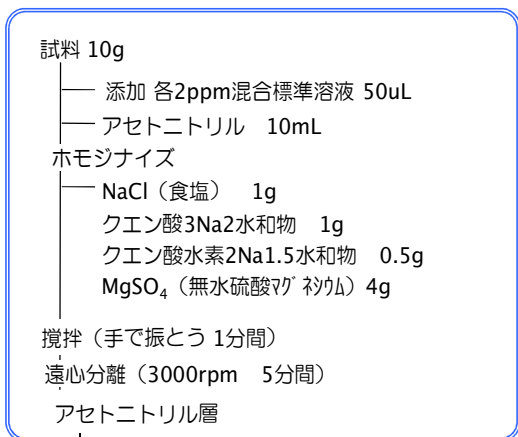
# 日本梨 (ギ酸メタノール使用)

# MANUAL-LC



**STQ-KIT**  
For STQ Method

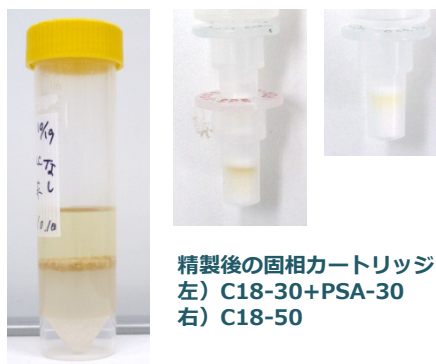
## 前処理フロー



## 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)



遠心分離後の状態

## Sample



## Information

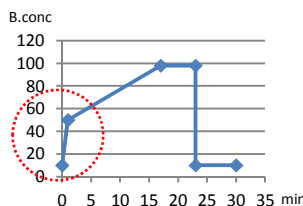
水分 : 88.0%  
脂質 : 0.1%  
脂肪酸 : 0.00%

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、フードプロセッサで細切。

## 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。

**AISTI SCIENCE**

## Product

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	95.1	85.7	81	Fluridon	92.4	89.5	161	Tebuthiuron	85.9	85.5
2	3-Hydroxycarbofuran	117.1	114.2	82	Flusilazole	82.8	83.7	162	Teflubenzuron	66.8	93.9
3	Abamectin	73.2	94.2	83	Flutriafol	86.6	85.1	163	terbacil	-	-
4	Acephate	82.2	80.8	84	Foramsulfuron	99.5	104.6	164	Tetrachlorvinphos	90.1	84.8
5	Acetamidrid	90.3	81.2	85	Forchlorfenuron	84.5	82.1	165	Tetraconazole	72.7	66.8
6	Acibenzolar-S-methyl	87.5	94.6	86	Fosthiazate	83.0	88.6	166	Thiabendazole	82.8	87.1
7	Aldicarb	89.9	93.2	87	Furametpyr	93.2	93.9	167	Thiacloprid	78.1	83.5
8	Aldoxycarb	62.3	71.5	88	Furathiocarb	86.3	93.8	168	Thiamethoxam	81.0	79.5
9	Anilofos	78.5	82.4	89	Halosulfuron-methyl	-	-	169	Thidiazuron	83.9	76.4
10	Aramite	95.7	92.1	90	Haloxyfop	-	-	170	Thifensulfuron-methyl	108.4	98.6
11	atrazine	95.9	91.0	91	Hexaconazole	87.2	102.6	171	Thiodicarb	89.5	96.5
12	Azamephos	89.3	93.1	92	Hexaflumuron	63.2	82.0	172	Tralkoxydim	95.9	82.7
13	Azimsulfuron	117.0	111.3	93	hexazinon	91.6	88.1	173	Triadimenol	93.0	91.6
14	Azinphos-methyl	89.3	89.8	94	Hexythiazox	82.4	91.4	174	Triasulfuron	99.9	103.2
15	Azoxystrobin	90.8	93.1	95	Imazalil	80.6	80.6	175	Tricyclazole	87.3	87.8
16	Bendiocarb	89.3	93.1	96	imazamethabenz-methyl	90.4	87.4	176	Tridemorph E	85.3	92.5
17	Bensulfuron-methyl	92.3	82.8	97	Imazaquin	0.0	47.3	177	Tridemorph Z	85.8	89.9
18	Benzofenap	100.6	99.6	98	Imazosulfuron	-	-	178	Trifloxysulfuron	98.0	100.3
19	Bitertanol	90.6	99.6	99	Imibenconazole	89.7	80.3	179	Triflumuron	82.7	87.6
20	Boscalid	94.7	77.6	100	Imidacloprid	80.9	87.3	180	Trifluzamide	83.6	91.3
21	bromacil	82.1	57.6	101	Indanofan	85.1	82.9	181	Triticonazole	84.8	97.9
22	Butafenacil	92.8	93.4	102	Indoxacarb	82.4	82.0	182	XMC	97.2	95.6
23	Carbaryl	92.2	94.2	103	Iodosulfuron-methyl	-	-				
24	Carbofuran	94.0	91.5	104	Iprodione	-	-				
25	carboxin	-	-	105	Iprovalicarb	90.0	89.9				
26	Carpropamide	82.9	91.9	106	Isoprocarb	100.6	91.1				
27	Chloridazon	76.7	74.6	107	Isoxaflutole	82.9	85.2				
28	Chlorimuron-ethyl	-	-	108	Lactofen	87.6	90.1				
29	Chlorsulfuron	87.9	74.4	109	Lenacil	97.6	88.0				
30	Chlorxuron	91.7	99.2	110	Linuron	75.3	81.6				
31	Chromafenozide	94.0	95.7	111	Lufenuron	74.5	94.1				
32	Cinosulfuron	91.1	88.4	112	Mepanipyrim	87.2	92.3				
33	Clofencet	-	-	113	Mesosulfuron-methyl	90.7	102.6				
34	Clofentezine	67.4	66.1	114	Methabenthiazuron	88.6	91.5				
35	Cloomeprop	85.3	90.4	115	Methamidophos	78.8	85.6				
36	Cloquintocet-mexyl	87.0	89.7	116	Methiocarb	92.6	90.8				
37	Cloransulam-methyl	-	-	117	Methomyl	95.2	86.5				
38	Clothianidin	69.8	80.4	118	Methoxyfenozide	97.5	92.2				
39	Cumyruron	91.0	91.8	119	Metosulam	95.3	98.1				
40	cyazazine	97.7	96.3	120	Metsulfuron-methyl	99.4	97.9				
41	Cycloate	92.6	94.2	121	mevinphosE	93.6	87.2				
42	Cyclosulfamuron	89.0	82.4	122	mevinphosZ	87.5	89.6				
43	Cyflufenamide	86.2	90.0	123	monocrotophos	87.9	82.9				
44	Cyproconazole-1	84.0	88.6	124	Monolinuron	82.8	88.0				
45	Cyproconazole-2	84.0	88.6	125	Myclobutanil	99.3	90.1				
46	Cyprodinil	95.3	101.7	126	Napronilide	85.1	88.6				
47	DDVP	106.1	102.4	127	Naptalam	-	-				
48	Di-allate	77.2	92.9	128	Norflurazon	97.2	90.7				
49	Dichlosulam	-	-	129	Novaluron	85.6	94.4				
50	Diclomazine	79.7	88.2	130	oxadixyl	98.8	90.0				
51	Diclotopos	97.1	93.0	131	Oxamyl	77.4	81.3				
52	Difenoconazole	93.8	102.3	132	Oxaziclofene	83.8	85.0				
53	Diflubenzuron	70.3	84.4	133	Oxycarboxin	84.7	84.8				
54	Dimethirimol	85.2	86.9	134	Pencycuron	83.8	88.8				
55	Dimethoate	96.7	91.2	135	Penoxsulam	-	-				
56	DimethomorphE	84.3	78.8	136	Phenmedipham	83.5	89.4				
57	DimethomorphZ	83.5	89.9	137	PhosphamidoneE	106.1	100.4				
58	Dimeton-s-methyl	104.9	94.7	138	PhosphamidoneZ	93.9	98.1				
59	Diuron	96.0	95.6	139	Primicarb	94.7	92.3				
60	Dymuron	98.8	97.2	140	Propaquizafop	88.3	88.6				
61	Epoxiconazole	90.9	92.2	141	propoxur	99.3	93.9				
62	Ethametsulfuron-methyl	91.9	89.2	142	Propoxycarbazono	-	-				
63	Ethoxysulfuron	-	-	143	Pyraclostrobin	88.0	88.6				
64	Fenamidone	84.5	84.5	144	Pyrazolynate	89.4	92.2				
65	Fenamiphos	81.6	75.6	145	Pyrazosulfuron-ethyl	79.8	89.9				
66	Fenbuconazole	91.3	85.3	146	Pyriftalid	87.6	90.1				
67	Fenhexamid	87.5	88.8	147	pyroquilon	96.9	97.1				
68	Fenobucarb	89.2	93.4	148	Quinoclamine	94.1	91.9				
69	Fenoxaprop-ethyl	59.4	80.2	149	Quizalofop-ethyl	80.6	84.9				
70	Fenoxycarb	89.7	88.6	150	Silafluofen	8.2	93.6				
71	Fenpyroximate E	80.8	89.0	151	Simazine	81.2	82.6				
72	Fenpyroximate Z	81.5	88.8	152	Simeconazole	85.8	89.6				
73	Fensulfothion	99.0	93.8	153	Simetorin	97.6	94.0				
74	Ferimzone EandZ	89.7	93.7	154	Spinosyn A	81.0	88.4				
75	Flazasulfuron	105.4	100.0	155	Spinosyn D	83.9	91.3				
76	Florasulam	90.8	92.9	156	Spiroxamine-A	-	-				
77	Fluazifop	-	-	157	Spiroxamine-B	-	-				
78	Flufenacet	86.3	86.6	158	Sulfentrazone	81.0	96.8				
79	Flufenoxuron	83.0	86.9	159	Sulfosulfuron	80.3	100.8				
80	Flumetsulam	78.8	80.8	160	Tebufenozide	93.3	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