

残留農薬分析 テクニカルノート集

A COMPENDIUM OF
FOOD AND BEVERAGE
RELATED RESEARCH
APPLICATIONS



Contents

分析対象

野菜

3-14

ほうれん草

キャベツ

ジャガイモ

ニンジン

トマト

小松菜

果実

15-22

りんご

オレンジ

グレープフルーツ(GF)

甘夏

豆類・穀類

23-26

大豆

玄米

加工食品

27-32

お好み焼き

冷凍鶏唐揚

エビフライ弁当

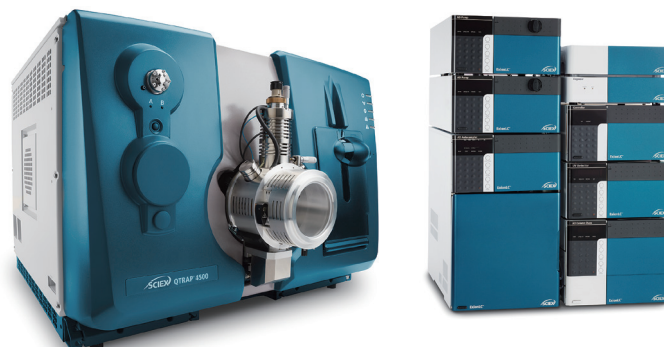
QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ AD を使用した農薬添加回収試験（ほうれん草）

QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ ADを使用した農薬添加回収試験の結果をご紹介します。

前処理は、ST-L300 自動精製装置（アイスティサイエンス社製）を使用して行いました。

サンプル情報

水分：92.4%
脂質：0.4%
脂肪酸：0.23%
タンパク質：2.2%
ほうれん草は予冷式ドライアイス凍結粉碎にて粉碎



サンプル前処理



Step 1	●試料 10g 採取
Step 2	●各2ppm 混合標準溶液 50μL, アセトニトリル 10mL
Step 3	●ホモジナイズ(12000 rpm 1分間)
Step 4	●NaCl(食塩) 1g ●クエン酸水素2Na1.5水和物0.5g ●クエン酸3Na2水和物1g ●MgSO4(無水硫酸マグネシウム)4g
Step 5	●攪拌(手で振とう1分間)
Step 6	●遠心分離(3500 rpm 5分間)
Step 7	●アセトニトリル層を試料瓶に分取

ST-L300 自動精製

Step 8	●抽出液(アセトニトリル) 0.5mL 分取
固相	●C18-50mg+PSA-30mg：精製
Step 9	●0.4% ギ酸含有-メタノール/水(8/2) 1mLで溶出
Step 10	●水 0.2mL 添加(自動混合)
固相	●C18-30mg：精製
Step 11	●メタノール/水(8/2) 0.3mLで溶出
Step 12	●溶出液を水で2mLに定容

添加回収試験

粉碎方法	予冷式ドライアイス凍結粉碎
添加濃度	試料中0.01 ppm(測定濃度 2.5 ppb)
標準溶液	PL2005 MIX-4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 STQ 法用農薬混合標準溶液(極性 53 種類混合) いずれも林純薬工業製
検量線	絶対検量線、一点検量線(2.5 ppb)
検量線希釈溶媒	下記①:②:③:④の混合液(5:10:3:2) ①アセトニトリル ②0.4% ギ酸含有-メタノール/水(8/2) ③メタノール/水(8/2) ④水
自動処理時間	約 10 分



LCメソッド

カラム	L-column2 ODS 2.1mm I.D.×150mm L. 粒子径 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
移動相 B	0.5mM 酢酸アンモニウム含有メタノール
流速	0.2mL/min 注入量 1μL
グラジエント条件 %B	10%→50%(0-1min [※]) ※アセフェートなどの高極性農薬のピーク形状が改善 98%(1-17min)→98%(17-23min)→10%(23-30min)
分析時間	30min(Pos/Neg スイッチング)



MSメソッド

イオン化モード	ESI Positive/Negative
イオンスプレー電圧	4500V/-4500V イオンソース温度 350℃
測定モード	sMRM(scheduled Multiple Reaction Monitoring)

Food and Beverage Testing



結果

No.	Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)	No.	Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)	No.	Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)
1	1-Naphthylacetamide	72	108	75	Fenpyroximate Z	70	82	149	Propaquizafop	93	96
2	3-OH-carbofuran	104	100	76	Fensulfothion	103	111	150	Propoxur	110	111
3	Abamectin	51	54	77	Ferimzone EandZ	103	104	151	Propoxycarbazone	42	104
4	Acephate	73	111	78	Flazasulfuron	89	101	152	Prosulfuron	63	122
5	Acetamidiprid	76	101	79	Florasulam	66	94	153	Pyraclostrobin	97	104
6	Acibenzolar-S-methyl	95	99	80	Fluazifop	97	109	154	Pyrazolynate	98	105
7	Aldicarb	92	104	81	Flufenacet	103	104	155	Pyrazosulfuron-ethyl	95	112
8	Aldoxycarb	101	172	82	Flufenoxuron	79	88	156	Pyrifthalid	110	105
9	Anilofos	99	100	83	Flumetsulam	70	114	157	Pyroquilon	80	100
10	Aramite	89	99	84	Fluridone	94	108	158	Quinoclamine	94	98
11	Atrazine	109	123	85	Flusilazole	98	105	159	Quinalfop-ethyl	89	102
12	Azafenidin	98	98	86	Flutriafol	89	106	160	Simazine	85	95
13	Azamethiphos	86	107	87	Foramsulfuron	115	93	161	Simeconazole	93	96
14	Azimsulfuron	69	89	88	Forchlorfenuron	89	103	162	Simetryn	100	106
15	Azinphos-methyl	105	109	89	Fosthiazate1and2	112	116	163	Spinosyn A	95	99
16	Azoxystrobin	99	101	90	Furametpyr	101	110	164	Spinosyn D	93	92
17	Bendiocarb	101	106	91	Furathiocarb	86	97	165	Spiroxamine-AandB	101	105
18	Bensulfuron-methyl	96	99	92	Halosulfuron-methyl	81	97	166	Sulfentrazone	98	100
19	Benzofenap	106	104	93	Haloxypop	98	111	167	Sulfosulfuron	110	124
20	Bitertanol	97	105	94	Hexaconazole	97	100	168	TCMTB	79	79
21	Boscalid	101	106	95	Hexaflumuron	98	127	169	Tebufenozide	99	103
22	Bromacil	75	105	96	Hexazinon	93	104	170	Tebuthiuron	88	105
23	Butafenacil	101	104	97	Hexythiazox	82	94	171	Teflubenzuron	89	110
24	Carbaryl	99	101	98	Imazalil	95	100	172	Tetrachlorvinphos	115	115
25	Carbofuran	96	108	99	Imazamethabenz-methyl	96	108	173	Tetraconazole	92	98
26	Carboxin	87	102	100	Imazaquin	82	104	174	Thiabendazole	89	102
27	Carpropamide	96	99	101	Imazosulfuron	74	101	175	Thiacloprid	56	105
28	Chloridazon	71	102	102	Imibenconazole	123	102	176	Thiamethoxam	79	122
29	Chlorimuron-ethyl	123	107	103	Imibenconazole debenzyl	74	135	177	Thidiazuron	85	111
30	Chlorsulfuron	74	96	104	Imidacloprid	97	109	178	Thifensulfuron-methyl	96	95
31	Chlorxuron	100	100	105	Indanofan	100	108	179	Thifluzamide	94	101
32	Chromafenozide	99	103	106	Indoxacarb	105	91	180	Thiodicarb	56	58
33	Cinosulfuron	103	111	107	Iodosulfuron-methyl	114	109	181	Tolfenpyrad	84	101
34	Clodinafop acid	63	111	108	Iprodion	117	104	182	Tralkoxydim	87	92
35	Clofentazine	93	104	109	Iprovalicarb	98	107	183	Triadimenol	86	100
36	Clomeprop	80	105	110	Isoprocab	93	102	184	Triasulfuron	100	105
37	Cloquintocet-mexyl	87	91	111	Isoxaflutole	89	93	185	Tricyclazole	80	108
38	Cloransulam-methyl	96	97	112	Isoxathion-oxon	77	77	186	Tridemorph E	100	101
39	Clotianidin	61	101	113	Lactofen	91	99	187	Tridemorph Z	95	95
40	Cumyruon	99	106	114	Lenacil	91	103	188	Trifloxysulfuron	103	102
41	Cyanazine	89	105	115	Linuron	104	111	189	Triflumuron	91	98
42	Cyazofamid	86	114	116	Lufenuron	65	87	190	Trifluzuron methyl	115	112
43	Cycloate	86	101	117	Mepanipyrim	103	96	191	Triticonazole	95	107
44	Cyclosulfamuron	88	98	118	Mesosulfuron-methyl	138	109	192	XMC	-	-
45	Cyflufenamide	97	103	119	Methabenzthiazuron	107	130	ネガティブモード対象成分			
46	Cyproconazole-1	97	95	120	Methamidophos	70	88	193	2,4-D	101	107
47	Cyproconazole-2	96	107	121	Methiocarb	96	98	194	2,4-DP (Dichlorprop)	109	113
48	Cyprodinil	94	106	122	Methomyl	116	134	195	4-Chlorophenoxyacetic acid	104	109
49	DDVP	107	119	123	Methoxyfenozide	99	107	196	Acifluorfen	97	100
50	Demeton-S-methyl	91	97	124	Metosulam	108	97	197	Bromoxynil	91	102
51	Di-allate	104	119	125	Metsulfuron-methyl	112	100	198	Cloprop	112	111
52	Dichlosulam	117	107	126	MevinphosE	89	114	199	Cyclanilide	97	103
53	Diclorfenezine	103	105	127	MevinphosZ	78	81	200	Dicloran	119	125
54	Diclotopos	89	101	128	Monocrotophos	96	93	201	Fluroxypyr	98	101
55	Difenoconazole1and2	100	114	129	Monolinuron	97	104	202	Fomesafen	113	103
56	Diffubenzuron	97	110	130	Myclobutanil	91	105	203	Gibberellin	76	109
57	Dimethirimol	101	110	131	Naproanilide	98	101	204	Hexaflumuron-n	95	104
58	Dimethoate	86	105	132	Naptalam	95	113	205	Ioxynil	90	90
59	DimethomorphE	103	112	133	Norflurazon	89	104	206	Lufenuron-n	94	92
60	DimethomorphZ	102	99	134	Novaluron	86	99	207	MCPA	108	107
61	Dimeton-s-methyl	96	110	135	Omethoate	78	113	208	MCPB	96	101
62	Diuron	95	107	136	Oxadixyl	107	121	209	MCPP (Mecoprop)	96	103
63	Dymuron	87	103	137	Oxamyl	84	109	210	Methoxyfenozide-n	94	106
64	Epoxiconazole	95	107	138	Oxaziclomefone	92	100	211	Naphthaleneacetic acid	96	97
65	Ethametsulfuron-methyl	100	104	139	Oxycarboxin	73	102	212	Naproanilide-n	99	106
66	Ethoxysulfuron	95	102	140	Pencycuron	94	104	213	Norflurazon-n	106	112
67	Fenamidone	103	104	141	Penoxsulam	111	97	214	Oryzalin	95	98
68	Fenamiphos	97	109	142	Pentoxazone	56	73	215	Thidiazuron-n	100	103
69	Fenbuconazole	95	110	143	Phenmedipham	86	102	216	Triclopyr	97	101
70	Fenhexamid	102	105	144	PhosphamidoneE	81	112	217	Trifluzamide	97	107
71	Fenobucarb	107	121	145	PhosphamidoneZ	103	136				
72	Fenoxaprop-ethyl	181	92	146	Primicarb	92	97				
73	Fenoxycarb	99	105	147	Primisulfuron methyl	114	100				
74	Fenpyroximate E	84	94	148	Prohydrojasmon1and2	116	82				



株式会社 エービー・サイエックス

本社: 〒140-0001 東京都品川区北品川 4-7-35 御殿山トラストタワー 21F

TEL: 0120 (318) 551 FAX: 0120 (318) 040

大阪: 〒531-0072 大阪府大阪市北区豊崎 3-19-3

<http://www.sciex.jp> Email: jp_sales@sciex.com

Food and Beverage Testing



QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ AD を使用した農薬添加回収試験（キャベツ）

QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ ADを使用した農薬添加回収試験の結果をご紹介します。

前処理は、ST-L300 自動精製装置（アイスティサイエンス社製）を使用して行いました。

サンプル情報

水分：92.7%
脂質：0.2%
脂肪酸：0.05%
タンパク質：1.3%
キャベツは予冷式ドライアイス凍結粉碎にて粉碎



サンプル前処理



Step 1	●試料 10g 採取
Step 2	●各2ppm 混合標準溶液 50μL, アセトニトリル 10mL
Step 3	●ホモジナイズ(12000 rpm 1分間)
Step 4	●NaCl(食塩) 1g ●クエン酸水素2Na1.5水和物0.5g ●クエン酸3Na2水和物1g ●MgSO4(無水硫酸マグネシウム)4g
Step 5	●攪拌(手で振とう1分間)
Step 6	●遠心分離(3500 rpm 5分間)
Step 7	●アセトニトリル層を試料瓶に分取

ST-L300 自動精製

Step 8	●抽出液(アセトニトリル) 0.5mL 分取
固相	●C18-50mg+PSA-30mg：精製
Step 9	●0.4% ギ酸含有-メタノール/水(8/2) 1mLで溶出
Step 10	●水 0.2mL 添加(自動混合)
固相	●C18-30mg：精製
Step 11	●メタノール/水(8/2) 0.3mLで溶出
Step 12	●溶出液を水で2mLに定容

添加回収試験

粉碎方法	予冷式ドライアイス凍結粉碎
添加濃度	試料中0.01 ppm(測定濃度 2.5 ppb)
標準溶液	PL2005 MIX-4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 STQ 法用農薬混合標準溶液(極性 53 種類混合) いずれも林純薬工業製
検量線	絶対検量線、一点検量線(2.5 ppb)
検量線希釈溶媒	下記①:②:③:④の混合液(5:10:3:2) ①アセトニトリル ②0.4% ギ酸含有-メタノール/水(8/2) ③メタノール/水(8/2) ④水
自動処理時間	約 10 分



LCメソッド

カラム	L-column2 ODS 2.1mm I.D.×150mm L. 粒子径 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
移動相 B	0.5mM 酢酸アンモニウム含有メタノール
流速	0.2mL/min 注入量 1μL
グラジエント条件	10%→50%(0-1min [※]) ※アセフェートなどの高極性農薬のピーク形状が改善 %B 98%(1-17min)→98%(17-23min)→10%(23-30min)
分析時間	30min(Pos/Neg スイッチング)



MSメソッド

イオン化モード	ESI Positive/Negative
イオンスプレー電圧	4500V/-4500V イオンソース温度 350℃
測定モード	sMRM(scheduled Multiple Reaction Monitoring)

Food and Beverage Testing



結果

No. Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)	No. Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)	No. Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)
1 1-Naphthylacetamide	89	110	75 Fenpyroximate Z	74	86	149 Propaquizafop	94	96
2 3-OH-carbofuran	85	91	76 Fensulfothion	99	109	150 Propoxur	96	91
3 Abamectin	63	66	77 Ferimzone EandZ	103	99	151 Propoxycarbazone	89	88
4 Acephate	81	90	78 Flazasulfuron	89	85	152 Prosulfuron	54	85
5 Acetamidiprid	87	99	79 Florasulam	90	105	153 Pyraclostrobin	93	97
6 Acibenzolar-S-methyl	116	105	80 Fluazifop	97	100	154 Pyrazolynate	96	95
7 Aldicarb	94	105	81 Flufenacet	100	98	155 Pyrazosulfuron-ethyl	94	103
8 Aldoxycarb	114	118	82 Flufenoxuron	93	97	156 Pyrifthalid	104	100
9 Anilofos	102	103	83 Flumetsulam	94	107	157 Pyroquilon	104	106
10 Aramite	92	100	84 Fluridone	97	101	158 Quinoclamine	86	89
11 Atrazine	98	96	85 Flusilazole	100	104	159 Quinalfop-ethyl	95	103
12 Azafenidin	118	105	86 Flutriafol	92	99	160 Simazine	103	115
13 Azamethiphos	89	90	87 Foramsulfuron	114	89	161 Simeconazole	100	100
14 Azimsulfuron	91	98	88 Forchlorfenuron	89	100	162 Simetryn	97	101
15 Azinphos-methyl	100	103	89 Fosthiazate1and2	99	115	163 Spinosyn A	91	96
16 Azoxystrobin	100	109	90 Furametpyr	92	101	164 Spinosyn D	86	92
17 Bendiocarb	109	109	91 Furathiocarb	85	101	165 Spiroxamine-AandB	98	101
18 Bensulfuron-methyl	102	107	92 Halosulfuron-methyl	103	108	166 Sulfentrazone	101	107
19 Benzofenap	92	99	93 Haloxyfop	93	104	167 Sulfosulfuron	83	98
20 Biteranol	98	105	94 Hexaconazole	95	103	168 TCMTB	93	97
21 Boscalid	92	96	95 Hexaflumuron	75	86	169 Tebufenozide	100	102
22 Bromacil	92	95	96 Hexazinon	95	102	170 Tebuthiuron	97	105
23 Butafenacil	101	94	97 Hexythiazox	88	95	171 Teflubenzuron	100	97
24 Carbaryl	98	93	98 Imazalil	111	102	172 Tetrachlorvinphos	111	106
25 Carbofuran	93	101	99 Imazamethabenz-methyl	94	99	173 Tetraconazole	101	100
26 Carboxin	88	92	100 Imazaquin	88	101	174 Thiabendazole	90	105
27 Carpropamide	103	109	101 Imazosulfuron	80	96	175 Thiacloprid	93	107
28 Chloridazon	101	104	102 Imibenconazole	164	92	176 Thiamethoxam	98	119
29 Chlorimuron-ethyl	98	107	103 Imibenconazole debenzyl	88	96	177 Thidiazuron	94	106
30 Chlorsulfuron	100	113	104 Imidacloprid	96	96	178 Thifensulfuron-methyl	83	103
31 Chlorxuron	98	96	105 Indanofan	106	110	179 Thifluzamide	103	112
32 Chromafenozide	103	95	106 Indoxacarb	93	91	180 Thiodicarb	92	91
33 Cinosulfuron	93	98	107 Iodosulfuron-methyl	82	92	181 Tolfenpyrad	94	93
34 Clodinafop acid	89	101	108 Iprodion	133	140	182 Tralkoxydim	84	97
35 Clofentezine	92	95	109 Iprovalicarb	95	103	183 Triadimenol	101	104
36 Clomeprop	90	87	110 Isoprocab	106	112	184 Triasulfuron	100	107
37 Cloquintocet-mexyl	91	97	111 Isoxaflutole	90	106	185 Tricyclazole	94	107
38 Cloransulam-methyl	97	97	112 Isoxathion-oxon	99	107	186 Tridemorph E	83	85
39 Clothianidin	90	110	113 Lactofen	92	99	187 Tridemorph Z	83	101
40 Cumyruon	93	97	114 Lenacil	91	100	188 Trifloxysulfuron	100	98
41 Cyanazine	85	101	115 Linuron	93	107	189 Triflumuron	98	101
42 Cyazofamid	105	95	116 Lufenuron	86	81	190 Triflurosulfuron methyl	96	91
43 Cycloate	99	103	117 Mepanipyrim	98	108	191 Triticonazole	104	104
44 Cyclosulfamuron	96	99	118 Mesosulfuron-methyl	97	97	192 XMC	104	100
46 Cyproconazole-1	98	95	120 Methamidophos	77	92	ネガティブモード対象成分		
46 Cyproconazole-1	88	94	120 Methamidophos	82	97	193 2,4-D	89	89
47 Cyproconazole-2	100	103	121 Methiocarb	105	112	194 2,4-DP (Dichlorprop)	99	106
48 Cyprodinil	96	112	122 Methomyl	80	99	195 4-Chlorophenoxyacetic acid	96	100
49 DDVP	99	113	123 Methoxyfenozide	96	102	196 Acifluorfen	92	100
50 Demeton-S-methyl	115	121	124 Metosulam	95	109	197 Bromoxynil	94	101
51 Di-allate	85	87	125 Metsulfuron-methyl	89	94	198 Cloprop	104	106
52 Dichlosulam	84	96	126 MevinphosE	108	114	199 Cyclanilide	97	98
53 Diclomezine	107	106	127 MevinphosZ	93	97	200 Dicloran	107	90
54 Diclotopos	95	90	128 Monocrotophos	91	100	201 Fluroxypyr	95	105
55 Difenconazole1and2	99	104	129 Monolinuron	105	116	202 Fomesafen	96	101
56 Diflubenzuron	104	98	130 Myclobutanil	92	91	203 Gibberellin	90	96
57 Dimethirimol	87	92	131 Naproanilide	95	100	204 Hexaflumuron-n	99	105
58 Dimethoate	97	102	132 Naptalam	81	81	205 Ioxynil	92	95
59 DimethomorphE	88	96	133 Norflurazon	99	104	206 Lufenuron-n	96	97
60 DimethomorphZ	102	96	134 Novaluron	105	114	207 MCPA	91	93
61 Dimeton-s-methyl	108	113	135 Omethoate	95	102	208 MCPB	91	104
62 Diuron	86	94	136 Oxadixyl	108	106	209 MCPP (Mecoprop)	95	104
63 Dymuron	100	102	137 Oxamyl	91	107	210 Methoxyfenozide-n	102	105
64 Epoxiconazole	96	106	138 Oxaziclomefone	99	99	211 Naphthaleneacetic acid	93	73
65 Ethametsulfuron-methyl	103	110	139 Oxyacarb	86	97	212 Naproanilide-n	98	99
66 Ethoxysulfuron	90	91	140 Pencycuron	104	102	213 Norflurazon-n	100	106
67 Fenamidone	100	102	141 Penoxsulam	102	101	214 Oryzalin	97	103
68 Fenamiphos	94	99	142 Pentoxazone	96	95	215 Thidiazuron-n	95	100
69 Fenbuconazole	97	102	143 Phenmedipham	94	103	216 Triclopyr	88	91
70 Fenhexamid	106	102	144 PhosphamidoneE	105	110	217 Trifluzamide	101	106
71 Fenobucarb	98	99	145 PhosphamidoneZ	87	96			
72 Fenoxaprop-ethyl	173	93	146 Primicarb	101	99			
73 Fenoxycarb	93	95	147 Primisulfuron methyl	97	98			
74 Fenpyroximate E	95	95	148 Prohydrojasmon1and2	94	99			



株式会社 エービー・サイエックス

本社: 〒140-0001 東京都品川区北品川 4-7-35 御殿山トラストタワー 21F

TEL: 0120 (318) 551 FAX: 0120 (318) 040

大阪: 〒531-0072 大阪府大阪市北区豊崎 3-19-3

<http://www.sciex.jp> Email: jp_sales@sciex.com

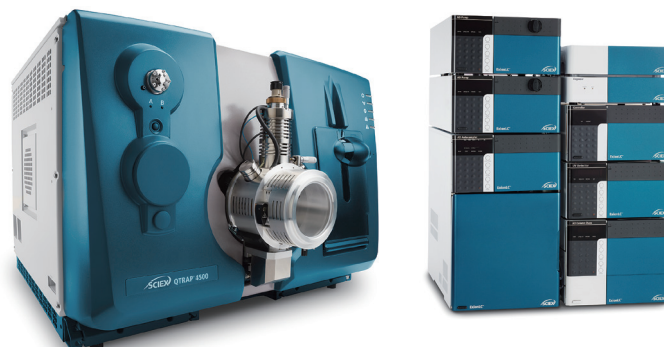
QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ ADを使用した農薬添加回収試験（じゃがいも）

QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ ADを使用した農薬添加回収試験の結果をご紹介します。

前処理は、ST-L300 自動精製装置（アイスティサイエンス社製）を使用して行いました。

サンプル情報

水分：79.8%
脂質：0.1%
脂肪酸：0.03%
タンパク質：1.6%
じゃがいもは予冷式ドライアイス凍結粉碎にて粉碎



サンプル前処理



Step 1	●試料 10g 採取
Step 2	●各2ppm 混合標準溶液 50μL, アセトニトリル 10mL
Step 3	●ホモジナイズ(12000 rpm 1分間)
Step 4	●NaCl(食塩) 1g ●クエン酸水素2Na1.5水和物0.5g ●クエン酸3Na2水和物1g ●MgSO4(無水硫酸マグネシウム)4g
Step 5	●攪拌(手で振とう1分間)
Step 6	●遠心分離(3500 rpm 5分間)
Step 7	●アセトニトリル層を試料瓶に分取

ST-L300 自動精製

Step 8	●抽出液(アセトニトリル) 0.5mL 分取
固相	●C18-50mg+PSA-30mg：精製
Step 9	●0.4% ギ酸含有-メタノール/水(8/2) 1mLで溶出
Step 10	●水 0.2mL 添加(自動混合)
固相	●C18-30mg：精製
Step 11	●メタノール/水(8/2) 0.3mLで溶出
Step 12	●溶出液を水で2mLに定容

添加回収試験

粉碎方法	予冷式ドライアイス凍結粉碎
添加濃度	試料中0.01 ppm(測定濃度 2.5 ppb)
標準溶液	PL2005 MIX-4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 STQ 法用農薬混合標準溶液(極性 53 種類混合) いずれも林純薬工業製
検量線	絶対検量線、一点検量線(2.5 ppb)
検量線希釈溶媒	下記①:②:③:④の混合液(5:10:3:2) ①アセトニトリル ②0.4% ギ酸含有-メタノール/水(8/2) ③メタノール/水(8/2) ④水
自動処理時間	約 10 分



LCメソッド

カラム	L-column2 ODS 2.1mm I.D.×150mm L. 粒子径 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
移動相 B	0.5mM 酢酸アンモニウム含有メタノール
流速	0.2mL/min 注入量 1μL
グラジエント条件 %B	10%→50%(0-1min [※]) ※アセフェートなどの高極性農薬のピーク形状が改善 98%(1-17min)→98%(17-23min)→10%(23-30min)
分析時間	30min(Pos/Neg スwitchング)



MSメソッド

イオン化モード	ESI Positive/Negative
イオンスプレー電圧	4500V/-4500V イオンソース温度 350℃
測定モード	sMRM(scheduled Multiple Reaction Monitoring)

Food and Beverage Testing



結果

No. Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)	No. Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)	No. Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)
1 1-Naphthylacetamide	87	99	75 Fenpyroximate Z	71	82	149 Propaquizafop	75	79
2 3-OH-carbofuran	93	123	76 Fensulfothion	103	93	150 Propoxur	98	99
3 Abamectin	65	64	77 Ferimzone EandZ	92	102	151 Propoxycarbazon	94	109
4 Acephate	77	99	78 Flazasulfuron	100	101	152 Prosulfuron	87	120
5 Acetamidiprid	89	105	79 Florasulam	88	85	153 Pyraclostrobin	93	105
6 Acibenzolar-S-methyl	97	112	80 Fluazifop	97	107	154 Pyrazolynate	87	95
7 Aldicarb	98	97	81 Flufenacet	90	99	155 Pyrazosulfuron-ethyl	96	98
8 Aldoxycarb	60	91	82 Flufenoxuron	82	92	156 Pyrifthalid	95	103
9 Anilofos	71	106	83 Flumetsulam	41	76	157 Pyroquilon	97	108
10 Aramite	86	97	84 Fluridone	91	99	158 Quinoclamine	102	113
11 Atrazine	84	100	85 Flusilazole	77	96	159 Quizalofop-ethyl	86	93
12 Azafenidin	94	120	86 Flutriafol	69	102	160 Simazine	87	108
13 Azamethiphos	95	105	87 Foramsulfuron	129	91	161 Simeconazole	73	95
14 Azimsulfuron	112	100	88 Forchlorfenuron	73	102	162 Simetryn	100	111
15 Azinphos-methyl	100	108	89 Fosthiazate1and2	105	104	163 Spinosyn A	90	94
16 Azoxystrobin	101	104	90 Furametpyr	89	102	164 Spinosyn D	85	89
17 Bendiocarb	93	105	91 Furathiocarb	88	93	165 Spiroxamine-AandB	93	99
18 Bensulfuron-methyl	106	104	92 Halosulfuron-methyl	109	101	166 Sulfentrazone	83	73
19 Benzofenap	97	94	93 Haloxyfop	86	105	167 Sulfosulfuron	114	88
20 Biteranol	99	108	94 Hexaconazole	79	100	168 TCMTB	93	100
21 Boscalid	85	90	95 Hexaflumuron	106	111	169 Tebufenozide	92	95
22 Bromacil	85	103	96 Hexazinon	95	101	170 Tebuthiuron	77	97
23 Butafenacil	81	101	97 Hexythiazox	86	94	171 Teflubenzuron	122	117
24 Carbaryl	87	102	98 Imazalil	102	96	172 Tetrachlorvinphos	91	92
25 Carbofuran	90	104	99 Imazamethabenz-methyl	91	100	173 Tetraconazole	84	101
26 Carboxin	82	94	100 Imazaquin	94	103	174 Thiabendazole	91	90
27 Carpropamide	68	99	101 Imazosulfuron	97	108	175 Thiacloprid	86	92
28 Chloridazon	82	91	102 Imibenconazole	140	108	176 Thiamethoxam	90	98
29 Chlorimuron-ethyl	111	93	103 Imibenconazole debenzyl	50	85	177 Thidiazuron	71	93
30 Chlorsulfuron	116	90	104 Imidacloprid	94	97	178 Thifensulfuron-methyl	94	97
31 Chlorsuxuron	67	98	105 Indanofan	99	114	179 Thifluzamide	87	101
32 Chromafenozide	90	101	106 Indoxacarb	97	105	180 Thiodicarb	98	111
33 Cinosulfuron	116	82	107 Iodosulfuron-methyl	121	88	181 Tolfenpyrad	88	98
34 Clodinafop acid	85	94	108 Iprodion	138	136	182 Tralkoxydim	72	93
35 Clofentazine	88	98	109 Iprovalicarb	97	104	183 Triadimenol	66	98
36 Clomeprop	78	95	110 Isoprocab	94	105	184 Triasulfuron	121	93
37 Cloquintocet-mexyl	83	95	111 Isoxaflutole	91	87	185 Tricyclazole	89	112
38 Cloransulam-methyl	88	100	112 Isoxathion-oxon	84	95	186 Tridemorph E	93	91
39 Cloridianidin	72	90	113 Lactofen	89	94	187 Tridemorph Z	96	103
40 Cumyruon	61	103	114 Lenacil	81	96	188 Trifloxysulfuron	96	99
41 Cyanazine	94	99	115 Linuron	95	99	189 Triflururon	91	92
42 Cyazofamid	102	97	116 Lufenuron	119	82	190 Triflurosulfuron methyl	105	92
43 Cycloate	91	96	117 Mepanipyrim	98	108	191 Triticonazole	77	105
44 Cyclosulfamuron	93	98	118 Mesosulfuron-methyl	109	90	192 XMC	97	104
45 Cyflufenamide	90	98	119 Methabenzthiazuron	98	100	ネガティブモード対象成分		
46 Cyproconazole-1	62	106	120 Methamidophos	74	86	193 2,4-D	83	87
47 Cyproconazole-2	56	90	121 Methiocarb	84	95	194 2,4-DP (Dichlorprop)	102	107
48 Cyprodinil	105	93	122 Methomyl	103	102	195 4-Chlorophenoxyacetic acid	95	92
49 DDVP	99	132	123 Methoxyfenozide	78	107	196 Acifluorfen	95	89
50 Demeton-S-methyl	102	109	124 Metosulam	107	99	197 Bromoxynil	99	106
51 Di-allate	93	92	125 Metsulfuron-methyl	89	97	198 Clopropr	93	99
52 Dichlosulam	89	90	126 MevinphosE	105	101	199 Cyclanilide	97	98
53 Diclomezine	97	101	127 MevinphosZ	82	90	200 Dicloran	117	53
54 Diclotopos	106	103	128 Monocrotophos	104	106	201 Fluroxypyr	87	95
55 Difenoconazole1and2	91	101	129 Monolinuron	91	97	202 Fomesafen	115	91
56 Diflubenzuron	96	100	130 Myclobutanil	74	102	203 Gibberellin	97	105
57 Dimethirimol	86	99	131 Naproanilide	93	105	204 Hexaflumuron-n	88	95
58 Dimethoate	94	101	132 Naptalam	85	96	205 Ioxynil	95	99
59 DimethomorphE	94	92	133 Norflurazon	81	100	206 Lufenuron-n	96	98
60 DimethomorphZ	96	96	134 Novaluron	104	98	207 MCPA	94	96
61 Dimeton-s-methyl	112	110	135 Omethoate	79	96	208 MCPB	91	105
62 Diuron	79	103	136 Oxadixyl	83	87	209 MCPP (Mecoprop)	96	96
63 Dymuron	55	94	137 Oxamyl	97	106	210 Methoxyfenozide-n	70	98
64 Epoxiconazole	82	99	138 Oxaziclomefone	99	98	211 Naphthaleneacetic acid	147	170
65 Ethametsulfuron-methyl	103	95	139 Oxyacarb	95	99	212 Naproanilide-n	94	99
66 Ethoxysulfuron	102	84	140 Pencycuron	92	99	213 Norflurazon-n	95	99
67 Fenamidone	99	97	141 Penoxsulam	118	106	214 Oryzalin	94	97
68 Fenamiphos	99	106	142 Pentoxazone	90	111	215 Thidiazuron-n	87	94
69 Fenbuconazole	83	98	143 Phenmedipham	89	97	216 Triclopyr	99	98
70 Fenhexamid	86	102	144 PhosphamidoneE	113	109	217 Trifluzamide	104	102
71 Fenobucarb	90	100	145 PhosphamidoneZ	106	101			
72 Fenoxaprop-ethyl	219	112	146 Primicarb	91	96			
73 Fenoxycarb	85	89	147 Primisulfuron methyl	91	90			
74 Fenpyroximate E	95	89	148 Prohydrojasmon1and2	89	83			



株式会社 エービー・サイエックス

本社：〒140-0001 東京都品川区北品川4-7-35 御殿山トラストタワー21F

TEL: 0120(318)551 FAX: 0120(318)040

大阪：〒531-0072 大阪府大阪市北区豊崎3-19-3

<http://www.sciex.jp> Email: jp_sales@sciex.com

Food and Beverage Testing



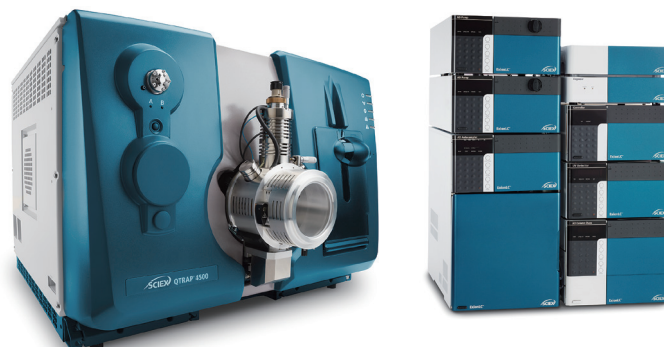
QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ AD を使用した農薬添加回収試験（ニンジン）

QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ ADを使用した農薬添加回収試験の結果をご紹介します。

前処理は、ST-L300 自動精製装置（アイスティサイエンス社製）を使用して行いました。

サンプル情報

水分：89.1%
脂質：0.2%
脂肪酸：0.08%
タンパク質：0.7%
ニンジン、葉部を除去し、
泥を水で洗い落したものを試験に供す



サンプル前処理



Step 1	●試料 10g 採取
Step 2	●各2ppm 混合標準溶液 50μL, アセトニトリル 10mL
Step 3	●ホモジナイズ(12000 rpm 1分間)
Step 4	●NaCl(食塩) 1g ●クエン酸水素2Na1.5水和物0.5g ●クエン酸3Na2水和物1g ●MgSO4(無水硫酸マグネシウム)4g
Step 5	●攪拌(手で振とう1分間)
Step 6	●遠心分離(3500 rpm 5分間)
Step 7	●アセトニトリル層を試料瓶に分取

ST-L300 自動精製

Step 8	●抽出液(アセトニトリル) 0.5mL 分取
固相	●C18-50mg+PSA-30mg：精製
Step 9	●0.4% ギ酸含有-メタノール/水(8/2) 1mLで溶出
Step 10	●水 0.2mL 添加(自動混合)
固相	●C18-30mg：精製
Step 11	●メタノール/水(8/2) 0.3mLで溶出
Step 12	●溶出液を水で2mLに定容

添加回収試験

粉碎方法	予冷式ドライアイス凍結粉碎
添加濃度	試料中0.01 ppm(測定濃度 2.5 ppb)
標準溶液	PL2005 MIX-4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 STQ 法用農薬混合標準溶液(極性 53 種類混合) いずれも林純薬工業製
検量線	絶対検量線、一点検量線(2.5 ppb)
検量線希釈溶媒	下記①:②:③:④の混合液(5:10:3:2) ①アセトニトリル ②0.4% ギ酸含有-メタノール/水(8/2) ③メタノール/水(8/2) ④水
自動処理時間	約 10 分



LCメソッド

カラム	L-column2 ODS 2.1mm I.D.×150mm L. 粒子径 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
移動相 B	0.5mM 酢酸アンモニウム含有メタノール
流速	0.2mL/min 注入量 1μL
グラジエント条件	10%→50%(0-1min [※]) ※アセフェートなどの高極性農薬のピーク形状が改善 %B 98%(1-17min)→98%(17-23min)→10%(23-30min)
分析時間	30min(Pos/Neg スwitchング)



MSメソッド

イオン化モード	ESI Positive/Negative
イオンスプレー電圧	4500V/-4500V イオンソース温度 350℃
測定モード	sMRM(scheduled Multiple Reaction Monitoring)

Food and Beverage Testing



結果

No. Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)	No. Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)	No. Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)
1 1-Naphthylacetamide	110	106	76 Fenpyroximate Z	102	103	151 propoxur	123	134
2 3-OH-carbofuran	115	106	77 Fensulfothion	89	114	152 Propoxycarbazone	72	91
3 Abamectin	104	92	78 Ferimzone EandZ	102	90	153 Prosulfuron	62	124
4 Acephate	90	89	79 Flazasulfuron	98	83	154 Pyraclostrobin	108	101
5 Acetamidiprid	82	89	80 Florasulam	97	94	155 Pyrazolynate	96	83
6 Acibenzolar-S-methyl	99	91	81 Fluazifop	77	102	156 Pyrazosulfuron-ethyl	96	103
7 Aldicarb	109	155	82 Flufenacet	99	102	157 Pyrifthalid	97	104
8 Aldoxycarb	96	105	83 Flufenoxuron	94	99	158 pyroquilon	104	75
9 Anilofos	101	101	84 Flumetsulam	88	94	159 Quinoclamine	132	84
10 Aramite	107	104	85 Fluridone	103	98	160 Quizalofop-ethyl	105	103
11 atrazine	106	97	86 Flusilazole	103	104	161 Silafluofen	48	46
12 Azafenidin	89	91	87 Flutriafol	95	107	162 Simazine	112	100
13 Azamethiphos	107	92	88 Foramsulfuron	91	92	163 Simeconazole	106	101
14 Azimsulfuron	95	116	89 Forchlorfenuron	103	96	164 Simetryn	104	102
15 Azinphos-methyl	107	149	90 Fosthiazate1and2	95	100	165 Spinosyn A	95	91
16 Azoxystrobin	147	105	91 Furametpyr	98	100	166 Spinosyn D	92	90
17 Bendiocarb	105	114	92 Furathiocarb	104	100	167 Spiroxamine-AandB	98	95
18 Bensulfuron-methyl	122	98	93 Halosulfuron-methyl	73	84	168 Sulfentrazone	100	76
19 Benzofenap	114	112	94 Haloxyfop	91	81	169 Sulfosulfuron	104	90
20 Biteranol	91	88	95 Hexaconazole	128	130	170 TCMTB	99	99
21 Boscalid	107	111	96 Hexaflumuron	115	103	171 Tebufenozide	106	100
22 Bromacil	112	92	97 hexazinon	94	91	172 Tebuthiuron	109	98
23 Butafenacil	127	106	98 Hexythiazox	98	103	173 Teflubenzuron	78	100
24 Carbaryl	89	85	99 Imazalil	85	91	174 Tetrachlorvinphos	109	103
25 Carbofuran	92	102	100 imazamethabenz-methyl	101	96	175 Tetraconazole	64	76
26 carboxin	131	97	101 Imazaquin	82	78	176 Thiabendazole	102	94
27 Carpropamide	96	104	102 Imazosulfuron	147	123	177 Thiadiazole	102	105
28 Chloridazon	105	113	103 Imibenconazole	100	85	178 Thiamethoxam	96	100
29 Chlorimuron-ethyl	102	95	104 Imibenconazole debenzyl	80	80	179 Thidiazuron	98	107
30 Chlorsulfuron	97	85	105 Imidacloprid	134	97	180 Thifensulfuron-methyl	97	82
31 Chlorxuron	113	106	106 Indanofan	105	104	181 Thifluzamide	112	92
32 Chromafenozide	109	103	107 Indoxacarb	109	119	182 Thiodicarb	116	110
33 Cinosulfuron	107	93	108 Iodosulfuron-methyl	94	101	183 Tolfenpyrad	115	111
34 Clodinafop acid	84	88	109 Iprodion	103	116	184 Tralkoxydim	87	85
35 Clofentazine	103	95	110 Iprovalicarb	101	94	185 Triadimenol	100	97
36 Clomeprop	102	86	111 Isoprocab	93	97	186 Triasulfuron	99	91
37 Cloquintocet-mexyl	100	100	112 Isoxaflutole	106	109	187 Tribenuron methyl	75	77
38 Cloransulam-methyl	108	115	113 isoxathion-oxon	106	108	188 Tricyclazole	94	97
39 Clothianidin	80	94	114 Lactofen	101	103	189 Tridemorph E	96	95
40 Cumyruon	105	102	115 Lenacil	102	99	190 Tridemorph Z	103	93
41 cyanazine	103	103	116 Linuron	110	97	191 Trifloxysulfuron	73	82
42 Cyazofamid	106	147	117 Lufenuron	84	87	192 Triflururon	101	95
43 Cycloate	114	92	118 Mepanipyrim	101	101	193 Triflurosulfuron methyl	108	88
44 Cycloprothrin	82	151	119 Mesosulfuron-methyl	88	94	194 Triticonazole	111	101
45 Cyclosulfamuron	97	98	120 Methabenzthiazuron	102	97	195 XMC	113	113
46 Cyflufenamide	97	93	121 Methamidophos	80	83	ネガティブモード対象成分		
47 Cyproconazole-1	116	98	122 Methiocarb	108	104	196 2-4-D	87	82
48 Cyproconazole-2	96	92	123 Methomyl	111	112	97 2-4-DP (Dichlorprop)	95	96
49 Cyprodinil	105	105	124 Methoxyfenozide	135	128	198 4-Chlorophenoxyacetic acid	77	76
50 DDVP(Dichlorvos)	-	-	125 Metosulam	85	88	199 Acifluorfen	97	93
51 demeton-S-methyl	89	85	126 Metsulfuron-methyl	111	105	200 Bromoxynil	100	113
52 Di-allate	76	78	127 mevinphosE	108	102	201 Cloprop	92	85
53 Dichlosulam	98	86	128 mevinphosZ	108	97	202 Cyclanilide	81	85
54 Diclomezine	93	100	129 monocrotophos	103	104	203 Dicloran	110	92
55 Diclotopos	100	94	130 Monolinuron	101	101	204 Dimethipin	89	96
56 Difenoconazole1and2	85	83	131 Myclobutanil	109	117	205 Fluroxypyr	67	61
57 Diflubenzuron	116	107	132 Naproanilide	106	103	206 Fomesafen	115	122
58 Dimethirimol	101	128	133 Naphtalam	61	63	207 Gibberellin	91	88
59 Dimethoate	128	133	134 Norflurazon	115	98	208 Hexaflumuron-n	95	97
60 DimethomorphE	93	101	135 Nvaluron	96	101	209 Ioxynil	109	98
61 DimethomorphZ	90	101	136 omethoate	92	94	210 Lufenuron-n	99	93
62 Dimeton-s-methyl	110	88	137 oxadixyl	107	103	211 MCPA	89	88
63 Diuron	100	89	138 Oxamyl	98	101	212 MCPB	100	85
64 Dymuron	110	106	139 Oxaziclomefone	105	99	213 MCPP (Mecoprop)	77	77
65 Epoxiconazole	105	99	140 Oxyacarb	100	100	214 Methoxyfenozide-n	102	100
66 Ethametsulfuron-methyl	90	103	141 Pencycuron	103	103	215 Naphthaleneacetic acid	84	123
67 Ethoxysulfuron	89	95	142 Penoxsulam	77	92	216 Naproanilide-n	101	103
68 Fenamidone	93	95	143 Pentoxazone	96	107	217 Norflurazon-n	121	103
69 Fenamiphos	99	100	144 Phenmedipham	101	94	218 Oryzalin	91	86
70 Fenbuconazole	92	95	145 PhosphamidoneE	110	99	219 Thidiazuron-n	105	95
71 Fenhexamid	95	122	146 PhosphamidoneZ	97	99	220 Triclopyr	78	84
72 Fenobucarb	107	98	147 Primicarb	109	107	221 Trifluzamide	106	100
73 Fenoxaprop-ethyl	110	106	148 Primisulfuron methyl	106	94			
74 Fenoxycarb	121	121	149 prohydrojasmon1and2	119	94			
75 Fenpyroximate E	97	99	150 Propaquizafop	99	89			



株式会社 エービー・サイエックス

本社: 〒140-0001 東京都品川区北品川 4-7-35 御殿山トラストタワー 21F

TEL: 0120 (318) 551 FAX: 0120 (318) 040

大阪: 〒531-0072 大阪府大阪市北区豊崎 3-19-3

<http://www.sciex.jp> Email: jp_sales@sciex.com

Food and Beverage Testing



QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ ADを使用した農薬添加回収試験（トマト）

QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ ADを使用した農薬添加回収試験の結果をご紹介します。

前処理は、STQ-LC法（アイスティサイエンス社）を使用して行いました。

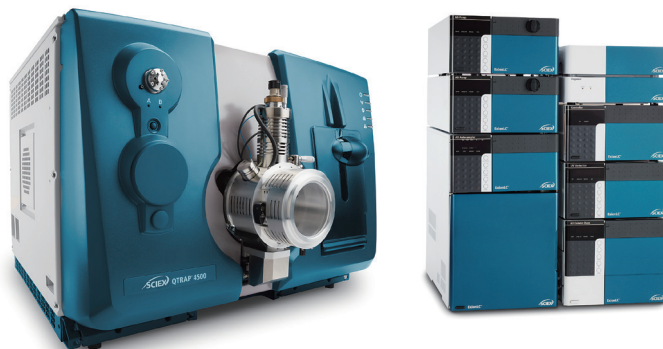
サンプル情報

水分：94%
脂質：0.1%
脂肪酸：0.9%
たんばく質：0.7%



※写真はイメージです。

凍結粉砕法試料を
予冷式ドライアイスにて粉砕



サンプル前処理



ST-L400 自動精製



添加回収試験

粉砕方法	予冷式ドライアイス凍結粉砕法
添加濃度	試料中 0.01 ppm(測定濃度 2.5 ppb)
標準溶液	PL2005 MIX-4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 STQ 法用農薬混合標準溶液(極性 53 種類混合) いずれも林純薬工業製
検量線	絶対検量線、一点検量線(2.5 ppb)
検量線希釈溶媒	下記①:②:③:④の混合液(1:1:1:1) ①アセトニトリル ②2%ギ酸含有アセトニトリル ③アセトニトリル/水(8/2) ④水
自動処理時間	約 10 分



LC メソッド

カラム	L-column2 ODS 2.1mm I.D.×150mm L. 粒子径 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
移動相 B	0.5mM 酢酸アンモニウム含有メタノール
流速	0.2mL/min 注入量 1μL
グラジエント条件 %B	10%→50%(0-1min [※])※アセフェートなどの高極性農薬のピーク形状が改善 98%(1-17min)→98%(17-23min)→10%(23-30min)
分析時間	30min(Pos/Neg スイッチング)



MS メソッド

イオン化モード	ESI Positive/Negative
イオンブレイク電圧	4500V/-4500V イオンソース温度 350℃
測定モード	sMRM(scheduled Multiple Reaction Monitoring)

Food and Beverage Testing



結果

媒体 std を 用いた場合 ^{a)}			マトリックス std を 用いた場合 ^{b)}			媒体 std を 用いた場合 ^{a)}			マトリックス std を 用いた場合 ^{b)}		
No.	Sample Name	回収率 (%)	No.	Sample Name	回収率 (%)	No.	Sample Name	回収率 (%)	No.	Sample Name	回収率 (%)
1	1-Naphthylacetamide	104	89	74	Fenpyroximate Z	86	88	147	Propoxur	95	88
2	3-OH-carbofuran	92	89	75	Fensulfothion	94	96	148	Propoxycarbazone	85	73
3	Abamectin	80	80	76	Ferimzone EandZ	90	92	149	Prosulfuron	91	82
4	Acephate	85	91	77	Flazasulfuron	76	73	150	Pyraclostrobin	94	96
5	Acetamiprid	88	88	78	Florasulam	100	94	151	Pyrazolynate	93	96
6	Acibenzolar-S-methyl	85	87	79	Fluazifop	87	85	152	Pyrazosulfuron-ethyl	89	92
7	Aldicarb	101	99	80	Flufenacet	102	91	153	Pyriftalid	86	82
8	Aldoxycarb	100	96	81	Flufenoxuron	93	89	154	Pyroquilon	85	92
9	Anilofos	90	92	82	Flumetsulam	110	95	155	Quinoclamine	103	115
10	Aramite	95	92	83	Fluridone	88	99	156	Quizalofop-ethyl	91	90
11	Atrazine	78	82	84	Flusilazole	87	107	157	Simazine	81	86
12	Azafenidin	104	87	85	Flutriafol	95	96	158	Simeconazole	93	100
13	Azamephosphos	103	90	86	Foramsulfuron	74	88	159	Simetryn	97	100
14	Azimsulfuron	80	84	87	Forchlorfenuron	87	102	160	Spinosyn A	81	82
15	Azinphos-methyl	91	95	88	Fosthiazate1and2	86	92	161	Spinosyn D	78	74
16	Azoxystrobin	94	96	89	Furametpyr	87	97	162	Spiroamine-AandB	87	87
17	Bendiocarb	107	81	90	Furathiocarb	90	98	163	Sulfentrazone	84	101
18	Bensulfuron-methyl	82	96	91	Halosulfuron-methyl	93	105	164	Sulfosulfuron	81	104
19	Benzofenap	91	91	92	Haloxypop	85	85	165	TCMTB	97	92
20	Bitertanol	91	91	93	Hexaconazole	88	88	166	Tebufenozide	100	102
21	Boscalid	92	91	94	Hexaflumuron*	93	93	167	Tebuthiuron	95	95
22	Bromacil	99	102	95	Hexazinon	100	94	168	Teflubenzuron	99	108
23	Butafenacil	91	103	96	Hexythiazox	89	94	169	Tetrachlorvinphos	96	88
24	Carbaryl	93	81	97	Imazalil	86	94	170	Tetraconazole	81	108
25	Carbofuran	80	93	98	Imazamethabenz-methyl	91	104	171	Thiabendazole	90	98
26	Carboxin	83	84	99	Imazaquin	86	71	172	Thiacloprid	101	100
27	Carpropamide	95	99	100	Imazosulfuron	65	61	173	Thiamethoxam	110	103
28	Chloridazon	91	95	101	Imibenconazole	88	90	174	Thidiazuron*	91	89
29	Chlorimuron-ethyl	80	85	102	Imidacloprid	98	90	175	Thifensulfuron-methyl	102	81
30	Chlorsulfuron	130	80	103	Indanofan	89	100	176	Thifluzamide*	82	91
31	Chlorxuron	94	92	104	Indoxacarb	101	85	177	Thiodicarb	88	90
32	Chromafenozide	97	103	105	Iodosulfuron-methyl	84	97	178	Tolfenpyrad	93	88
33	Cinosulfuron	84	93	106	Iprovalicarb	96	96	179	Tralkoxydim	82	79
34	Clodinafop acid	79	104	107	Isoprocarb	96	87	180	Triadimenol	89	91
35	Clofentezine	112	95	108	Isoxaflutole	93	98	181	Triasulfuron	93	88
36	Cloprop	98	93	109	Isoxathion-oxon	103	96	182	Tricyclazole	95	86
37	Cloquintocet-mexyl	89	94	110	Lactofen	94	99	183	Tridemorph E	76	76
38	Cloransulam-methyl	87	82	111	Lenacil	89	91	184	Tridemorph Z	84	77
39	Cloranthidin	87	100	112	Linuron	86	87	185	Trifloxysulfuron	82	103
40	Cumyruon	91	85	113	Lufenuron*	85	74	186	Triflumuron	89	95
41	Cyanazine	91	90	114	Mepanipyrim	73	91	187	Triflurosulfuron methyl	84	79
42	Cyazofamid	90	94	115	Mesosulfuron-methyl	88	100	188	Triticonazole	87	90
43	Cycloate	95	92	116	Methabenzthiazuron	95	97	189	XMC	94	99
44	Cyclosulfamuron	85	86	117	Methamidophos	73	87				
45	Cyflufenamide	93	101	118	Methiocarb	97	98				
46	Cyproconazole-1	95	100	119	Methomyl	98	94				
47	Cyproconazole-2	92	100	120	Methoxyfenozide*	101	93				
48	Cyprodinil	93	89	121	Metosulam	105	98				
49	DDVP	80	92	122	Metsulfuron-methyl	115	80				
50	Demeton-S-methyl	95	89	123	MevinphosE	99	94				
51	Di-allate	104	92	124	MevinphosZ	110	72				
52	Dichlosulam	97	99	125	Monocrotophos	97	98				
53	Diclomezine	94	98	126	Monolinuron	87	95				
54	Diclotophos	98	91	127	Myclobutanil	112	102				
55	Difenoconazole1and2	89	91	128	Naproanilide*	102	97				
56	Diflubenzuron	96	95	129	Naptalam	68	73				
57	Dimethirimol	102	100	130	Norflurazon*	99	87				
58	Dimethoate	95	89	131	Novaluron	87	98				
59	DimethomorphE	89	86	132	Omethoate	90	94				
60	DimethomorphZ	96	94	133	Oxadixyl	92	100				
61	Diuron	92	98	134	Oxamyl	93	97				
62	Dymuron	98	91	135	Oxaziclonemefone	92	94				
63	Epoxiconazole	96	87	136	Oxycarboxin	115	106				
64	Ethametsulfuron-methyl	82	95	137	Pencycunon	98	94				
65	Ethoxysulfuron	91	76	138	Penoxsulam	104	94				
66	Fenamidone	88	87	139	Pentoxazone	82	99				
67	Fenamiphos	93	96	140	Phenmedipham	90	108				
68	Fenbuconazole	98	94	141	PhosphamidoneE	91	105				
69	Fenhexamid	95	101	142	PhosphamidoneZ	83	123				
70	Fenobucarb	97	102	143	Primicarb	96	101				
71	Fenoxaprop-ethyl	96	96	144	Primisulfuron methyl	76	86				
72	Fenoxycarb	100	94	145	Prohydrojasmon1and2	100	80				
73	Fenpyroximate E	91	88	146	Propaquizafop	94	100				

n=5, 添加濃度：試料中 0.02ppm (測定濃度 2.5ppb) * : ポジティブ、ネガティブ両モードで測定
a) 添加回収サンプル÷溶媒 std × 100 b) 添加回収サンプル÷マトリックス std × 100

0 ~ 50%	120 ~ 199%
50 ~ 69%	200% ~ or 判定不応



株式会社 エービー・サイエックス

本社：〒140-0001 東京都品川区北品川 4-7-35 御殿山トラストタワー 21F

TEL: 0120 (318) 551 FAX: 0120 (318) 040

大阪：〒531-0072 大阪府大阪市北区豊崎 3-19-3 ピアスタワー 3F

www.sciex.jp Email: jp_sales@sciex.com

本製品は研究用のみ使用できます。診断目的およびその手続き上での使用はできません。

© 2018 AB Sciex. For Research Use Only. Not for use in diagnostic procedures. The trademarks mentioned herein are the property of AB Sciex Pte. Ltd. or their respective owners. AB SCIEX™ is being used under license.

MKT02-653A

Food and Beverage Testing



QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ ADを使用した農薬添加回収試験（小松菜）

QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ ADを使用した農薬添加回収試験の結果をご紹介します。

前処理は、STQ-LC法（アイスティサイエンス社）を使用して行いました。

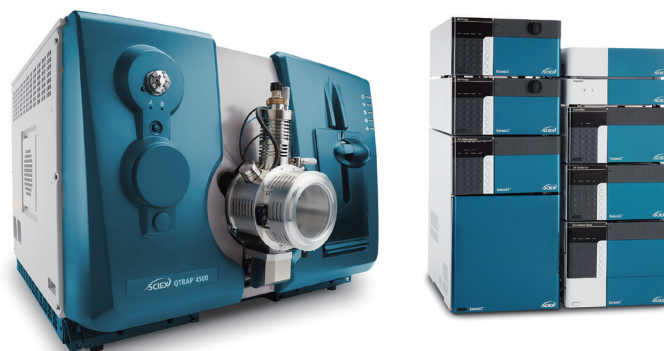
サンプル情報

水分：94.1%
脂質：0.2%
脂肪酸：0.9%
たんばく質：1.5%



凍結粉砕法試料を
予冷式ドライアイスにて粉砕

※写真はイメージです。



サンプル前処理



Step 1

- 試料 10g 採取

Step 2

- 各2ppm 混合標準溶液 50μL, アセトニトリル 10mL

Step 3

- ホモジナイズ(13000 rpm 1分間)

Step 4

- NaCl(食塩) 1g ●クエン酸水素2Na1.5水和物 0.5g
- クエン酸 3Na2 水和物 1g ●MgSO₄ (無水硫酸マグネシウム) 4g

Step 5

- 攪拌(手で振とう1分間)

Step 6

- 遠心分離(3500 rpm 5分間)

ST-L400 自動精製

Step 7

- アセトニトリル層 0.5mL を分取

固相

- C18-50mg+PSA-30mg: 精製

Step 8

- 2%ギ酸含有アセトニトリル 0.5mL で溶出

Step 9

- 水 0.5mL 添加

固相

- C18-30mg : 精製

Step 10

- アセトニトリル/水(8/2) 0.5mL で溶出

Step 11

- 溶出液を水で2mLに定容

添加回収試験

粉砕方法	予冷式ドライアイス凍結粉砕法
添加濃度	試料中0.01 ppm(測定濃度 2.5 ppb)
標準溶液	PL2005 MIX-4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 STQ 法用農薬混合標準溶液(極性 53 種類混合) いずれも林純薬工業製
検量線	絶対検量線、一点検量線(2.5 ppb)
検量線希釈溶媒	下記①:②:③:④の混合液(1:1:1:1) ①アセトニトリル ②2%ギ酸含有アセトニトリル ③アセトニトリル/水(8/2) ④水
自動処理時間	約10分



LC メソッド

カラム	L-column2 ODS 2.1mm I.D.×150mm L. 粒子径 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
移動相 B	0.5mM 酢酸アンモニウム含有メタノール
流速	0.2mL/min 注入量 1μL
グラジエント条件 %B	10%→50%(0-1min [※])※アセフェートなどの高極性農薬のピーク形状が改善 98%(1-17min)→98%(17-23min)→10%(23-30min)
分析時間	30min(Pos/Neg スwitchング)



MS メソッド

イオン化モード	ESI Positive/Negative
イオンブレイ電圧	4500V/-4500V イオンソース温度 350℃
測定モード	sMRM(scheduled Multiple Reaction Monitoring)

Food and Beverage Testing



結果

No.	Sample Name	媒体 std を 用いた場合 ^{a)}		マトリックス std を 用いた場合 ^{b)}		No.	Sample Name	媒体 std を 用いた場合 ^{a)}		マトリックス std を 用いた場合 ^{b)}		No.	Sample Name	媒体 std を 用いた場合 ^{a)}		マトリックス std を 用いた場合 ^{b)}	
		回収率 (%)	回収率 (%)	回収率 (%)	回収率 (%)			回収率 (%)	回収率 (%)	回収率 (%)	回収率 (%)			回収率 (%)	回収率 (%)	回収率 (%)	回収率 (%)
1	1-Naphthylacetamide	101	106	74	Fenpyroximate Z	87	91	147	Propoxur	91	99	147	Propoxur	91	99		
2	3-OH-carbofuran	119	106	75	Fensulfothion	99	108	148	Propoxycarbazone	91	102	148	Propoxycarbazone	91	102		
3	Abamectin	83	87	76	Ferimzone EandZ	99	103	149	Prosulfuron	102	86	149	Prosulfuron	102	86		
4	Acephate	82	95	77	Flazasulfuron	71	88	150	Pyraclostrobin	92	99	150	Pyraclostrobin	92	99		
5	Acetamiprid	138	96	78	Florasulam	90	101	151	Pyrazolynate	91	100	151	Pyrazolynate	91	100		
6	Acetbenzolar-S-methyl	92	107	79	Fluazifop	79	80	152	Pyrazosulfuron-ethyl	84	105	152	Pyrazosulfuron-ethyl	84	105		
7	Aldicarb	102	96	80	Flufenacet	97	99	153	Pyrifthalid	98	96	153	Pyrifthalid	98	96		
8	Aldoxycarb	109	116	81	Flufenoxuron	91	98	154	Pyroquilon	102	96	154	Pyroquilon	102	96		
9	Anilofos	94	101	82	Flumetsulam	93	92	155	Quinoclamine	77	96	155	Quinoclamine	77	96		
10	Aramite	93	95	83	Fluridone	104	98	156	Quizalofop-ethyl	92	101	156	Quizalofop-ethyl	92	101		
11	Atrazine	106	104	84	Flusilazole	95	92	157	Simazine	93	99	157	Simazine	93	99		
12	Azafenidin	101	105	85	Flutriafol	97	92	158	Simeconazole	90	104	158	Simeconazole	90	104		
13	Azamephiphos	105	107	86	Foramsulfuron	74	79	159	Simetryn	92	89	159	Simetryn	92	89		
14	Azimsulfuron	87	89	87	Forchlorfenuron	98	95	160	Spinosyn A	79	82	160	Spinosyn A	79	82		
15	Azinphos-methyl	95	105	88	Fosthiazate1and2	103	96	161	Spinosyn D	70	74	161	Spinosyn D	70	74		
16	Azoxystrobin	101	95	89	Furametpyr	98	99	162	Spiroxamine-AandB	90	91	162	Spiroxamine-AandB	90	91		
17	Bendiocarb	87	99	90	Furathiocarb	81	109	163	Sulfentrazone	114	101	163	Sulfentrazone	114	101		
18	Bensulfuron-methyl	87	98	91	Halosulfuron-methyl	97	97	164	Sulfosulfuron	90	89	164	Sulfosulfuron	90	89		
19	Benzofenap	100	96	92	Haloxyfop	82	86	165	TCMTB	84	84	165	TCMTB	84	84		
20	Bitertanol	96	96	93	Hexaconazole	90	98	166	Tebufenozide	99	106	166	Tebufenozide	99	106		
21	Boscalid	95	98	94	Hexaflumuron*	87	135	167	Tebuthiuron	94	102	167	Tebuthiuron	94	102		
22	Bromacil	90	109	95	Hexazinon	104	109	168	Teflubenzuron	94	144	168	Teflubenzuron	94	144		
23	Butafenacil	87	86	96	Hexythiazox	85	93	169	Tetrachlorvinphos	86	107	169	Tetrachlorvinphos	86	107		
24	Carbaryl	103	112	104	Imazalil	92	100	170	Tetraconazole	86	93	170	Tetraconazole	86	93		
25	Carbofuran	104	108	98	Imazamethabenz-methyl	90	90	171	Thiabendazole	98	92	171	Thiabendazole	98	92		
26	Carboxin	80	87	99	Imazaquin	94	83	172	Thiacloprid	93	112	172	Thiacloprid	93	112		
27	Carpropamide	102	100	100	Imazosulfuron	89	81	173	Thiamethoxam	94	109	173	Thiamethoxam	94	109		
28	Chloridazon	100	96	101	Imibenconazole	74	108	174	Thidiazuron*	91	94	174	Thidiazuron*	91	94		
29	Chlorimuron-ethyl	90	88	102	Imidacloprid	88	99	175	Thifensulfuron-methyl	89	88	175	Thifensulfuron-methyl	89	88		
30	Chlorsulfuron	84	99	103	Indanofan	96	105	176	Thifluzamide*	82	100	176	Thifluzamide*	82	100		
31	Chlorxuron	98	106	104	Indoxacarb	96	99	177	Thiodicarb	63	57	177	Thiodicarb	63	57		
32	Chromafenozide	94	100	105	Iodosulfuron-methyl	98	103	178	Tolfenpyrad	90	97	178	Tolfenpyrad	90	97		
33	Cinosulfuron	79	96	106	Iprovalicarb	102	108	179	Tralkoxydim	93	97	179	Tralkoxydim	93	97		
34	Clodinafop acid	94	92	107	Isoprocarb	96	104	180	Triadimenol	94	105	180	Triadimenol	94	105		
35	Clofentezine	96	109	108	Isoxaflutole	108	133	181	Triasulfuron	96	112	181	Triasulfuron	96	112		
36	Cloprop	92	94	109	Isoxathion-oxon	88	88	182	Tricyclazole	93	93	182	Tricyclazole	93	93		
37	Cloquintocet-mexyl	90	94	110	Lactofen	94	98	183	Tridemorph E	73	76	183	Tridemorph E	73	76		
38	Cloransulam-methyl	83	103	111	Lenacil	90	96	184	Tridemorph Z	74	80	184	Tridemorph Z	74	80		
39	Cloranthidin	79	95	112	Linuron	96	103	185	Trifloxysulfuron	87	84	185	Trifloxysulfuron	87	84		
40	Cumyruon	89	102	113	Lufenuron*	144	149	186	Trifluriduron	89	110	186	Trifluriduron	89	110		
41	Cyanazine	93	114	114	Mepanipyrim	99	100	187	Triflurosulfuron methyl	85	96	187	Triflurosulfuron methyl	85	96		
42	Cyazofamid	96	96	115	Mesosulfuron-methyl	98	87	188	Triticonazole	94	105	188	Triticonazole	94	105		
43	Cycloate	93	105	116	Methabenzthiazuron	94	97	189	XMC	94	104	189	XMC	94	104		
44	Cyclosulfamuron	81	94	117	Methamidophos	73	92										
45	Cyflufenamide	91	105	118	Methiocarb	97	101										
46	Cyproconazole-1	82	94	119	Methomyl	114	128										
47	Cyproconazole-2	92	105	120	Methoxyfenozide*	95	107										
48	Cyprodinil	95	101	121	Metosulam	87	89										
49	DDVP	100	111	122	Metsulfuron-methyl	92	110										
50	Demeton-S-methyl	93	100	123	MevinphosE	92	105										
51	Di-allate	100	90	124	MevinphosZ	108	105										
52	Dichlosulam	86	99	125	Monocrotophos	99	103										
53	Diclofomezine	98	106	126	Monolinuron	110	96										
54	Diclotophos	86	101	127	Myclobutanil	94	94										
55	Difenoconazole1and2	93	98	128	Naproanilide*	93	102										
56	Diflubenzuron	105	103	129	Naptalam	45	61										
57	Dimethirimol	97	99	130	Norflurazon*	93	97										
58	Dimethoate	93	104	131	Novaluron	95	104										
59	DimethomorphE	85	95	132	Omethoate	86	101										
60	DimethomorphZ	91	99	133	Oxadixyl	97	93										
61	Diuron	94	104	134	Oxamyl	91	98										
62	Dymuron	104	107	135	Oxaziclomefone	89	97										
63	Epoxiconazole	92	100	136	Oxycarboxin	88	98										
64	Ethametsulfuron-methyl	80	90	137	Pencycuron	93	99										
65	Ethoxysulfuron	82	88	138	Penoxsulam	106	100										
66	Fenamidone	94	98	139	Pentoxazone	46	54										
67	Fenamiphos	96	108	140	Phenmedipham	98	102										
68	Fenbuconazole	87	96	141	PhosphamidoneE	112	107										
69	Fenhexamid	94	94	142	PhosphamidoneZ	100	97										
70	Fenobucarb	89	94	143	Primicarb	99	95										
71	Fenoxaprop-ethyl	90	95	144	Primisulfuron methyl	82	91										
72	Fenoxycarb	89	97	145	Prohydrojasmon1and2	113	102										
73	Fenpyroximate E	91	98	146	Propaquizafop	90	99										

n=5, 添加濃度：試料中 0.02ppm (測定濃度 2.5ppb) * : ポジティブ、ネガティブ両モードで測定
a) 添加回収サンプル÷溶媒 std × 100 b) 添加回収サンプル÷マトリックス std × 100

0 ~ 50%	120 ~ 199%
50 ~ 69%	200% ~ or 判定不応



株式会社 エービー・サイエックス

本社：〒140-0001 東京都品川区北品川 4-7-35 御殿山トラストタワー 21F

TEL: 0120 (318) 551 FAX: 0120 (318) 040

大阪：〒531-0072 大阪府大阪市北区豊崎 3-19-3 ピアスタワー 3F

www.sciex.jp Email: jp_sales@sciex.com

本製品は研究用のみ使用できます。診断目的およびその手続き上での使用はできません。

© 2018 AB Sciex. For Research Use Only. Not for use in diagnostic procedures. The trademarks mentioned herein are the property of AB Sciex Pte. Ltd. or their respective owners. AB SCIEX™ is being used under license.

MKT02-656A

Food and Beverage Testing



QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ AD を使用した農薬添加回収試験（りんご）

QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ ADを使用した農薬添加回収試験の結果をご紹介します。

前処理は、ST-L300自動精製装置（アイスティサイエンス社製）を使用して行いました。

サンプル情報

水分：84.1%
脂質：0.2%
脂肪酸：0.05%
タンパク質：0.1%
りんごは予冷式ドライアイス凍結粉碎にて粉碎



サンプル前処理



Step 1	●試料 10g 採取
Step 2	●各2ppm 混合標準溶液 50μL, アセトニトリル 10mL
Step 3	●ホモジナイズ(12000 rpm 1分間)
Step 4	●NaCl(食塩) 1g ●クエン酸水素2Na1.5水和物0.5g ●クエン酸3Na2水和物1g ●MgSO4(無水硫酸マグネシウム)4g
Step 5	●攪拌(手で振とう1分間)
Step 6	●遠心分離(3500 rpm 5分間)
Step 7	●アセトニトリル層を試料瓶に分取

ST-L300 自動精製

Step 8	●抽出液(アセトニトリル) 0.5mL 分取
固相	●C18-50mg+PSA-30mg: 精製
Step 9	●0.4% ギ酸含有-メタノール/水(8/2) 1mLで溶出
Step 10	●水 0.2mL 添加(自動混合)
固相	●C18-30mg: 精製
Step 11	●メタノール/水(8/2) 0.3mLで溶出
Step 12	●溶出液を水で2mLに定容

添加回収試験

粉碎方法	予冷式ドライアイス凍結粉碎
添加濃度	試料中0.01 ppm(測定濃度 2.5 ppb)
標準溶液	PL2005 MIX-4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 STQ 法用農薬混合標準溶液(極性 53 種類混合) いずれも林純薬工業製
検量線	絶対検量線、一点検量線(2.5 ppb)
検量線希釈溶媒	下記①:②:③:④の混合液(5:10:3:2) ①アセトニトリル ②0.4% ギ酸含有-メタノール/水(8/2) ③メタノール/水(8/2) ④水
自動処理時間	約 10 分



LCメソッド

カラム	L-column2 ODS 2.1mm I.D.×150mm L. 粒子径 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
移動相 B	0.5mM 酢酸アンモニウム含有メタノール
流速	0.2mL/min 注入量 1μL
グラジエント条件 %B	10%→50%(0-1min [※]) ※アセフェートなどの高極性農薬のピーク形状が改善 98%(1-17min)→98%(17-23min)→10%(23-30min)
分析時間	30min(Pos/Neg スイッチング)



MSメソッド

イオン化モード	ESI Positive/Negative
イオンスプレー電圧	4500V/-4500V イオンソース温度 350℃
測定モード	sMRM(scheduled Multiple Reaction Monitoring)

Food and Beverage Testing



結果

No. Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)	No. Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)	No. Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)
1 1-Naphthylacetamide	91	102	75 Fenpyroximate Z	67	85	149 Propaquizafop	93	104
2 3-OH-carbofuran	84	91	76 Fensulfothion	97	101	150 Propoxur	97	110
3 Abamectin	54	59	77 Ferimzone EandZ	98	97	151 Propoxycarbazon	120	101
4 Acephate	86	96	78 Flazasulfuron	76	91	152 Prosulfuron	90	93
5 Acetamidiprid	98	100	79 Florasulam	78	97	153 Pyraclostrobin	90	96
6 Acibenzolar-S-methyl	91	98	80 Fluazifop	99	110	154 Pyrazolynate	90	93
7 Aldicarb	98	108	81 Flufenacet	93	101	155 Pyrazosulfuron-ethyl	105	110
8 Aldoxycarb	120	100	82 Flufenoxuron	78	86	156 Pyrifthalid	91	91
9 Anilofos	93	101	83 Flumetsulam	69	90	157 Pyroquilon	94	103
10 Aramite	89	97	84 Fluridone	95	100	158 Quinoclamine	81	86
11 Atrazine	93	102	85 Flusilazole	94	100	159 Quizalofop-ethyl	91	96
12 Azafenidin	98	114	86 Flutriafol	89	103	160 Simazine	83	101
13 Azamethiphos	95	100	87 Foramsulfuron	131	113	161 Simeconazole	97	103
14 Azimsulfuron	91	98	88 Forchlorfenuron	86	100	162 Simetryn	100	102
15 Azinphos-methyl	99	96	89 Fosthiazate1and2	104	111	163 Spinosyn A	89	93
16 Azoxystrobin	97	102	90 Furametpyr	90	105	164 Spinosyn D	78	87
17 Bendiocarb	98	100	91 Furathiocarb	98	100	165 Spiroxamine-AandB	95	97
18 Bensulfuron-methyl	99	106	92 Halosulfuron-methyl	88	94	166 Sulfentrazone	90	90
19 Benzofenap	97	102	93 Haloxypop	91	104	167 Sulfosulfuron	110	86
20 Biteranol	87	99	94 Hexaconazole	94	107	168 TCMTB	96	101
21 Boscalid	92	104	95 Hexaflumuron	89	85	169 Tebufenozide	93	97
22 Bromacil	86	102	96 Hexazinon	91	104	170 Tebuthiuron	92	98
23 Butafenacil	97	101	97 Hexythiazox	86	93	171 Teflubenzuron	91	94
24 Carbaryl	90	103	98 Imazalil	93	101	172 Tetrachlorvinphos	88	101
25 Carbofuran	94	106	99 Imazamethabenz-methyl	89	105	173 Tetraconazole	90	109
26 Carboxin	98	113	100 Imazaquin	79	108	174 Thiabendazole	93	100
27 Carpropamide	94	107	101 Imazosulfuron	84	84	175 Thiacloprid	79	100
28 Chloridazon	85	120	102 Imibenconazole	107	76	176 Thiamethoxam	77	93
29 Chlorimuron-ethyl	106	87	103 Imibenconazole debenzyl	109	124	177 Thidiazuron	87	99
30 Chlorosulfuron	97	96	104 Imidacloprid	91	101	178 Thifensulfuron-methyl	84	89
31 Chlorxuron	90	98	105 Indanofan	98	113	179 Thifluzamide	93	105
32 Chromafenozide	100	109	106 Indoxacarb	92	102	180 Thiodicarb	88	121
33 Cinosulfuron	114	108	107 Iodosulfuron-methyl	76	91	181 Tolfenpyrad	83	93
34 Clodinafop acid	95	114	108 Iprodion	118	129	182 Tralkoxydim	86	90
35 Clofentazine	98	104	109 Iprovalicarb	92	105	183 Triadimenol	93	103
36 Clomeprop	88	105	110 Isoprocab	94	103	184 Trisulfuron	109	99
37 Cloquintocet-mexyl	90	97	111 Isoxaflutole	90	97	185 Tricyclazole	83	89
38 Cloransulam-methyl	83	93	112 Isoxathion-oxon	97	100	186 Tridemorph E	85	92
39 Cloranthidin	86	101	113 Lactofen	93	99	187 Tridemorph Z	93	108
40 Cumyruon	91	98	114 Lenacil	99	108	188 Trifloxysulfuron	101	99
41 Cyanazine	95	95	115 Linuron	83	95	189 Triflururon	85	99
42 Cyazofamid	91	80	116 Lufenuron	76	85	190 Triflurosulfuron methyl	92	87
43 Cycloate	91	101	117 Mepanipyrim	105	122	191 Triticonazole	90	100
44 Cyclosulfamuron	87	91	118 Mesosulfuron-methyl	97	101	192 XMC	98	111
45 Cyflufenamide	90	101	119 Methabenzthiazuron	87	93	ネガティブモード対象成分		
46 Cyproconazole-1	88	94	120 Methamidophos	82	97	193 2,4-D	96	100
47 Cyproconazole-2	100	104	121 Methiocarb	97	96	194 2,4-DP (Dichlorprop)	89	96
48 Cyprodinil	101	100	122 Methomyl	96	101	195 4-Chlorophenoxyacetic acid	97	104
49 DDVP	97	107	123 Methoxyfenozide	89	103	196 Acifluorfen	82	83
50 Demeton-S-methyl	121	108	124 Metosulam	91	107	197 Bromoxynil	92	97
51 Di-allate	99	102	125 Metsulfuron-methyl	78	86	198 Cloprop	88	101
52 Dichlosulam	85	89	126 MevinphosE	110	99	199 Cyclanilide	91	107
53 Diclomezine	84	95	127 MevinphosZ	78	90	200 Dicloran	84	71
54 Diclotopos	86	92	128 Monocrotophos	99	105	201 Fluroxypyr	95	106
55 Difenoconazole1and2	93	97	129 Monolinuron	95	100	202 Fomesafen	92	107
56 Diflubenzuron	89	90	130 Myclobutanil	96	107	203 Gibberellin	89	102
57 Dimethirimol	96	100	131 Naproanilide	92	104	204 Hexaflumuron-n	94	102
58 Dimethoate	92	100	132 Naptalam	80	82	205 Ioxynil	93	98
59 DimethomorphE	89	95	133 Norflurazon	101	113	206 Lufenuron-n	86	88
60 DimethomorphZ	99	106	134 Novaluron	91	90	207 MCPA	92	99
61 Dimeton-s-methyl	111	109	135 Omethoate	89	102	208 MCPB	93	99
62 Diuron	98	101	136 Oxadixyl	84	92	209 MCPP (Mecoprop)	97	106
63 Dymuron	93	101	137 Oxamyl	91	98	210 Methoxyfenozide-n	90	98
64 Epoxiconazole	101	100	138 Oxaziclomefone	92	95	211 Naphthaleneacetic acid	91	97
65 Ethametsulfuron-methyl	92	97	139 Oxyacarb	88	96	212 Naproanilide-n	93	97
66 Ethoxysulfuron	96	96	140 Pencycuron	94	99	213 Norflurazon-n	91	99
67 Fenamidone	102	103	141 Penoxsulam	115	107	214 Oryzalin	104	109
68 Fenamiphos	95	101	142 Pentoxazone	91	107	215 Thidiazuron-n	97	101
69 Fenbuconazole	96	100	143 Phenmedipham	87	98	216 Triclopyr	98	115
70 Fenhexamid	75	99	144 PhosphamidoneE	105	110	217 Trifluzamide	100	105
71 Fenobucarb	95	103	145 PhosphamidoneZ	80	100			
72 Fenoxaprop-ethyl	153	74	146 Primicarb	99	100			
73 Fenoxycarb	98	108	147 Primisulfuron methyl	102	87			
74 Fenpyroximate E	89	89	148 Prohydrojasmon1and2	100	101			



株式会社 エービー・サイエックス

本社：〒140-0001 東京都品川区北品川4-7-35 御殿山トラストタワー21F

TEL: 0120(318)551 FAX: 0120(318)040

大阪：〒531-0072 大阪府大阪市北区豊崎3-19-3

<http://www.sciex.jp> Email: jp_sales@sciex.com

Food and Beverage Testing



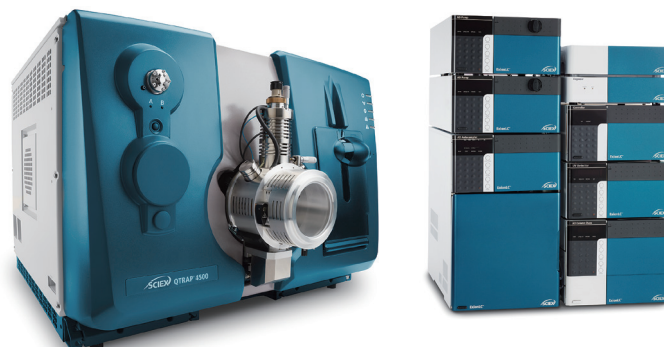
QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ ADを使用した農薬添加回収試験（オレンジ）

QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ ADを使用した農薬添加回収試験の結果をご紹介します。

前処理は、ST-L300 自動精製装置（アイスティサイエンス社製）を使用して行いました。

サンプル情報

水分：88.7%
脂質：0.1%
脂肪酸：0.05%
タンパク質：0.9%
オレンジは、
果皮も含めて果実全体を試験に供す



サンプル前処理



Step 1	●試料 10g 採取
Step 2	●各2ppm 混合標準溶液 50μL, アセトニトリル 10mL
Step 3	●ホモジナイズ(12000 rpm 1分間)
Step 4	●NaCl(食塩) 1g ●クエン酸水素2Na1.5水和物0.5g ●クエン酸3Na2水和物1g ●MgSO4(無水硫酸マグネシウム)4g
Step 5	●攪拌(手で振とう1分間)
Step 6	●遠心分離(3500 rpm 5分間)
Step 7	●アセトニトリル層を試料瓶に分取

ST-L300 自動精製

Step 8	●抽出液(アセトニトリル) 1mL分取
固相	●C18-30mg+PSA-30mg：精製
Step 9	●0.4% ギ酸メタノール 1 mLで溶出
Step 10	●水 0.5mL 添加(自動混合)
固相	●C18-50mg：精製
Step 11	●メタノール/水(8/2) 1mLで溶出
Step 12	●溶出液を水で4mLに定容

添加回収試験

粉碎方法	予冷式ドライアイス凍結粉碎
添加濃度	試料中0.01 ppm(測定濃度 2.5 ppb)
標準溶液	PL2005 MIX-4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 STQ 法用農薬混合標準溶液(極性 53 種類混合) いずれも林純薬工業製
検量線	絶対検量線、一点検量線(2.5 ppb)
検量線希釈溶媒	下記①:②:③:④の混合液(1:1:1:1) ①アセトニトリル ②0.4% ギ酸含有メタノール ③メタノール/水(8/2) ④水
自動処理時間	約 10 分



LCメソッド

カラム	L-column2 ODS 2.1mm I.D.×150mm L. 粒子径 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
移動相 B	0.5mM 酢酸アンモニウム含有メタノール
流速	0.2mL/min 注入量 1μL
グラジエント条件 %B	10%→50%(0-1min [※]) ※アセフェートなどの高極性農薬のピーク形状が改善 98%(1-17min)→98%(17-23min)→10%(23-30min)
分析時間	30min(Pos/Neg スイッチング)



MSメソッド

イオン化モード	ESI Positive/Negative
イオンスプレー電圧	4500V/-4500V イオンソース温度 350℃
測定モード	sMRM(scheduled Multiple Reaction Monitoring)

Food and Beverage Testing



結果

No. Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)	No. Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)	No. Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)
1 1-Naphthylacetamide	57	95	76 Fenpyroximate Z	96	100	151 propoxur	91	107
2 3-OH-carbofuran	59	112	77 Fensulfothion	105	101	152 Propoxycarbazone	69	59
3 Abamectin	92	93	78 Ferimzone EandZ	75	100	153 Prosulfuron	61	58
4 Acephate	89	94	79 Flazasulfuron	99	96	154 Pyraclostrobin	96	97
5 Acetamidiprid	45	94	80 Florasulam	100	109	155 Pyrazolynate	95	100
6 Acibenzolar-S-methyl	93	90	81 Fluazifop	93	95	156 Pyrazosulfuron-ethyl	116	106
7 Aldicarb	89	97	82 Flufenacet	96	98	157 Pyrifthalid	78	93
8 Aldoxycarb	126	148	83 Flufenoxuron	94	98	158 pyroquilon	71	78
9 Anilofos	99	98	84 Flumetsulam	128	105	159 Quinoclamine	95	91
10 Aramite	101	103	85 Fluridone	88	89	160 Quizalofop-ethyl	98	103
11 atrazine	82	103	86 Flusilazole	85	92	161 Silafluofen	24	25
12 Azafenidin	91	101	87 Flutriafol	81	93	162 Simazine	75	106
13 Azamethiphos	89	104	88 Foramsulfuron	111	78	163 Simeconazole	90	97
14 Azimsulfuron	106	97	89 Forchlorfenuron	68	100	164 Simetryn	86	100
15 Azinphos-methyl	92	99	90 Fosthiazate1and2	91	74	165 Spinosyn A	92	90
16 Azoxystrobin	89	102	91 Furametpyr	90	107	166 Spinosyn D	82	86
17 Bendiocarb	87	80	92 Furathiocarb	103	106	167 Spiroxamine-AandB	94	94
18 Bensulfuron-methyl	99	93	93 Halosulfuron-methyl	112	104	168 Sulfentrazone	77	99
19 Benzofenap	89	97	94 Haloxyfop	92	99	169 Sulfosulfuron	81	84
20 Biteranol	106	96	95 Hexaconazole	99	94	170 TCMTB	93	94
21 Boscalid	87	97	96 Hexaflumuron	126	109	171 Tebufenozide	95	105
22 Bromacil	82	84	97 hexazinon	83	101	172 Tebuthiuron	78	101
23 Butafenacil	94	101	98 Hexythiazox	95	101	173 Teflubenzuron	135	114
24 Carbaryl	91	110	99 Imazalil	108	101	174 Tetrachlorvinphos	81	94
25 Carbofuran	97	102	100 imazamethabenz-methyl	85	92	175 Tetraconazole	77	84
26 carboxin	97	98	101 Imazaquin	77	89	176 Thiabendazole	61	88
27 Carpropamide	100	96	102 Imazosulfuron	107	74	177 Thiacloprid	71	93
28 Chloridazon	79	104	103 Imibenconazole	108	120	178 Thiamethoxam	81	91
29 Chlorimuron-ethyl	96	108	104 Imibenconazole debenzyl	45	54	179 Thidiazuron	74	105
30 Chlorsulfuron	103	105	105 Imidacloprid	77	104	180 Thifensulfuron-methyl	99	107
31 Chlorsuxuron	101	106	106 Indanofan	91	91	181 Thifluzamide	78	88
32 Chromafenozide	96	109	107 Indoxacarb	86	90	182 Thiodicarb	100	98
33 Cinosulfuron	101	95	108 Iodosulfuron-methyl	127	84	183 Tolfenpyrad	102	109
34 Clodinafop acid	76	86	109 Iprodion	68	123	184 Tralkoxydim	63	95
35 Clofentazine	102	102	110 Iprovalicarb	93	112	185 Triadimenol	91	94
36 Clomeprop	99	108	111 Isoprocab	105	103	186 Triasulfuron	129	89
37 Cloquintocet-mexyl	93	92	112 Isoxaflutole	82	81	187 Tribenuron methyl	69	85
38 Cloransulam-methyl	90	94	113 isoxathion-oxon	101	110	188 Tricyclazole	81	86
39 Clothianidin	64	85	114 Lactofen	104	99	189 Tridemorph E	101	94
40 Cumyruon	68	105	115 Lenacil	90	94	190 Tridemorph Z	95	99
41 cyanazine	60	102	116 Linuron	82	104	191 Trifloxysulfuron	114	83
42 Cyazofamid	101	104	117 Lufenuron	107	142	192 Triflururon	95	96
43 Cycloate	107	95	118 Mepanipyrim	99	107	193 Triflusaluron methyl	93	104
44 Cycloprothrin	203	125	119 Mesosulfuron-methyl	125	91	194 Triticonazole	79	102
45 Cyclosulfamuron	83	99	120 Methabenzthiazuron	86	94	195 XMC	89	92
46 Cyflufenamide	97	100	121 Methamidophos	69	82	ネガティブモード対象成分		
47 Cyproconazole-1	104	106	122 Methiocarb	87	96	196 2-4-D	81	92
48 Cyproconazole-2	85	90	123 Methomyl	87	90	197 2-4-DP (Dichlorprop)	110	106
49 Cyprodinil	97	95	124 Methoxyfenozide	56	94	198 4-Chlorophenoxyacetic acid	92	88
50 DDVP(Dichlorvos)	123	105	125 Metosulam	97	82	199 Acifluorfen	73	74
51 demeton-S-methyl	83	96	126 Metsulfuron-methyl	98	100	200 Bromoxynil	79	95
52 Di-allate	88	84	127 mevinphosE	62	96	201 Cloprop	98	90
53 Dichlosulam	97	109	128 mevinphosZ	121	109	202 Cyclanilide	85	81
54 Diclomezine	97	103	129 monocrotophos	79	115	203 Dicloran	105	83
55 Diclotopos	76	84	130 Monolinuron	102	121	204 Dimethipin	92	73
56 Difenconazole1and2	93	94	131 Myclobutanil	81	99	205 Fluroxypyr	88	87
57 Diflubenzuron	94	91	132 Naproanilide	100	109	206 Fomesafen	88	88
58 Dimethirimol	82	92	133 Naptalam	105	105	207 Gibberellin	57	89
59 Dimethoate	81	89	134 Norflurazon	88	93	208 Hexaflumuron-n	98	105
60 DimethomorphE	86	94	135 Nvaluron	95	104	209 Ioxynil	77	91
61 DimethomorphZ	60	98	136 omethoate	72	95	210 Lufenuron-n	90	98
62 Dimeton-s-methyl	89	91	137 oxadixyl	76	83	211 MCPA	100	93
63 Diuron	97	108	138 Oxamyl	87	104	212 MCPB	96	104
64 Dymuron	89	95	139 Oxaziclomefone	94	100	213 MCPP (Mecoprop)	97	94
65 Epoxiconazole	98	94	140 Oxyacarb	81	96	214 Methoxyfenozide-n	70	96
66 Ethametsulfuron-methyl	114	95	141 Pencycuron	90	92	215 Naphthaleneacetic acid	68	72
67 Ethoxysulfuron	88	91	142 Penoxsulam	130	109	216 Naproanilide-n	93	96
68 Fenamidone	86	94	143 Pentoxazone	89	85	217 Norflurazon-n	94	99
69 Fenamiphos	78	96	144 Phenmedipham	70	74	218 Oryzalin	100	104
70 Fenbuconazole	82	104	145 PhosphamidoneE	101	88	219 Thidiazuron-n	82	99
71 Fenhexamid	90	104	146 PhosphamidoneZ	76	96	220 Triclopyr	93	85
72 Fenobucarb	88	107	147 Primicarb	89	98	221 Trifluzamide	99	100
73 Fenoxaprop-ethyl	106	108	148 Primisulfuron methyl	92	86			
74 Fenoxycarb	105	96	149 prohydrojasmon1and2	80	111			
75 Fenpyroximate E	97	95	150 Propaquizafop	105	103			



株式会社 エービー・サイエックス

本社：〒140-0001 東京都品川区北品川4-7-35 御殿山トラストタワー21F

TEL: 0120(318)551 FAX: 0120(318)040

大阪：〒531-0072 大阪府大阪市北区豊崎3-19-3

<http://www.sciex.jp> Email: jp_sales@sciex.com

QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ AD を使用した農薬添加回収試験（GF）

QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ ADを使用した農薬添加回収試験の結果をご紹介します。

前処理は、ST-L300自動精製装置（アイスティサイエンス社製）を使用して行いました。

サンプル情報

水分：89.0%
脂質：0.1%
脂肪酸：0.05%
タンパク質：0.9%
グレープフルーツは、
果皮も含めて果実全体を試験に供す



サンプル前処理



Step 1	●試料 10g 採取
Step 2	●各2ppm 混合標準溶液 50μL, アセトニトリル 10mL
Step 3	●ホモジナイズ(12000 rpm 1分間)
Step 4	●NaCl(食塩) 1g ●クエン酸水素2Na1.5水和物0.5g ●クエン酸3Na2水和物1g ●MgSO4(無水硫酸マグネシウム)4g
Step 5	●攪拌(手で振とう1分間)
Step 6	●遠心分離(3500 rpm 5分間)
Step 7	●アセトニトリル層を試料瓶に分取

ST-L300 自動精製

Step 8	●抽出液(アセトニトリル) 1mLを分取
固相	●C18-30mg+PSA-30mg：精製
Step 9	●0.4% ギ酸メタノール 1mLで溶出
Step 10	●水 0.5mL 添加(自動混合)
固相	●C18-50mg：精製
Step 11	●メタノール/水(8/2) 1mLで溶出
Step 12	●溶出液を水で4mLに定容

添加回収試験

粉碎方法	予冷式ドライアイス凍結粉碎
添加濃度	試料中0.01 ppm(測定濃度2.5 ppb)
標準溶液	PL2005 MIX-4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 STQ 法用農薬混合標準溶液(極性53種類混合) いずれも林純薬工業製
検量線	絶対検量線、一点検量線(2.5 ppb)
検量線希釈溶媒	下記①:②:③:④の混合液(1:1:1:1) ①アセトニトリル ②0.4% ギ酸含有メタノール ③メタノール/水(8/2) ④水
自動処理時間	約10分



LCメソッド

カラム	L-column2 ODS 2.1mm I.D.×150mm L. 粒子径 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
移動相B	0.5mM 酢酸アンモニウム含有メタノール
流速	0.2mL/min 注入量 1μL
グラジエント条件	10%→50%(0-1min [※]) ※アセフェートなどの高極性農薬のピーク形状が改善 %B 98%(1-17min)→98%(17-23min)→10%(23-30min)
分析時間	30min(Pos/Neg スイッチング)



MSメソッド

イオン化モード	ESI Positive/Negative
イオンスプレー電圧	4500V/-4500V イオンソース温度 350℃
測定モード	sMRM(scheduled Multiple Reaction Monitoring)

Food and Beverage Testing



結果

No. Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)	No. Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)	No. Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)
1 1-Naphthylacetamide	58	104	76 Fenpyroximate Z	92	82	151 propoxur	89	96
2 3-OH-carbofuran	85	95	77 Fensulfothion	67	91	152 Propoxycarbazone	90	70
3 Abamectin	89	94	78 Ferimzone EandZ	84	86	153 Prosulfuron	109	84
4 Acephate	83	78	79 Flazasulfuron	86	82	154 Pyraclostrobin	-	-
5 Acetamidiprid	62	99	80 Florasulam	94	92	155 Pyrazolynate	88	91
6 Acibenzolar-S-methyl	90	104	81 Fluazifop	95	95	156 Pyrazosulfuron-ethyl	104	101
7 Aldicarb	92	79	82 Flufenacet	87	92	157 Pyrifthalid	92	89
8 Aldoxycarb	78	78	83 Flufenoxuron	87	94	158 pyroquilon	85	124
9 Anilofos	82	96	84 Flumetsulam	241	89	159 Quinoclamine	103	66
10 Aramite	97	86	85 Fluridone	94	97	160 Quizalofop-ethyl	98	89
11 atrazine	87	103	86 Flusilazole	75	81	161 Silafluofen	24	23
12 Azafenidin	77	86	87 Flutriafol	77	94	162 Simazine	92	103
13 Azamethiphos	76	98	88 Foramsulfuron	113	83	163 Simeconazole	80	75
14 Azimsulfuron	67	91	89 Forchlorfenuron	66	102	164 Simetryn	93	93
15 Azinphos-methyl	100	88	90 Fosthiazate1and2	77	102	165 Spinosyn A	92	82
16 Azoxystrobin	101	102	91 Furametpyr	92	96	166 Spinosyn D	90	81
17 Bendiocarb	105	105	92 Furathiocarb	115	76	167 Spiroxamine-AandB	94	80
18 Bensulfuron-methyl	86	90	93 Halosulfuron-methyl	88	95	168 Sulfentrazone	61	47
19 Benzofenap	91	82	94 Haloxyfop	86	75	169 Sulfosulfuron	100	80
20 Biteranol	100	96	95 Hexaconazole	118	100	170 TCMTB	92	92
21 Boscalid	84	87	96 Hexaflumuron	133	91	171 Tebufenozide	100	92
22 Bromacil	72	100	97 hexazinon	99	89	172 Tebuthiuron	77	91
23 Butafenacil	74	90	98 Hexythiazox	80	80	173 Teflubenzuron	86	93
24 Carbaryl	79	84	99 Imazalil	-	-	174 Tetrachlorvinphos	66	65
25 Carbofuran	102	120	100 imazamethabenz-methyl	88	97	175 Tetraconazole	99	101
26 carboxin	90	93	101 Imazaquin	69	89	176 Thiabendazole	-	-
27 Carpropamide	75	82	102 Imazosulfuron	66	71	177 Thiadiazole	65	89
28 Chloridazon	76	88	103 Imibenconazole	98	92	178 Thiamethoxam	77	88
29 Chlorimuron-ethyl	89	92	104 Imibenconazole debenzyl	108	58	179 Thidiazuron	64	93
30 Chlorosulfuron	115	83	105 Imidacloprid	101	107	180 Thifensulfuron-methyl	108	87
31 Chlorxuron	86	81	106 Indanofan	80	72	181 Thifluzamide	86	101
32 Chromafenozide	89	85	107 Indoxacarb	108	105	182 Thiodicarb	84	76
33 Cinosulfuron	68	78	108 Iodosulfuron-methyl	134	87	183 Tolfenpyrad	96	90
34 Clodinafop acid	60	79	109 Iprodion	183	94	184 Tralkoxydim	64	68
35 Clofentazine	102	92	110 Iprovalicarb	85	81	185 Triadimenol	92	98
36 Clomeprop	93	76	111 Isoprocab	68	84	186 Triflufenuron	90	86
37 Cloquintocet-mexyl	93	79	112 Isoxaflutole	70	108	187 Tribenuron methyl	59	77
38 Cloransulam-methyl	70	81	113 isoxathion-oxon	78	84	188 Tricyclazole	75	88
39 Clotianidin	70	69	114 Lactofen	96	85	189 Tridemorph E	95	79
40 Cumyruon	83	99	115 Lenacil	60	83	190 Tridemorph Z	82	88
41 cyanazine	48	77	116 Linuron	84	88	191 Trifloxysulfuron	108	92
42 Cyazofamid	116	120	117 Lufenuron	82	88	192 Triflumenuron	99	87
43 Cycloate	106	92	118 Mepanipyrim	97	86	193 Triflusaluron methyl	96	94
44 Cycloprothrin	-	-	119 Mesosulfuron-methyl	107	83	194 Triticonazole	78	84
45 Cyclosulfamuron	90	87	120 Methabenzthiazuron	70	81	195 XMC	83	106
46 Cyflufenamide	94	87	121 Methamidophos	61	75	ネガティブモード対象成分		
47 Cyproconazole-1	89	89	122 Methiocarb	74	73	196 2-4-D	123	84
48 Cyproconazole-2	85	88	123 Methomyl	94	92	197 2-4-DP (Dichlorprop)	93	90
49 Cyprodinil	83	83	124 Methoxyfenozide	118	97	198 4-Chlorophenoxyacetic acid	97	80
50 DDVP(Dichlorvos)	94	131	125 Metosulam	106	84	199 Acifluorfen	79	68
51 demeton-S-methyl	89	88	126 Metsulfuron-methyl	130	93	200 Bromoxynil	94	87
52 Di-allate	89	79	127 mevinphosE	127	86	201 Cloprop	105	86
53 Dichlosulam	105	95	128 mevinphosZ	91	81	202 Cyclanilide	96	86
54 Diclomezine	80	72	129 monocrotophos	62	80	203 Dicloran	96	107
55 Diclotopos	71	88	130 Monolinuron	81	89	204 Dimethipin	91	82
56 Difenconazole1and2	86	81	131 Myclobutanil	83	109	205 Fluroxypyr	80	78
57 Diflubenzuron	207	111	132 Naproanilide	89	98	206 Fomesafen	99	87
58 Dimethirimol	71	71	133 Naptalam	81	77	207 Gibberellin	86	86
59 Dimethoate	90	100	134 Norflurazon	96	99	208 Hexaflumuron-n	90	84
60 DimethomorphE	89	95	135 Nvaluron	102	88	209 Ioxynil	78	80
61 DimethomorphZ	68	99	136 omethoate	84	87	210 Lufenuron-n	100	84
62 Dimeton-s-methyl	86	85	137 oxadixyl	106	99	211 MCPA	102	81
63 Diuron	82	76	138 Oxamyl	88	102	212 MCPB	97	93
64 Dymuron	102	95	139 Oxaziclomefone	96	82	213 MCPP (Mecoprop)	94	86
65 Epoxiconazole	77	86	140 Oxyacarb	78	113	214 Methoxyfenozide-n	119	96
66 Ethametsulfuron-methyl	50	92	141 Pencycuron	92	95	215 Naphthaleneacetic acid	103	68
67 Ethoxysulfuron	98	79	142 Penoxsulam	93	91	216 Naproanilide-n	103	91
68 Fenamidone	65	79	143 Pentoxazone	88	85	217 Norflurazon-n	99	101
69 Fenamiphos	80	83	144 Phenmedipham	101	133	218 Oryzalin	104	92
70 Fenbuconazole	91	80	145 PhosphamidoneE	79	98	219 Thidiazuron-n	80	81
71 Fenhexamid	106	105	146 PhosphamidoneZ	79	75	220 Triclopyr	94	79
72 Fenobucarb	93	80	147 Primicarb	94	94	221 Trifluzamide	91	90
73 Fenoxaprop-ethyl	93	79	148 Primisulfuron methyl	86	88			
74 Fenoxycarb	70	98	149 prohydrojasmon1and2	97	105			
75 Fenpyroximate E	97	88	150 Propaquizafop	94	81			



株式会社 エービー・サイエックス

本社：〒140-0001 東京都品川区北品川4-7-35 御殿山トラストタワー21F

TEL: 0120(318)551 FAX: 0120(318)040

大阪：〒531-0072 大阪府大阪市北区豊崎3-19-3

<http://www.sciex.jp> Email: jp_sales@sciex.com

Food and Beverage Testing



QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ ADを使用した農薬添加回収試験（甘夏）

QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ ADを使用した農薬添加回収試験の結果をご紹介します。

前処理は、STQ-LC法（アイスティサイエンス社）を使用して行いました。

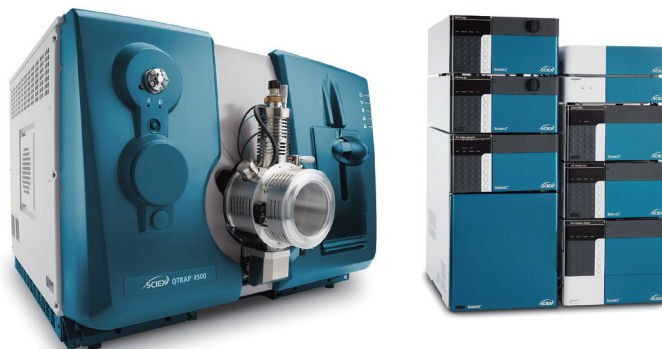
サンプル情報

水分：88.6%
脂質：0.1%
脂肪酸：0%
たんばく質：0.9%



※写真はイメージです。

凍結粉碎法試料を
予冷式ドライアイスにて粉碎



サンプル前処理



Step 1

- 試料 10g 採取

Step 2

- 各2ppm 混合標準溶液 50μL, アセトニトリル 10mL

Step 3

- ホモジナイズ(13000 rpm 1分間)

Step 4

- NaCl(食塩) 1g ●クエン酸水素2Na1.5水和物 0.5g
- クエン酸 3Na2水和物 1g ●MgSO₄(無水硫酸マグネシウム) 4g

Step 5

- 攪拌(手で振とう1分間)

Step 6

- 遠心分離(3500 rpm 5分間)

ST-L400 自動精製

Step 7

- アセトニトリル層 0.5mLを分取

固相

- C18-50mg+PSA-30mg: 精製

Step 8

- 2%ギ酸含有アセトニトリル 0.5mLで溶出

Step 9

- 水 0.5mL添加

固相

- C18-30mg: 精製

Step 10

- アセトニトリル/水(8/2) 0.5mLで溶出

Step 11

- 溶出液を水で2mLに定容

添加回収試験

粉碎方法	予冷式ドライアイス凍結粉碎法
添加濃度	試料中0.01 ppm(測定濃度 2.5 ppb)
標準溶液	PL2005 MIX-4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 STQ法用農薬混合標準溶液(極性 53 種類混合) いずれも林純薬工業製
検量線	絶対検量線、一点検量線(2.5 ppb)
検量線希釈溶媒	下記①:②:③:④の混合液(1:1:1:1) ①アセトニトリル ②2%ギ酸含有アセトニトリル ③アセトニトリル/水(8/2) ④水
自動処理時間	約10分



LCメソッド

カラム	L-column2 ODS 2.1mm I.D.×150mm L. 粒子径 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
移動相B	0.5mM 酢酸アンモニウム含有メタノール
流速	0.2mL/min 注入量 1μL
グラジエント条件 %B	10%→50%(0-1min [※])※アセフェートなどの高極性農薬のピーク形状が改善 98%(1-17min)→98%(17-23min)→10%(23-30min)
分析時間	30min(Pos/Neg スwitchング)



MSメソッド

イオン化モード	ESI Positive/Negative
イオンソース電圧	4500V/-4500V イオンソース温度 350℃
測定モード	sMRM(scheduled Multiple Reaction Monitoring)

Food and Beverage Testing



結果

媒体 std を 用いた場合 ^{a)}			マトリックス std を 用いた場合 ^{b)}			媒体 std を 用いた場合 ^{a)}			マトリックス std を 用いた場合 ^{b)}		
No.	Sample Name	回収率 (%)	No.	Sample Name	回収率 (%)	No.	Sample Name	回収率 (%)	No.	Sample Name	回収率 (%)
1	1-Naphthylacetamide	70	74	Fenpyroximate Z	83	147	Propoxur	88	151	Pyrazolynate	93
2	3-OH-carbofuran	81	75	Fensulfothion	62	148	Propoxycarbazon	65	152	Pyrazosulfuron-ethyl	82
3	Abamectin	87	76	Ferimzone EandZ	75	149	Prosulfuron	55	153	Pyridalid	99
4	Acephate	77	77	Flazasulfuron	55	150	Pyraclostrobin	86	154	Pyroquilon	98
5	Acetamidiprid	-	78	Florasulam	81	151	Pyrazolynate	-	155	Quinoclamine	擬陽性
6	Acibenzolar-S-methyl	99	79	Fluazifop	84	152	Pyrazosulfuron-ethyl	93	156	Quinalphos	109
7	Aldicarb	81	80	Flufenacet	74	153	Pyridalid	99	157	Simazine	105
8	Aldoxycarb	92	81	Flufenoxuron	67	154	Pyroquilon	81	158	Simeconazole	101
9	Anilofos	79	82	Flumetsulam	-	155	Quinoclamine	66	159	Simetryn	106
10	Aramite	86	83	Fluridone	85	156	Quazalofop-ethyl	91	160	Spinosyn A	99
11	Atrazine	77	84	Flusilazole	69	157	Simazine	67	161	Spinosyn D	93
12	Azafenidin	62	85	Flutriafol	77	158	Simeconazole	64	162	Spiroamine-AandB	98
13	Azamephosphos	90	86	Foramsulfuron	89	159	Simetryn	78	163	Sulfentrazone	100
14	Azimsulfuron	75	87	Forchlorfenuron	61	160	Spinosyn A	79	164	Sulfosulfuron	85
15	Azinphos-methyl	87	88	Fosthiazate1and2	59	161	Spinosyn D	73	165	TCMTB	82
16	Azoxystrobin	106	89	Furametpyr	87	162	Spiroamine-AandB	81	166	Tebufenozide	91
17	Bendiocarb	94	90	Furathiocarb	87	163	Sulfentrazone	88	167	Tebuthiuron	88
18	Bensulfuron-methyl	72	91	Halosulfuron-methyl	80	164	Sulfosulfuron	102	168	Teflubenzuron	103
19	Benzofenap	85	92	Haloxyfop	59	165	TCMTB	86	169	Tetrachlorvinphos	97
20	Bitertanol	80	93	Hexaconazole	79	166	Tebufenozide	76	170	Tetraconazole	109
21	Boscalid	86	94	Hexaflumuron*	70	167	Tebuthiuron	85	171	Thiabendazole	98
22	Bromacil	56	95	Hexazinon	88	168	Teflubenzuron	72	172	Thiacloprid	79
23	Butafenacil	57	96	Hexythiazox	62	169	Tetrachlorvinphos	83	173	Thiamethoxam	103
24	Carbaryl	77	97	Imazalil	88	170	Tetraconazole	58	174	Thidiazuron*	99
25	Carbofuran	94	98	Imazamethabenz-methyl	86	171	Thiabendazole	78	175	Thifensulfuron-methyl	92
26	Carboxin	88	99	Imazaquin	76	172	Thiacloprid	83	176	Thifluzamide*	98
27	Carpropamide	84	100	Imazosulfuron	40	173	Thiamethoxam	79	177	Thiodicarb	99
28	Chloridazon	86	101	Imibenconazole	85	174	Thidiazuron*	34	178	Tolfenpyrad	107
29	Chlorimuron-ethyl	80	102	Imidacloprid	86	175	Thifensulfuron-methyl	107	179	Tralkoxydim	82
30	Chlorsulfuron	109	103	Indanofan	91	176	Thifluzamide*	77	180	Triadimenol	95
31	Chlorxuron	62	104	Indoxacarb	84	177	Thiodicarb	87	181	Triasulfuron	122
32	Chromafenozide	53	105	Iodosulfuron-methyl	119	178	Tolfenpyrad	96	182	Tricyclazole	96
33	Cinosulfuron	90	106	Iprovalicarb	76	179	Tralkoxydim	53	183	Tridemorph E	86
34	Clodinafop acid	81	107	Isoprocarb	75	180	Triadimenol	62	184	Tridemorph Z	100
35	Clofentezine	88	108	Isoxaflutole	72	181	Triasulfuron	52	185	Trifloxysulfuron	99
36	Cloprop	92	109	Isoxathion-oxon	88	182	Tricyclazole	86	186	Triflurumuron	92
37	Cloquintocet-mexyl	88	110	Lactofen	96	183	Tridemorph E	79	187	Triflurosulfuron methyl	85
38	Cloransulam-methyl	95	111	Lenacil	40	184	Tridemorph Z	81	188	Triticonazole	83
39	Cloranthianidin	-	112	Linuron	90	185	Trifloxysulfuron	94	189	XMC	109
40	Cumyruon	71	113	Lufenuron*	82	186	Triflurumuron	76			
41	Cyanazine	64	114	Mepanipyrim	76	187	Triflurosulfuron methyl	101			
42	Cyazofamid	83	115	Mesosulfuron-methyl	128	188	Triticonazole	64			
43	Cycloate	88	116	Methabenzthiazuron	59	189	XMC	84			
44	Cyclosulfamuron	95	117	Methamidophos	63						
45	Cyflufenamide	86	118	Methiocarb	87						
46	Cyproconazole-1	71	119	Methomyl	90						
47	Cyproconazole-2	53	120	Methoxyfenozide*	70						
48	Cyprodinil	98	121	Metosulam	84						
49	DDVP	91	122	Metsulfuron-methyl	116						
50	Demeton-S-methyl	82	123	MevinphosE	98						
51	Di-allate	95	124	MevinphosZ	97						
52	Dichlosulam	61	125	Monocrotophos	84						
53	Diclofenzine	91	126	Monolinuron	85						
54	Diclotophos	87	127	Myclobutanil	-						
55	Difenoconazole1and2	82	128	Naproxanilide*	70						
56	Diflubenzuron	70	129	Naptalam	60						
57	Dimethirimol	93	130	Norflurazon*	83						
58	Dimethoate	84	131	Novaluron	80						
59	DimethomorphE	89	132	Omethoate	81						
60	DimethomorphZ	62	133	Oxadixyl	89						
61	Diuron	85	134	Oxamyl	90						
62	Dymuron	73	135	Oxaziclonofone	71						
63	Epoxiconazole	78	136	Oxycarboxin	72						
64	Ethametsulfuron-methyl	49	137	Pencycuron	89						
65	Ethoxysulfuron	87	138	Penoxsulam	97						
66	Fenamidone	77	139	Pentoxazone	102						
67	Fenamiphos	65	140	Phenmedipham	94						
68	Fenbuconazole	72	141	PhosphamidoneE	86						
69	Fenhexamid	65	142	PhosphamidoneZ	72						
70	Fenobucarb	88	143	Primicarb	91						
71	Fenoxaprop-ethyl	83	144	Primisulfuron methyl	86						
72	Fenoxycarb	77	145	Prohydrojasmon1and2	91						
73	Fenpyroximate E	90	146	Propaquizafop	92						

n=5, 添加濃度：試料中 0.02ppm (測定濃度 2.5ppb) * : ポジティブ、ネガティブ両モードで測定
a) 添加回収サンプル÷溶媒 std × 100 b) 添加回収サンプル÷マトリックス std × 100

0 ~ 50%	120 ~ 199%
50 ~ 69%	200% ~ or 判定不応



株式会社エービー・サイエックス

本社：〒140-0001 東京都品川区北品川4-7-35 御殿山トラストタワー21F

TEL: 0120(318)551 FAX: 0120(318)040

大阪：〒531-0072 大阪府大阪市北区豊崎3-19-3 ピアスタワー3F

www.sciex.jp Email: jp_sales@sciex.com

本製品は研究用のみ使用できます。診断目的およびその手続き上での使用はできません。

© 2018 AB Sciex. For Research Use Only. Not for use in diagnostic procedures. The trademarks mentioned herein are the property of AB Sciex Pte. Ltd. or their respective owners. AB SCIEX™ is being used under license.

MKT02-655A

Food and Beverage Testing



QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ AD を使用した農薬添加回収試験（大豆）

QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ ADを使用した農薬添加回収試験の結果をご紹介します。

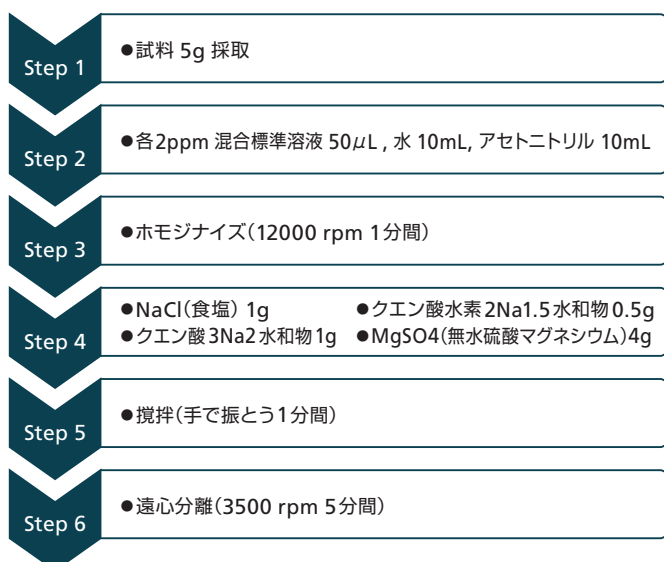
前処理は、STQ-LC法（アイスティサイエンス社）を使用して行いました。

サンプル情報

水分：12.4%
脂質：19.7%
脂肪酸：17.78%
タンパク質：33.8%
水分量が少ないため抽出時に水 10ml を添加した大豆はミルで粉状に細かく粉砕



サンプル前処理



ST-L300 自動精製



添加回収試験

粉砕方法	常温粉砕(ミル)
添加濃度	試料中 0.02 ppm(測定濃度 2.5 ppb)
標準溶液	PL2005 MIX-4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 STQ 法用農薬混合標準溶液(極性 53 種類混合) いずれも林純薬工業製
検量線	絶対検量線、一点検量線(2.5 ppb)
検量線希釈溶媒	下記①:②:③:④の混合液(5:10:3:2) ①アセトニトリル ②0.4% ギ酸含有-メタノール/水(8/2) ③メタノール/水(8/2) ④水
自動処理時間	約 10 分



LC メソッド

カラム	L-column2 ODS 2.1mm I.D.×150mm L. 粒子径 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
移動相 B	0.5mM 酢酸アンモニウム含有メタノール
流速	0.2mL/min 注入量 1μL
グラジエント条件 %B	10%→50%(0-1min*)※アセフェートなどの高極性農薬のピーク形状が改善 98%(1-17min)→98%(17-23min)→10%(23-30min)
分析時間	30min(Pos/Neg スwitchング)



MS メソッド

イオン化モード	ESI Positive/Negative
イオンスプレー電圧	4500V/-4500V イオンソース温度 350℃
測定モード	sMRM(scheduled Multiple Reaction Monitoring)

Food and Beverage Testing



結果

No. Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)	No. Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)	No. Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)
1 1-Naphthylacetamide	79	101	75 Fenpyroximate Z	65	78	149 Propaquizafop	79	94
2 3-OH-carbofuran	103	113	76 Fensulfothion	100	109	150 Propoxur	92	102
3 Abamectin	62	67	77 Ferimzone EandZ	96	97	151 Propoxycarbazone	72	95
4 Acephate	75	92	78 Flazasulfuron	73	111	152 Prosulfuron	68	134
5 Acetamidiprid	87	108	79 Florasulam	70	93	153 Pyraclostrobin	99	106
6 Acibenzolar-S-methyl	84	95	80 Fluazifop	113	106	154 Pyrazolynate	91	97
7 Aldicarb	101	112	81 Flufenacet	100	120	155 Pyrazosulfuron-ethyl	103	108
8 Aldoxycarb	94	104	82 Flufenoxuron	81	93	156 Pyrifthalid	100	112
9 Anilofos	94	104	83 Flumetsulam	60	105	157 Pyroquilon	95	104
10 Aramite	89	93	84 Fluridone	96	109	158 Quinoclamine	86	89
11 Atrazine	76	92	85 Flusilazole	85	104	159 Quizalofop-ethyl	90	95
12 Azafenidin	94	107	86 Flutriafol	74	109	160 Simazine	95	106
13 Azamethiphos	84	107	87 Foramsulfuron	127	95	161 Simeconazole	101	114
14 Azimsulfuron	97	103	88 Forchlorfenuron	55	101	162 Simetryn	97	112
15 Azinphos-methyl	91	107	89 Fosthiazate1and2	97	114	163 Spinosyn A	91	101
16 Azoxystrobin	102	107	90 Furametpyr	105	110	164 Spinosyn D	88	94
17 Bendiocarb	99	104	91 Furathiocarb	81	97	165 Spiroxamine-AandB	96	107
18 Bensulfuron-methyl	106	116	92 Halosulfuron-methyl	103	97	166 Sulfentrazone	100	113
19 Benzofenap	100	103	93 Haloxyfop	95	107	167 Sulfosulfuron	119	117
20 Biteranol	95	101	94 Hexaconazole	92	107	168 TCMTB	33	37
21 Boscalid	92	104	95 Hexaflumuron	115	126	169 Tebufenozide	95	111
22 Bromacil	87	109	96 Hexazinon	92	106	170 Tebuthiuron	95	106
23 Butafenacil	117	118	97 Hexythiazox	74	83	171 Teflubenzuron	87	90
24 Carbaryl	101	97	98 Imazalil	95	112	172 Tetrachlorvinphos	100	109
25 Carbofuran	77	101	99 Imazamethabenz-methyl	99	104	173 Tetraconazole	83	96
26 Carboxin	95	103	100 Imazaquin	83	91	174 Thiabendazole	89	94
27 Carpropamide	97	107	101 Imazosulfuron	108	116	175 Thiacloprid	97	112
28 Chloridazon	96	109	102 Imibenconazole	144	108	176 Thiamethoxam	80	98
29 Chlorimuron-ethyl	111	98	103 Imibenconazole debenzyl	85	113	177 Thidiazuron	98	108
30 Chlorsulfuron	93	100	104 Imidacloprid	84	107	178 Thifensulfuron-methyl	109	94
31 Chlorsuxuron	96	103	105 Indanofan	92	98	179 Thifluzamide	94	102
32 Chromafenozide	95	106	106 Indoxacarb	93	113	180 Thiodicarb	10	10
33 Cinosulfuron	110	107	107 Iodosulfuron-methyl	104	118	181 Tolfenpyrad	78	84
34 Clodinafop acid	79	89	108 Iprodion	63	126	182 Tralkoxydim	75	88
35 Clofentazine	69	81	109 Iprovalicarb	102	122	183 Triadimenol	91	117
36 Clomeprop	74	99	110 Isoprocab	96	108	184 Triasulfuron	98	123
37 Cloquintocet-mexyl	86	95	111 Isoxaflutole	100	106	185 Tricyclazole	86	96
38 Cloransulam-methyl	107	111	112 Isoxathion-oxon	61	70	186 Tridemorph E	95	99
39 Clothianidin	68	117	113 Lactofen	97	109	187 Tridemorph Z	98	109
40 Cumyruon	95	107	114 Lenacil	61	100	188 Trifloxysulfuron	112	95
41 Cyanazine	59	110	115 Linuron	85	106	189 Triflururon	87	98
42 Cyazofamid	113	98	116 Lufenuron	99	98	190 Triflurosulfuron methyl	125	117
43 Cycloate	70	80	117 Mepanipyrim	87	93	191 Triticonazole	90	105
44 Cyclosulfamuron	97	103	118 Mesosulfuron-methyl	114	101	192 XMC	99	103
45 Cyflufenamide	96	107	119 Methabenzthiazuron	106	106	ネガティブモード対象成分		
46 Cyproconazole-1	70	104	120 Methamidophos	62	88	193 2,4-D	82	91
47 Cyproconazole-2	96	101	121 Methiocarb	100	107	194 2,4-DP (Dichlorprop)	83	98
48 Cyprodinil	80	88	122 Methomyl	136	186	195 4-Chlorophenoxyacetic acid	78	86
49 DDVP	68	70	123 Methoxyfenozide	98	108	196 Acifluorfen	73	87
50 Demeton-S-methyl	118	110	124 Metosulam	121	117	197 Bromoxynil	91	104
51 Di-allate	80	75	125 Metsulfuron-methyl	111	114	198 Cloprop	88	98
52 Dichlosulam	96	112	126 MevinphosE	111	126	199 Cyclanilide	72	80
53 Diclomezine	95	96	127 MevinphosZ	87	78	200 Dicloran	77	103
54 Diclotopos	101	110	128 Monocrotophos	98	94	201 Fluroxypyr	79	91
55 Difenconazole1and2	91	108	129 Monolinuron	104	116	202 Fomesafen	120	101
56 Diflubenzuron	77	93	130 Myclobutanil	90	116	203 Gibberellin	75	104
57 Dimethirimol	85	102	131 Naproanilide	97	109	204 Hexaflumuron-n	97	102
58 Dimethoate	103	110	132 Naptalam	90	89	205 Ioxynil	91	92
59 DimethomorphE	102	113	133 Norflurazon	96	111	206 Lufenuron-n	88	97
60 DimethomorphZ	100	118	134 Novaluron	91	119	207 MCPA	97	96
61 Dimeton-s-methyl	114	107	135 Omethoate	81	106	208 MCPB	102	105
62 Diuron	101	103	136 Oxadixyl	102	105	209 MCPP (Mecoprop)	90	97
63 Dymuron	91	107	137 Oxamyl	82	100	210 Methoxyfenozide-n	86	116
64 Epoxiconazole	96	106	138 Oxaziclomefone	80	99	211 Naphthaleneacetic acid	102	105
65 Ethametsulfuron-methyl	104	118	139 Oxyacarb	101	104	212 Naproanilide-n	90	96
66 Ethoxysulfuron	91	89	140 Pencycuron	93	105	213 Norflurazon-n	91	109
67 Fenamidone	94	102	141 Penoxsulam	134	110	214 Oryzalin	107	116
68 Fenamiphos	95	107	142 Pentoxazone	11	12	215 Thidiazuron-n	94	101
69 Fenbuconazole	91	103	143 Phenmedipham	90	105	216 Triclopyr	80	86
70 Fenhexamid	100	107	144 PhosphamidoneE	105	136	217 Trifluzamide	105	110
71 Fenobucarb	98	108	145 PhosphamidoneZ	105	118			
72 Fenoxaprop-ethyl	171	87	146 Primicarb	90	105			
73 Fenoxycarb	92	107	147 Primisulfuron methyl	114	96			
74 Fenpyroximate E	85	89	148 Prohydrojasmon1and2	85	54			



株式会社 エービー・サイエックス

本社: 〒140-0001 東京都品川区北品川 4-7-35 御殿山トラストタワー 21F

TEL: 0120 (318) 551 FAX: 0120 (318) 040

大阪: 〒531-0072 大阪府大阪市北区豊崎 3-19-3

<http://www.sciex.jp> Email: jp_sales@sciex.com

Food and Beverage Testing



QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ AD を使用した農薬添加回収試験（玄米）

QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ ADを使用した農薬添加回収試験の結果をご紹介します。

前処理は、STQ-LC法（アイスティサイエンス社）を使用して行いました。

サンプル情報

水分：14.9%
脂質：2.7%
脂肪酸：2.35%
タンパク質：6.8%
水分量が少ないため抽出時に水 10ml を添加した
玄米はミルで粉状に細かく粉砕



サンプル前処理



Step 1	●試料 5g 採取
Step 2	●各2ppm 混合標準溶液 50μL, 水 10mL, アセトニトリル 10mL
Step 3	●ホモジナイズ(12000 rpm 1分間)
Step 4	●NaCl(食塩) 1g ●クエン酸水素 2Na1.5水和物 0.5g ●クエン酸 3Na2水和物 1g ●MgSO4(無水硫酸マグネシウム) 4g
Step 5	●攪拌(手で振とう1分間)
Step 6	●遠心分離(3500 rpm 5分間)
Step 7	●アセトニトリル層 0.5mL を分取
固相	●C18-50mg+PSA-30mg: 精製
Step 8	●0.4% ギ酸含有-メタノール/水(8/2) 1mLで溶出
Step 9	●水 0.2mL 添加
固相	●C18-30mg: 精製
Step 10	●メタノール/水(8/2) 0.3mLで溶出
Step 11	●溶出液を水で2mLに定容

添加回収試験

粉碎方法	常温粉碎(ミル)
添加濃度	試料中 0.02 ppm(測定濃度 2.5 ppb)
標準溶液	PL2005 MIX-4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 STQ 法用農薬混合標準溶液(極性 53 種類混合) いずれも林純薬工業製
検量線	絶対検量線、一点検量線(2.5 ppb)
検量線希釈溶媒	下記①:②:③:④の混合液(5:10:3:2) ①アセトニトリル ②0.4% ギ酸含有-メタノール/水(8/2) ③メタノール/水(8/2) ④水



LCメソッド

カラム	L-column2 ODS 2.1mm I.D.×150mm L. 粒子径 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
移動相 B	0.5mM 酢酸アンモニウム含有メタノール
流速	0.2mL/min 注入量 1μL
グラジエント条件 %B	10%→50%(0-1min [※]) ※アセフェートなどの高極性農薬のピーク形状が改善 98%(1-17min)→98%(17-23min)→10%(23-30min)
分析時間	30min(Pos/Neg スイッチング)



MSメソッド

イオン化モード	ESI Positive/Negative
イオンスプレー電圧	4500V/-4500V イオンソース温度 350℃
測定モード	sMRM(scheduled Multiple Reaction Monitoring)

Food and Beverage Testing



結果

No. Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)	No. Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)	No. Sample Name	絶対 検量線 回収率(%)	マトリックス 検量線 回収率(%)
1 1-Naphthylacetamide	92	90	76 Fenpyroximate Z	84	96	151 propoxur	114	104
2 3-OH-carbofuran	82	99	77 Fensulfothion	120	100	152 Propoxycarbazone	66	98
3 Abamectin	60	59	78 Ferimzone EandZ	100	97	153 Prosulfuron	84	115
4 Acephate	91	95	79 Flazasulfuron	97	100	154 Pyraclostrobin	103	96
5 Acetamidiprid	83	103	80 Florasulam	106	101	155 Pyrazolynate	81	78
6 Acibenzolar-S-methyl	67	77	81 Fluazifop	93	94	156 Pyrazosulfuron-ethyl	101	113
7 Aldicarb	110	105	82 Flufenacet	100	107	157 Pyrifthalid	109	114
8 Aldoxycarb	112	102	83 Flufenoxuron	77	89	158 pyroquilon	63	65
9 Anilofos	100	96	84 Flumetsulam	84	94	159 Quinoclamine	154	178
10 Aramite	94	99	85 Fluridone	86	104	160 Quizalofop-ethyl	87	95
11 atrazine	79	93	86 Flusilazole	100	101	161 Silafluofen	1	1
12 Azafenidin	108	112	87 Flutriafol	81	73	162 Simazine	125	99
13 Azamethiphos	90	108	88 Foramsulfuron	92	99	163 Simeconazole	90	105
14 Azimsulfuron	76	91	89 Forchlorfenuron	94	100	164 Simetryn	96	90
15 Azinphos-methyl	104	133	90 Fosthiazate1and2	94	112	165 Spinosyn A	88	88
16 Azoxystrobin	110	97	91 Furametpyr	93	97	166 Spinosyn D	81	85
17 Bendiocarb	97	109	92 Furathiocarb	81	87	167 Spiroxamine-AandB	89	89
18 Bensulfuron-methyl	91	94	93 Halosulfuron-methyl	116	112	168 Sulfentrazone	57	79
19 Benzofenap	89	99	94 Haloxyfop	87	193	169 Sulfosulfuron	65	74
20 Biteranol	90	127	95 Hexaconazole	76	85	170 TCMTB	62	71
21 Boscalid	84	89	96 Hexaflumuron	114	85	171 Tebufenozide	108	89
22 Bromacil	64	49	97 hexazinon	91	93	172 Tebuthiuron	106	98
23 Butafenacil	106	108	98 Hexythiazox	85	83	173 Teflubenzuron	90	91
24 Carbaryl	93	93	99 Imazalil	69	79	174 Tetrachlorvinphos	87	108
25 Carbofuran	107	108	100 imazamethabenz-methyl	90	91	175 Tetraconazole	156	163
26 carboxin	164	98	101 Imazaquin	73	79	176 Thiabendazole	80	82
27 Carpropamide	99	107	102 Imazosulfuron	105	80	177 Thiacloprid	100	99
28 Chloridazon	78	82	103 Imibenconazole	105	130	178 Thiamethoxam	94	110
29 Chlorimuron-ethyl	92	77	104 Imibenconazole debenzyl	50	50	179 Thidiazuron	90	105
30 Chlorsulfuron	74	90	105 Imidacloprid	105	114	180 Thifensulfuron-methyl	89	95
31 Chlorsuxuron	98	84	106 Indanofan	119	114	181 Thifluzamide	112	127
32 Chromafenozide	101	103	107 Indoxacarb	84	100	182 Thiodicarb	16	16
33 Cinosulfuron	94	82	108 Iodosulfuron-methyl	80	91	183 Thienpyrad	90	94
34 Clodinafop acid	76	103	109 Iprodion	62	131	184 Tralkoxydim	83	96
35 Clofentezine	115	106	110 Iprovalicarb	92	95	185 Triadimenol	96	113
36 Clomeprop	98	99	111 Isoprocab	90	100	186 Triasulfuron	86	90
37 Cloquintocet-mexyl	89	92	112 Isoxaflutole	92	91	187 Tribenuron methyl	68	77
38 Cloransulam-methyl	78	67	113 isoxathion-oxon	65	64	188 Tricyclazole	131	103
39 Cloranthianidin	112	78	114 Lactofen	100	99	189 Tridemorph E	86	84
40 Cumyruon	102	103	115 Lenacil	75	97	190 Tridemorph Z	86	91
41 cyanazine	75	95	116 Linuron	75	76	191 Trifloxysulfuron	89	80
42 Cyazofamid	107	106	117 Lufenuron	78	88	192 Triflumuron	105	107
43 Cycloate	111	91	118 Mepanipyrim	132	113	193 Triflusaluron methyl	98	97
44 Cycloprothrin	N. D.	N. D.	119 Mesosulfuron-methyl	82	86	194 Triticonazole	94	96
45 Cyclosulfamuron	92	95	120 Methabenzthiazuron	82	99	195 XMC	102	92
46 Cyflufenamide	94	99	121 Methamidophos	78	82	ネガティブモード対象成分		
47 Cyproconazole-1	109	106	22 Methiocarb	96	105	196 2-4-D	73	79
48 Cyproconazole-2	82	114	123 Methomyl	136	128	197 2-4-DP (Dichlorprop)	82	89
49 Cyprodinil	108	136	124 Methoxyfenozide	100	95	198 4-Chlorophenoxyacetic acid	72	73
50 DDVP(Dichlorvos)	186	102	125 Metosulam	85	82	199 Acifluorfen	89	100
51 demeton-S-methyl	167	162	126 Metsulfuron-methyl	97	91	200 Bromoxynil	98	92
52 Di-allate	65	84	127 mevinphosE	89	105	201 Cloprop	89	92
53 Dichlosulam	87	95	128 mevinphosZ	113	89	202 Cyclanilide	91	94
54 Diclomezine	74	126	129 monocrotophos	100	105	203 Dicloran	71	155
55 Diclotopos	107	112	130 Monolinuron	93	93	204 Dimethipin	150	110
56 Difenconazole1and2	71	115	131 Myclobutanil	80	104	205 Fluroxypyr	99	71
57 Diflubenzuron	104	106	132 Naproanilide	103	103	206 Fomesafen	70	71
58 Dimethirimol	89	88	133 Naphtalam	81	84	207 Gibberellin	68	85
59 Dimethoate	110	106	134 Norflurazon	87	114	208 Hexaflumuron-n	103	103
60 DimethomorphE	102	92	135 Novaluron	95	92	209 Ioxynil	74	78
61 DimethomorphZ	98	88	136 omethoate	98	96	210 Lufenuron-n	98	104
62 Dimeton-s-methyl	177	208	137 oxadixyl	101	110	211 MCPA	77	71
63 Diuron	105	94	138 Oxamyl	91	106	212 MCPB	91	101
64 Dymuron	92	101	139 Oxaziclomefone	95	102	213 MCPP (Mecoprop)	89	91
65 Epoxiconazole	294	91	140 Oxyacarb	91	98	214 Methoxyfenozide-n	92	99
66 Ethametsulfuron-methyl	88	106	141 Pencycuron	89	90	215 Naphthaleneacetic acid	182	146
67 Ethoxysulfuron	101	90	142 Penoxsulam	120	115	216 Naproanilide-n	97	100
68 Fenamidone	99	90	143 Pentoxazone	21	19	217 Norflurazon-n	101	102
69 Fenamiphos	100	109	144 Phenmedipham	77	84	218 Oryzalin	88	97
70 Fenbuconazole	88	103	145 PhosphamidoneE	96	92	219 Thidiazuron-n	98	99
71 Fenhexamid	79	103	146 PhosphamidoneZ	71	82	220 Triclopyr	110	101
72 Fenobucarb	115	104	147 Primicarb	99	112	221 Trifluzamide	106	109
73 Fenoxaprop-ethyl	110	91	148 Primisulfuron methyl	106	102			
74 Fenoxycarb	110	113	149 prohydrojasmon1and2	99	90			
75 Fenpyroximate E	89	94	150 Propaquizafop	93	84			



株式会社 エービー・サイエックス

本社：〒140-0001 東京都品川区北品川4-7-35 御殿山トラストタワー21F

TEL: 0120(318)551 FAX: 0120(318)040

大阪：〒531-0072 大阪府大阪市北区豊崎3-19-3

<http://www.sciex.jp> Email: jp_sales@sciex.com

Food and Beverage Testing



QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ ADを使用した農薬添加回収試験（冷凍お好み焼き）

QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ ADを使用した農薬添加回収試験の結果をご紹介します。

前処理は、STQ-LC法(アイスティサイエンス社)を使用して行いました。

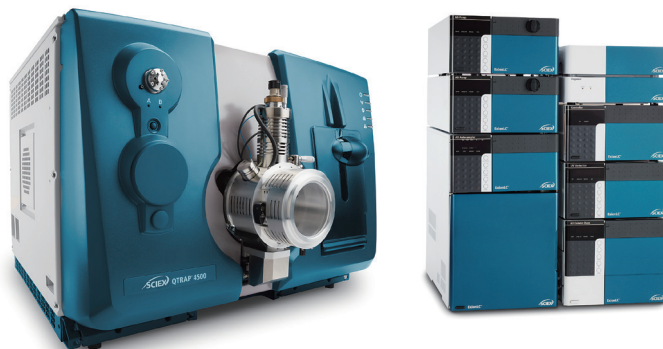
サンプル情報

水分：55%

凍結粉碎法試料を
予冷式ドライアイスにて粉碎



※写真はイメージです。



サンプル前処理



Step 1

- 試料 5g 採取

Step 2

- 各2ppm 混合標準溶液 50μL, 水 7mL, アセトニトリル 10mL

Step 3

- ホモジナイズ(13000 rpm 1分間)

Step 4

- NaCl(食塩) 1g ●クエン酸水素 2Na1.5水和物 0.5g
- クエン酸 3Na2水和物 1g ●MgSO₄(無水硫酸マグネシウム) 4g

Step 5

- 攪拌(手で振とう1分間)

Step 6

- 遠心分離(3500 rpm 5分間)

ST-L400 自動精製

Step 7

- アセトニトリル層 0.5mLを分取

固相

- C18-50mg+PSA-30mg: 精製

Step 8

- 2%ギ酸含有アセトニトリル 0.5mLで溶出

Step 9

- 水 0.5mL添加

固相

- C18-30mg: 精製

Step 10

- アセトニトリル/水(8/2) 0.5mLで溶出

Step 11

- 溶出液を水で2mLに定容

添加回収試験

粉碎方法	予冷式ドライアイス凍結粉碎法
添加濃度	試料中0.02 ppm(測定濃度 2.5 ppb)
標準溶液	PL2005 MIX-4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 STQ法用農薬混合標準溶液(極性 53 種類混合) いずれも林純薬工業製
検量線	絶対検量線、一点検量線(2.5 ppb)
検量線希釈溶媒	下記①:②:③:④の混合液(1:1:1:1) ①アセトニトリル ②2%ギ酸含有アセトニトリル ③アセトニトリル/水(8/2) ④水
自動処理時間	約10分



LCメソッド

カラム	L-column2 ODS 2.1mm I.D.×150mm L. 粒子径 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
移動相B	0.5mM 酢酸アンモニウム含有メタノール
流速	0.2mL/min 注入量 1μL
グラジエント条件 %B	10%→50%(0-1min [※])※アセフェートなどの高極性農薬のピーク形状が改善 98%(1-17min)→98%(17-23min)→10%(23-30min)
分析時間	30min(Pos/Neg スwitchング)



MSメソッド

イオン化モード	ESI Positive/Negative
イオンスプレー電圧	4500V/-4500V イオンソース温度 350℃
測定モード	sMRM(scheduled Multiple Reaction Monitoring)

Food and Beverage Testing



結果

媒体 std を 用いた場合 ^{a)}			マトリックス std を 用いた場合 ^{b)}			媒体 std を 用いた場合 ^{a)}			マトリックス std を 用いた場合 ^{b)}		
No.	Sample Name	回収率 (%)	No.	Sample Name	回収率 (%)	No.	Sample Name	回収率 (%)	No.	Sample Name	回収率 (%)
1	1-Naphthylacetamide	94	101	74	Fenpyroximate Z	83	88	147	Propoxur	83	95
2	3-OH-carbofuran	92	89	75	Fensulfothion	104	113	148	Propoxycarbazon	107	103
3	Abamectin	80	84	76	Ferimzone EandZ	99	96	149	Prosulfuron	94	85
4	Acephate	80	89	77	Flazasulfuron	79	89	150	Pyraclostrobin	97	99
5	Acetamiprid	97	99	78	Florasulam	100	94	151	Pyrazolynate	88	99
6	Acibenzolar-S-methyl	80	88	79	Fluazifop	98	104	152	Pyrazosulfuron-ethyl	88	91
7	Aldicarb	102	104	80	Flufenacet	93	87	153	Pyriftalid	95	96
8	Aldoxycarb	88	96	81	Flufenoxuron	90	92	154	Pyroquilon	103	99
9	Anilofos	95	97	82	Flumetsulam	102	87	155	Quinoclamine	95	91
10	Aramite	92	100	83	Fluridone	99	94	156	Quizalofop-ethyl	83	90
11	Atrazine	96	96	84	Flusilazole	92	109	157	Simazine	94	104
12	Azafenidin	75	99	85	Flutriafol	93	97	158	Simeconazole	89	103
13	Azamephosphos	90	86	86	Foramsulfuron	71	95	159	Simetryn	96	91
14	Azimsulfuron	100	99	87	Forchlorfenuron	94	99	160	Spinosyn A	73	81
15	Azinphos-methyl	123	112	88	Fosthiazate1and2	91	99	161	Spinosyn D	66	67
16	Azoxystrobin	91	101	89	Furametpyr	99	87	162	Spiroamine-AandB	93	92
17	Bendiocarb	95	103	90	Furathiocarb	79	84	163	Sulfentrazone	93	119
18	Bensulfuron-methyl	86	95	91	Halosulfuron-methyl	102	98	164	Sulfosulfuron	93	91
19	Benzofenap	93	88	92	Haloxyfop	97	83	165	TCMTB	61	65
20	Bitertanol	99	101	93	Hexaconazole	93	99	166	Tebufenozide	89	91
21	Boscalid	98	97	94	Hexaflumuron*	81	97	167	Tebuthiuron	79	100
22	Bromacil	95	97	95	Hexazinon	94	97	168	Teflubenzuron	94	104
23	Butafenacil	101	106	96	Hexythiazox	87	90	169	Tetrachlorvinphos	86	78
24	Carbaryl	86	87	97	Imazalil	91	95	170	Tetraconazole	81	87
25	Carbofuran	99	102	98	Imazamethabenz-methyl	99	114	171	Thiabendazole	100	101
26	Carboxin	80	83	99	Imazaquin	119	112	172	Thiacloprid	91	95
27	Carpropamide	90	94	100	Imazosulfuron	96	104	173	Thiamethoxam	83	96
28	Chloridazon	92	94	101	Imibenconazole	106	118	174	Thidiazuron*	91	87
29	Chlorimuron-ethyl	78	89	102	Imidacloprid	82	88	175	Thifensulfuron-methyl	98	103
30	Chlorsulfuron	107	108	103	Indanofan	100	108	176	Thifluzamide*	113	95
31	Chlorxuron	73	94	104	Indoxacarb	105	101	177	Thiodicarb ¹⁾	1	2
32	Chromafenozide	71	95	105	Iodosulfuron-methyl	77	77	178	Tolfenpyrad	97	90
33	Cinosulfuron	89	87	106	Iprovalicarb	78	100	179	Tralkoxydim	81	93
34	Clodinafop acid	94	91	107	Isoprocarb	95	104	180	Triadimenol	78	97
35	Clofentezine	96	92	108	Isoxaflutole	106	93	181	Triasulfuron	96	90
36	Cloprop	85	92	109	Isoxathion-oxon	108	99	182	Tricyclazole	103	91
37	Cloquintocet-mexyl	96	94	110	Lactofen	116	100	183	Tridemorph E	72	73
38	Cloransulam-methyl	115	90	111	Lenacil	99	95	184	Tridemorph Z	80	78
39	Cloranthidin	92	98	112	Linuron	92	85	185	Trifloxysulfuron	92	98
40	Cumyruon	93	100	113	Lufenuron*	89	89	186	Triflumuron	101	102
41	Cyanazine	114	88	114	Mepanipyrim	91	90	187	Triflusaluron methyl	85	103
42	Cyazofamid	92	103	115	Mesosulfuron-methyl	84	94	188	Triticonazole	100	94
43	Cycloate	83	92	116	Methabenzthiazuron	99	102	189	XMC	91	103
44	Cyclosulfamuron	97	87	117	Methamidophos	71	85				
45	Cyflufenamide	93	97	118	Methiocarb	91	101				
46	Cyproconazole-1	96	95	119	Methomyl ¹⁾	151	176				
47	Cyproconazole-2	66	89	120	Methoxyfenozide*	94	98				
48	Cyprodinil	92	85	121	Metosulam	92	100				
49	DDVP	99	114	122	Metsulfuron-methyl	99	95	ネガティブモード対象成分			
50	Demeton-S-methyl	81	97	123	MevinphosE	97	102	190	2,4-D	78	78
51	Di-allate	89	104	124	MevinphosZ	95	124	191	2,4-DP (Dichlorprop)	84	84
52	Dichlosulam	83	100	125	Monocrotophos	94	101	192	4-Chlorophenoxyacetic acid	76	76
53	Diclofenzine	85	99	126	Monolinuron	92	97	193	Acifluorfen	77	79
54	Diclotophos	104	100	127	Myclobutanil	118	99	194	Bromoxynil	94	95
55	Difenoconazole1and2	86	97	128	Naproxanilide*	90	87	195	Cloprop	85	85
56	Diflubenzuron	84	91	129	Naptalam	69	67	196	Cyclanilide	83	85
57	Dimethirimol	83	83	130	Norflurazon*	109	108	197	Fluroxypyr	83	76
58	Dimethoate	96	103	131	Novaluron	104	93	198	Fomesafen	94	99
59	DimethomorphE	85	101	132	Omethoate	90	92	199	Gibberellin	70	72
60	DimethomorphZ	89	92	133	Oxadixyl	104	106	200	Hexaflumuron-n*	96	97
61	Diuron	91	96	134	Oxamyl	95	100	201	Ioxynil	94	91
62	Dymuron	100	96	135	Oxaziclonemefone	93	91	202	Lufenuron-n*	96	90
63	Epoxiconazole	93	94	136	Oxycarboxin	88	93	203	MCPA	83	82
64	Ethametsulfuron-methyl	103	99	137	Pencycuron	87	100	204	MCPB	97	96
65	Ethoxysulfuron	90	74	138	Penoxsulam	82	85	205	MCPB (Mecoprop)	89	93
66	Fenamidone	93	89	139	Pentoxazone	2	1	206	Methoxyfenozide-n*	96	99
67	Fenamiphos	94	106	140	Phenmedipham	86	97	207	Naproxanilide-n*	94	98
68	Fenbuconazole	88	108	141	PhosphamidoneE	86	86	208	Norflurazon-n*	106	102
69	Fenhexamid	89	104	142	PhosphamidoneZ	104	81	209	Oryzalin	106	103
70	Fenobucarb	93	105	143	Primicarb	92	103	210	Thidiazuron-n*	90	96
71	Fenoxaprop-ethyl	98	104	144	Primisulfuron methyl	81	84	211	Triclopyr	84	82
72	Fenoxycarb	108	98	145	Prohydrojasmon1and2	98	92	212	Thifluzamide-n*	96	102
73	Fenpyroximate E	92	94	146	Propaquizafop	92	104				

n=5、添加濃度：試料中 0.02ppm (測定濃度 2.5ppb) * : ポジティブ、ネガティブ両モードで測定
a) 添加回収サンプル÷溶媒 std × 100 b) 添加回収サンプル÷マトリックス std × 100
1) Thiodicarb が Methomyl に分解

0 ~ 50%	120 ~ 199%
50 ~ 69%	200% ~ or 判定不応

本社：〒140-0001 東京都品川区北品川 4-7-35 御殿山トラストタワー 21F

TEL: 0120 (318) 551 FAX: 0120 (318) 040

大阪：〒531-0072 大阪府大阪市北区豊崎 3-19-3 ピアスタワー 3F

www.sciex.jp Email: jp_sales@sciex.com



株式会社 エービー・サイエックス

本製品は研究用のみ使用できます。診断目的およびその手続き上での使用はできません。

© 2018 AB Sciex. For Research Use Only. Not for use in diagnostic procedures. The trademarks mentioned herein are the property of AB Sciex Pte. Ltd. or their respective owners. AB SCIEX™ is being used under license.

MKT02-654A

Food and Beverage Testing



QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ ADを使用した農薬添加回収試験（冷凍鶏唐揚げ）

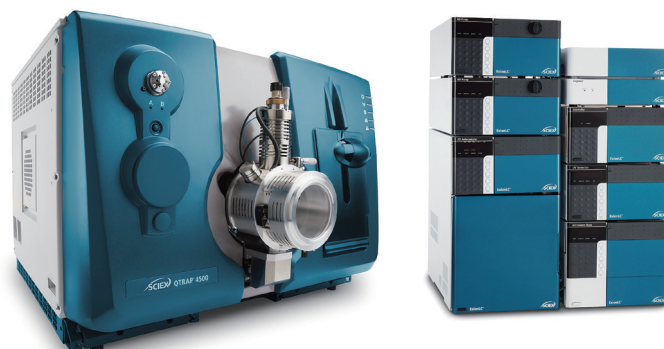
QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ ADを使用した農薬添加回収試験の結果をご紹介します。

前処理は、STQ-LC法（アイスティサイエンス社）を使用して行いました。

サンプル情報

水分：41.2%
脂質：18.1%
脂肪酸：16.47%
たんぱく質：24.2%

凍結粉碎法試料を予冷式ドライアイスにて粉碎



サンプル前処理



Step 1

- 試料 5g 採取

Step 2

- 各2ppm 混合標準溶液 50μL, 水 7.5mL, アセトニトリル 10mL

Step 3

- ホモジナイズ(12000 rpm 1分間)

Step 4

- NaCl(食塩) 1g ●クエン酸水素2Na1.5水和物 0.5g
- クエン酸3Na2水和物 1g ●MgSO4(無水硫酸マグネシウム) 4g

Step 5

- 攪拌(手で振とう1分間)

Step 6

- 遠心分離(3500 rpm 5分間)

ST-L300 自動精製

Step 7

- アセトニトリル層 0.5mL を分取

固相

- C18-50mg+PSA-30mg: 精製

Step 8

- 0.4% ギ酸含有-メタノール/水(8/2) 1mLで溶出

Step 9

- 水 0.2mL 添加

固相

- C18-30mg: 精製

Step 10

- メタノール/水(8/2) 0.3mLで溶出

Step 11

- 溶出液を水で2mLに定容

添加回収試験

粉碎方法	予冷式ドライアイス凍結粉碎法
添加濃度	試料中0.02 ppm(測定濃度 2.5 ppb)
標準溶液	PL2005 MIX-4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 STQ法用農薬混合標準溶液(極性 53 種類混合) いずれも林純薬工業製
検量線	絶対検量線、一点検量線(2.5 ppb)
検量線希釈溶媒	下記①:②:③:④の混合液(5:10:3:2) ①アセトニトリル ②0.4% ギ酸含有-メタノール/水(8/2) ③メタノール/水(8/2) ④水
自動処理時間	約10分



LCメソッド

カラム	L-column2 ODS 2.1mm I.D.×150mm L. 粒子径 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
移動相B	0.5mM 酢酸アンモニウム含有メタノール
流速	0.2mL/min 注入量 1μL
グラジエント条件 %B	10%→50%(0-1min※)※アセフェートなどの高極性農薬のピーク形状が改善 98%(1-17min)→98%(17-23min)→10%(23-30min)
分析時間	30min(Pos/Neg スwitchング)



MSメソッド

イオン化モード	ESI Positive/Negative
イオンスプレー電圧	4500V/-4500V イオンソース温度 350℃
測定モード	sMRM(scheduled Multiple Reaction Monitoring)

Food and Beverage Testing



結果

媒体 std を 用いた場合 ^{a)}			マトリックス std を 用いた場合 ^{b)}			媒体 std を 用いた場合 ^{a)}			マトリックス std を 用いた場合 ^{b)}		
No.	Sample Name	回収率 (%)	No.	Sample Name	回収率 (%)	No.	Sample Name	回収率 (%)	No.	Sample Name	回収率 (%)
1	1-Naphthylacetamide	82	107	74	Fenpyroximate Z	73	75	147	Propaquizafop	95	100
2	3-OH-carbofuran	87	98	75	Fensulfothion	101	90	148	Propoxur	98	79
3	Abamectin	69	70	76	Ferimzone EandZ	92	96	149	Propoxycarbazon	89	83
4	Acephate	68	97	77	Flazasulfuron	106	130	150	Prosulfuron	77	96
5	Acetamiprid	93	115	78	Florasulam	97	98	151	Pyraclostrobin	86	97
6	Acibenzolar-S-methyl	97	93	79	Fluazifop	120	133	152	Pyrazolynate	90	90
7	Aldicarb	95	106	80	Flufenacet	93	108	153	Pyrazosulfuron-ethyl	110	107
8	Aldoxycarb	75	97	81	Flufenoxuron	87	88	154	Pyridalid	101	101
9	Anilofos	98	100	82	Flumetsulam	83		155	pyroquilon	83	91
10	Aramite	94	89	83	Fluridone	98	102	156	Quinoclamine	76	94
11	Atrazine	91	94	84	Flusilazole	107	111	157	Quizalofop-ethyl	94	98
12	Azafenidin	57	96	85	Flutriafol	85	102	158	Simazine	86	102
13	Azamephosphos	100	96	86	Foramsulfuron	187	208	159	Simeconazole	111	108
14	Azimsulfuron	99	99	87	Forchlorfenuron	92	90	160	Simetryn	93	108
15	Azinphos-methyl	98	95	88	Fosthiazate1and2	106	99	161	Spinosyn A	95	102
16	Azoxystrobin	101	97	89	Furametpyr	95	92	162	Spinosyn D	93	93
17	Bendiocarb	94	98	90	Furathiocarb	67	67	163	Spiroxamine-AandB	104	102
18	Bensulfuron-methyl	93	94	91	Halosulfuron-methyl	98	100	164	Sulfentrazone	99	108
19	Benzofenap	90	93	92	Haloxyfop	119	143	165	Sulfosulfuron	109	106
20	Bitertanol	94	98	93	Hexaconazole	89	108	166	TCMTB	21	21
21	Boscalid	106	97	94	Hexaflumuron*	78	110	167	Tebuconazole	91	108
22	Bromacil	90	102	95	Hexazinon	90	96	168	Tebuthiuron	89	102
23	Butafenacil	92	116	96	Hexythiazox	80	81	169	Teflubenzuron	101	88
24	Carbaryl	110	114	97	Imazalil	101	106	170	Tetrachlorvinphos	90	83
25	Carbofuran	89	107	98	Imazamethabenz-methyl	99	108	171	Tetraconazole	101	104
26	carboxin	89	107	99	Imazaquin	92	109	172	Thiabendazole	89	96
27	Carpropamide	89	94	100	Imazosulfuron	64	104	173	Thiacloprid	86	104
28	Chloridazon	76	99	101	Imibenconazole	87	82	174	Thiamethoxam	77	112
29	Chlorimuron-ethyl	104	88	102	Imidacloprid	84	99	175	Thidiazuron*	82	101
30	Chlorsulfuron	93	101	103	Indanofan	84	91	176	Thifensulfuron-methyl	112	105
31	Chlorxuron	57	93	104	Indoxacarb	102	107	177	Thifluzamide	95	97
32	Chromafenozide	65	97	105	Iodosulfuron-methyl	99	83	178	Thiodicarb ²⁾	1	1
33	Cinosulfuron	93	94	106	Iprodion	98	115	179	Tolfenpyrad	95	86
34	Clodinafop acid	99	108	107	Iprovalicarb	78	105	180	Tralkoxydim	86	80
35	Clofentezine	90	90	108	Isoprocarb	98	96	181	Triadimenol	94	103
36	Clomeprop	81	87	109	Isoxaflutole	86	90	182	Triasulfuron	83	113
37	Cloquintocet-mexyl	92	88	110	isoxathion-oxon	84	96	183	Tricyclazole	94	97
38	Cloransulam-methyl	95	103	111	Lactofen	97	90	184	Tridemorph E	99	96
39	Cloranthidin	83	99	112	Lenacil	96	97	185	Tridemorph Z	86	93
40	Cumyruuron	96	105	113	Linuron	100	95	186	Trifloxysulfuron	133	114
41	Cyanazine	86	104	114	Lufenuron*	139	76	187	Triflumuron	98	97
42	Cyazofamid	106	91	115	Mepanipyrim	96	89	188	Triflusaluron methyl	93	91
43	Cycloate	75	86	116	Mesosulfuron-methyl	107	95	189	Triticonazole	98	108
44	Cyclosulfamuron	106	83	117	Methabenzthiazuron	91	99	190	XMC	97	103
45	Cyflufenamide	95	96	118	Methamidophos	60	77	ネガティブモード対象成分			
46	Cyproconazole-1	102	93	119	Methiocarb	80	75	191	2-4-D	140	132
47	Cyproconazole-2	82	105	120	Methomyl ²⁾	169	188	192	2-4-DP (Dichlorprop)	125	135
48	Cyprodinil	85	99	121	Methoxyfenozide*	89	96	193	4-Chlorophenoxyacetic acid	140	140
49	DDVP ³⁾	-	-	122	Metosulam	91	100	194	Acifluorfen	85	82
50	Demeton-S-methyl	104	94	123	Metsulfuron-methyl	121	100	195	Bromoxynil	82	87
51	Di-allate	88	102	124	MevinphosE	106	108	196	Cloprop	126	123
52	Dichlosulam	105	97	125	MevinphosZ	116	116	197	Cyclanilide	120	117
53	Diclomezine	98	141	126	Monocrotophos	85	111	198	Dicloran	67	82
54	Dicrctophos	92	96	127	Monolinuron	101	100	199	Fluroxypyr	64	120
55	Difenoconazole1and2	101	106	128	Myclobutanil	106	104	200	Fomesafen	92	77
56	Diiflubenzuron	97	104	129	Naproanilide*	86	93	201	Gibberellin	130	128
57	Dimethirimol	94	107	130	Naptalam	171	196	202	Hexaflumuron*	92	100
58	Dimethoate	94	97	131	Norflurazon*	96	91	203	Ioxynil	83	81
59	DimethomorphE	91	95	132	Novaluron	126	83	204	Lufenuron*	90	88
60	DimethomorphZ	99	108	133	Omethoate	81	103	205	MCPA	148	151
61	Diuron	99	96	134	Oxadixyl	89	123	206	MCPB	106	102
62	Dymuron	94	100	135	Oxamyl	90	103	207	MCPP (Mecoprop)	137	124
63	Epoxiconazole	93	100	136	Oxaziclomefone	95	100	208	Methoxyfenozide*	94	99
64	Ethametsulfuron-methyl	87	93	137	Oxycarboxin	92	96	209	Naproanilide*	98	94
65	Ethoxysulfuron	102	90	138	Pencycuron	85	93	210	Norflurazon*	107	99
66	Fenamidone	99	94	139	Penoxsulam	96	99	211	Oryzalin	87	97
67	Fenamiphos	104	104	140	Pentoxazone ³⁾	0	0	212	Thidiazuron*	97	94
68	Fenbuconazole	102	103	141	Phenmedipham	92	100	213	Triclopyr	126	118
69	Fenhexamid	82	92	142	PhosphamidoneE	103	106	214	Trifluzamide	94	97
70	Fenobucarb	96	85	143	PhosphamidoneZ	93	100				
71	Fenoxaprop-ethyl	89	91	144	Primicarb	94	99				
72	Fenoxycarb	105	97	145	Primisulfuron methyl	93	95				
73	Fenpyroximate E	83	85	146	Prohydrojasmon1and2	96	82				

n=5、添加濃度：試料中0.02ppm（測定濃度2.5ppb） *：ポジティブ、ネガティブ両モードで測定

a) 添加回収サンプル÷溶媒 std × 100

b) 添加回収サンプル÷マトリックス std × 100

1) 妨害ピークのため添加回収率算出不可

2) チオジカルブがメソニルに分解

3) GC-B1 法での回収率：93%

0 ~ 50%	120 ~ 199%
50 ~ 69%	200% ~ or 判定不応

本社：〒140-0001 東京都品川区北品川4-7-35 御殿山トラストタワー21F

TEL: 0120(318)551 FAX: 0120(318)040

大阪：〒531-0072 大阪府大阪市北区豊崎3-19-3

http://www.sciex.jp Email: jp_sales@sciex.com



株式会社エービー・サイエックス

本製品は研究用のみ使用できます。診断目的およびその手続き上での使用はできません。

© 2017 AB Sciex. For Research Use Only. Not for use in diagnostic procedures. The trademarks mentioned herein are the property of AB Sciex Pte. Ltd. or their respective owners. AB SCIEX™ is being used under license.

MKT02-562B

Food and Beverage Testing



QTRAP® 4500 システムおよび ExionLC™ AD を使用した農薬添加回収試験 (エビフライ弁当)

QTRAP® 4500システムおよび ExionLC™ ADを使用した農薬添加回収試験の結果をご紹介します。

前処理は、STQ-LC 法 (アイスティサイエンス社) を使用して行いました。

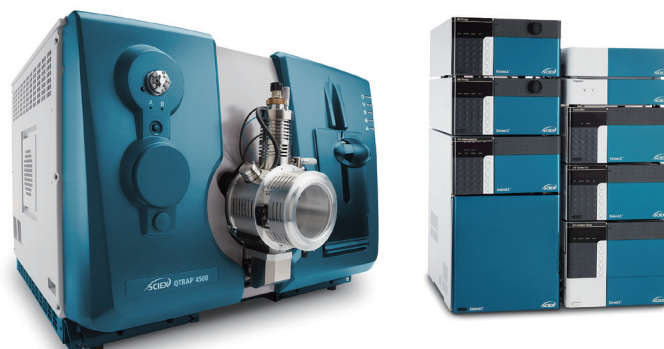
サンプル情報

エビフライ、鶏唐揚げ、シュウマイ、ウインナー、スパゲティ、卵焼き、煮物、酢の物、ご飯、ふりかけ、漬物

すべての具材を
予冷式ドライアイス凍結粉碎法にて粉碎



※写真はイメージです。



サンプル前処理



添加回収試験

粉碎方法	予冷式ドライアイス凍結粉碎法
添加濃度	試料中 0.02 ppm (測定濃度 2.5 ppb)
標準溶液	PL2005 MIX-4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 STQ 法用農薬混合標準溶液 (極性 53 種類混合) いずれも林純薬工業製
検量線	絶対検量線、一点検量線 (2.5 ppb)
検量線希釈溶媒	下記①:②:③:④の混合液 (5:10:3:2) ①アセトニトリル ②0.4% ギ酸含有-メタノール/水 (8/2) ③メタノール/水 (8/2) ④水
自動処理時間	約 10 分

Step 1	●試料 5g 採取
Step 2	●各 2ppm 混合標準溶液 50μL, 水 6mL, アセトニトリル 10mL
Step 3	●ホモジナイズ (12000 rpm 1 分間)
Step 4	●NaCl (食塩) 1g ●クエン酸水素 2Na 1.5 水和物 0.5g ●クエン酸 3Na 2 水和物 1g ●MgSO4 (無水硫酸マグネシウム) 4g
Step 5	●攪拌 (手で振とう 1 分間)
Step 6	●遠心分離 (3500 rpm 5 分間)

ST-L300 自動精製

Step 7	●アセトニトリル層 0.5mL を分取
固相	●C18-50mg+PSA-30mg: 精製
Step 8	●0.4% ギ酸含有-メタノール/水 (8/2) 1mL で溶出
Step 9	●水 0.2mL 添加
固相	●C18-30mg: 精製
Step 10	●メタノール/水 (8/2) 0.3mL で溶出
Step 11	●溶出液を水で 2mL に定容



LC メソッド

カラム	L-column2 ODS 2.1mm I.D. × 150mm L. 粒子径 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
移動相 B	0.5mM 酢酸アンモニウム含有メタノール
流速	0.2mL/min 注入量 1μL
グラジエント条件 %B	10%→50% (0-1min*) ※アセフェートなどの高極性農薬のピーク形状が改善 98% (1-17min)→98% (17-23min)→10% (23-30min)
分析時間	30min (Pos/Neg スwitchング)



MS メソッド

イオン化モード	ESI Positive/Negative
イオンスプレー電圧	4500V/-4500V イオンソース温度 350℃
測定モード	sMRM (scheduled Multiple Reaction Monitoring)

Food and Beverage Testing



結果

媒体 std を 用いた場合 ^{a)}			マトリックス std を 用いた場合 ^{b)}			媒体 std を 用いた場合 ^{a)}			マトリックス std を 用いた場合 ^{b)}		
No.	Sample Name	回収率 (%)	No.	Sample Name	回収率 (%)	No.	Sample Name	回収率 (%)	No.	Sample Name	回収率 (%)
1	1-Naphthylacetamide	94	95	74	Fenpyroximate Z	77	74	147	Propaquizafop	101	91
2	3-OH-carbofuran	92	101	75	Fensulfothion	106	103	148	Propoxur	93	101
3	Abamectin	70	68	76	Ferimzone EandZ	91	94	149	Propoxycarbazone	58	58
4	Acephate	77	90	77	Flazasulfuron	87	87	150	Prosulfuron	58	57
5	Acetamiprid	95	100	78	Florasulam	103	93	151	Pyraclostrobin	92	95
6	Acibenzolar-S-methyl	93	89	79	Fluazifop	96	87	152	Pyrazolynate	97	91
7	Aldicarb	107	96	80	Flufenacet	101	91	153	Pyrazosulfuron-ethyl	98	94
8	Aldoxycarb	83	103	81	Flufenoxuron	94	84	154	Pyridalid	100	89
9	Anilofos	97	97	82	Flumetsulam	100	91	155	Pyroquilon	95	89
10	Aramite	101	87	83	Fluridone	90	94	156	Quinoclamine	101	105
11	Atrazine	91	96	84	Flusilazole	100	91	157	Quizalofop-ethyl	99	96
12	Azafenidin	79	101	85	Flutriafol	97	94	158	Simazine	94	100
13	Azamethiphos	98	96	86	Foramsulfuron	94	106	159	Simeconazole	92	95
14	Azimsulfuron	98	97	87	Forchlorfenuron	83	95	160	Simetryn	94	98
15	Azinphos-methyl	104	102	88	Fosthiazate1and2	98	107	161	Spinosyn A	92	84
16	Azoxystrobin	98	94	89	Furametpyr	92	91	162	Spinosyn D	82	75
17	Bendiocarb	87	92	90	Furathiocarb	95	81	163	Spirooxamine-AandB	93	92
18	Bensulfuron-methyl	101	97	91	Halosulfuron-methyl	94	87	164	Sulfentrazone	119	86
19	Benzofenap	97	90	92	Haloxyfop	98	94	165	Sulfosulfuron	93	79
20	Bitertanol	98	90	93	Hexaconazole	102	93	166	TCMTB	70	64
21	Boscalid	100	92	94	Hexaflumuron*	89	102	167	Tebufenozide	98	95
22	Bromacil	96	94	95	Hexazinon	98	100	168	Tebuthiuron	94	94
23	Butafenacil	83	92	96	Hexythiazox	91	82	169	Teflubenzuron	89	82
24	Carbaryl	98	94	97	Imazalil	89	97	170	Tetrachlorvinphos	104	107
25	Carbofuran	102	98	98	Imazamethabenz-methyl	101	97	171	Tetraconazole	101	96
26	Carboxin	98	96	99	Imazaquin	86	89	172	Thiabendazole	86	88
27	Carpropamide	103	98	100	Imazosulfuron	74	91	173	Thiacloprid	92	95
28	Chloridazon	98	82	101	Imibenconazole	107	79	174	Thiamethoxam	79	89
29	Chlorimuron-ethyl	93	97	102	Imidacloprid	99	93	175	Thidiazuron*	101	89
30	Chlorsulfuron	84	80	103	Indanofan	102	96	176	Thifensulfuron-methyl	116	101
31	Chlorxuron	76	95	104	Indoxacarb	97	94	177	Thifluzamide	100	108
32	Chromafenozide	81	98	105	Iodosulfuron-methyl	95	92	178	Thiodicarb ²⁾	3	3
33	Cinosulfuron	97	95	106	Iprodion	79	100	179	Tolfenpyrad	91	91
34	Clodinafop acid	88	87	107	Iprovalicarb	93	102	180	Tralkoxydim	85	72
35	Clofentezine	101	91	108	Isoprocarb	100	95	181	Triadimenol	94	96
36	Clomeprop	96	83	109	Isoxaflutole	111	91	182	Triasulfuron	101	97
37	Cloquintocet-mexyl	89	90	110	Isoxathion-oxon	95	93	183	Tricyclazole	91	88
38	Cloransulam-methyl	103	91	111	Lactofen	101	89	184	Tridemorph E	88	85
39	Clothianidin	90	95	112	Lenacil	95	95	185	Tridemorph Z	83	89
40	Cumyruron	96	97	113	Linuron	95	92	186	Trifloxysulfuron	94	95
41	Cyanazine	102	94	114	Lufenuron*	116	104	187	Triflumuron	103	91
42	Cyazofamid	114	94	115	Mepanipyrim	101	94	188	Triflusaluron methyl	99	93
43	Cycloate	77	81	116	Mesosulfuron-methyl	98	97	189	Triticonazole	100	90
44	Cyclosulfamuron	104	97	117	Methabenzthiazuron	99	92	190	XMC	93	99
45	Cyflufenamide	103	92	118	Methamidophos	65	79	ネガティブモード対象成分			
46	Cyproconazole-1	97	94	119	Methiocarb	88	90	191	2-4-D	69	68
47	Cyproconazole-2	95	93	120	Methomyl ²⁾	158	166	192	2-4-DP (Dichlorprop)	86	79
48	Cyprodinil	94	89	121	Methoxyfenozide*	102	95	193	4-Chlorophenoxyacetic acid	63	67
49	DDVP ³⁾	-	-	122	Metosulam	79	81	194	Acifluorfen	57	59
50	Demeton-S-methyl	97	94	123	Metsulfuron-methyl	100	89	195	Bromoxynil	86	85
51	Di-allate	100	94	124	MevinphosE	101	96	196	Cloprop	86	81
52	Dichlosulam	99	94	125	MevinphosZ	102	106	197	Cyclanilide	81	78
53	Diclomezine	90	92	126	Monocrotophos	85	99	198	Dicloran	95	78
54	Diclotopos	100	97	127	Monolinuron	99	94	199	Fluroxypyr	74	70
55	Difenoconazole1and2	96	91	128	Myclobutanil	98	91	200	Fomesafen	82	78
56	Diflubenzuron	101	89	129	Naproanilide*	100	90	201	Gibberellin	91	92
57	Dimethirimol	91	88	130	Naptalam	95	87	202	Hexaflumuron*	92	88
58	Dimethoate	98	103	131	Norflurazon*	93	98	203	Ioxynil	83	81
59	DimethomorphE	100	92	132	Novaluron	98	88	204	Lufenuron*	93	85
60	DimethomorphZ	90	86	133	Omethoate	85	94	205	MCPA	86	83
61	Diuron	93	100	134	Oxadixyl	105	94	206	MCPB	100	94
62	Dymuron	99	94	135	Oxamyl	96	96	207	MCPB (Mecoprop)	91	88
63	Epoxiconazole	96	93	136	Oxaziclomefone	91	85	208	Methoxyfenozide*	100	93
64	Ethametsulfuron-methyl	95	88	137	Oxycarboxin	100	100	209	Naproanilide*	100	92
65	Ethoxysulfuron	82	83	138	Pencycuron	97	89	210	Norflurazon*	105	93
66	Fenamidone	100	94	139	Penoxsulam	109	82	211	Oryzalin	96	96
67	Fenamiphos	102	97	140	Pentoxazone ³⁾	5	5	212	Thidiazuron*	93	92
68	Fenbuconazole	108	100	141	Phenmedipham	92	89	213	Triclopyr	82	79
69	Fenhexamid	106	100	142	PhosphamidonE	93	91	214	Trifluzamide	94	97
70	Fenobucarb	93	83	143	PhosphamidoneZ	95	98				
71	Fenoxaprop-ethyl	103	93	144	Primicarb	99	101				
72	Fenoxycarb	111	93	145	Primisulfuron methyl	103	90				
73	Fenpyroximate E	94	85	146	Prohydrojasmon1and2	99	84				

n=5、添加濃度：試料中0.02ppm（測定濃度2.5ppb） *：ポジティブ、ネガティブ両モードで測定

a) 添加回収サンプル÷溶媒 std × 100

b) 添加回収サンプル÷マトリックス std × 100

1) 妨害ピークのため添加回収率算出不可

2) チオジカルブがメソニルに分解

3) GC-B1 法での回収率：89%

0 ~ 50%	120 ~ 199%
50 ~ 69%	200% ~ or 判定不応

本社：〒140-0001 東京都品川区北品川4-7-35 御殿山トラストタワー21F

TEL: 0120(318)551 FAX: 0120(318)040

大阪：〒531-0072 大阪府大阪市北区豊崎3-19-3

http://www.sciex.jp Email: jp_sales@sciex.com



株式会社エービー・サイエックス

本製品は研究用のみ使用できます。診断目的およびその手続き上での使用はできません。

© 2017 AB Sciex. For Research Use Only. Not for use in diagnostic procedures. The trademarks mentioned herein are the property of AB Sciex Pte. Ltd. or their respective owners. AB SCIEX™ is being used under license.

MKT02-561B

お客さまの成功は私たちの成功です。 お客さまの成功を心からサポートいたします。

お客さまは、SCIEXの顧客として、世界トップクラスのサポートをご利用いただけます。私たちは、お客さまがどこにいても、信頼されるパートナーとして、質問に答え、ソリューションを提供し、ラボの生産性を最大限に高めます。

当社のカスタマーサポートは、お客さまが常に最新の状態を保てるように最新の製品情報、ソフトウェア更新、修理の方法や手順へのアクセスを有しています。

お客さまのご質問にお答えします。

詳しくは、http://sciex.jp/about-us/contact_us をご参照ください。

Answers for Science. Knowledge for Life.TM

本製品は研究用에만使用できます。
診断目的及びその手続き上での使用はできません。

AB Sciex is doing business as SCIEX.

© 2018 AB Sciex. For Research Use Only. Not for use in diagnostic procedures. The trademarks mentioned herein are the property of AB Sciex Pte. Ltd. or their respective owners. AB SCIEXTM is being used under license.

MKT20-661 A

本社：〒140-0001 東京都品川区北品川4-7-35 御殿山トラストタワー21F
TEL : 0120-318-551 FAX : 0120-318-040

大阪：〒531-0075 大阪府大阪市北区豊崎3-19-3 ビアスタワー

URL : <http://www.sciex.jp> Email : jp_sales@sciex.com



株式会社エービー・サイエックス