

玉ねぎ

L-GCB1

前処理フロー

(試料をピーカーに入れてラップで蓋をし、電子レンジで加熱) ※注1

試料 10g採取 (+添加 2ppm混合標準溶液 50μL)

アセトニトリル 10mL

ホモジナイズ

NaCl (食塩) 1g

クエン酸3Na2水和物 1g

クエン酸水素2Na1.5水和物 0.5g

MgSO₄ (無水硫酸マグネシウム) 4g

撹拌 (手で振とう 1分間)

遠心分離 (3000rpm 5分間)

アセトニトリル層

分取2mL

アセトニトリル-水 (1:1) 2mL

試料瓶 (自動前処理装置にセット)

分取 1 mL

自動前処理装置 STQ-L200

固相 C18-30 mg: 精製

洗液 アセトニトリル-水 (4:1) 1mL

流出液

10%食塩水 20mL

固相 C18-50mg: 保持

乾燥 (窒素ガス 2分)

連結固相 PSA-30 mg: 精製

溶出 アセトン-ヘキサン (15/85) 1mL

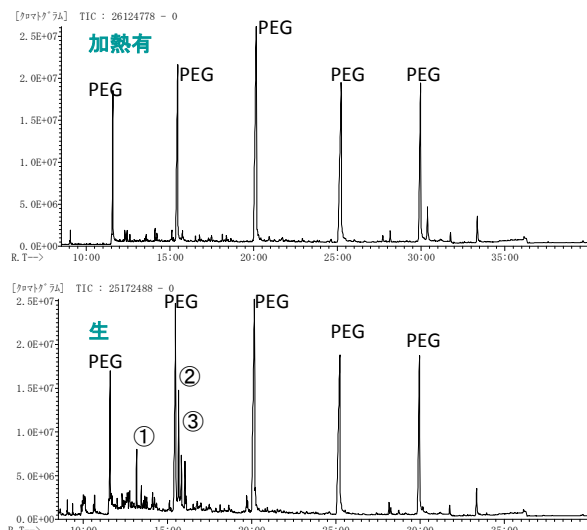
溶出液

1ppmフェナントレン体+0.1%PEG (300) /アセトン 20μL

定容 (1 mL, アセトン/ヘキサン (15/85) で調製)

GC/MS (LVI-S200 大量注入25 μL: 試料12.5mg相当)

Scan Chromatogram

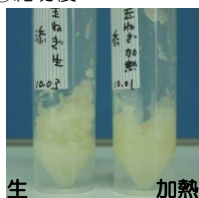


目的/実験方法

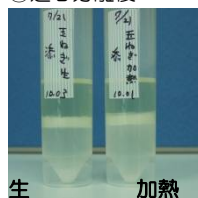
自動前処理装置STQ-L200を用いた
添加回収試験(GC-B1法)

- 添加濃度(試料中): 10ppb
- 最終バイアル中濃度: 5ppb
- 農薬: 関東MIX-22, 31, 34, 48, 51
- 検量線:
 - ・PEG共注入標準溶液、絶対、直線検量線
 - ・1点: 5ppb
 - ・20ppbフェナントレン体+20ppmPEG
 - +農薬混合標準溶液(アセトン-ヘキサン)
 - *フェナントレン体は装置の感度評価の目安として使用。
- 測定: 1 Injection によるSCAN測定
- 測定条件: 参考資料に従う。

①細切後



②遠心分離後



③C18-30、C18-50+PSA30(加熱)



④C18-30、C18-50+PSA30(生)



考察

加熱処理有・無共に、解析に影響を与える夾雑ピークは無く、概ね良好な回収率を得ることができた。

試料細切の際に、酵素反応により分析妨害成分が生成されるので、これを抑制するため、細切前に電子レンジで熱処理を行い酵素を失活させた。クロマトグラム上でもレンジ効果はあると思われる。

弊社分析法では、加熱無の場合でも加熱有の回収率を大きく下回るものは少なかったが、総合的に加熱有の方が回収率も良好であり、レンジ処理は効果的と考える。

(結果表で、加熱有の方が大幅に回収率が高くなったものは緑、逆に低くなったものは薄いオレンジで記した。)

【参考文献】

起橋ら.食衛誌vol.37.43-47 タマネギなどの
残留農薬分析における電子レンジの利用

【夾雑成分】

①、②、③ 同スペクトルであるが、不明



STQ-L200

For STQ Method

Sample



Information

水分: 91.5% (ゆで)
89.7% (生)
脂質: 0.1% (ゆで)
0.1% (生)
脂肪酸: 0.04% (ゆで)
0.04% (生)

※注1

レンジ加熱処理有と、
無の場合で比較した。
加熱は500Wレンジ、
100gで90秒がめやす。

玉ねぎは外皮、ひげ根を
除去し、フードプロセッサで
細切。

加熱処理有の場合は、
外皮、ひげ根を除去し、
適当な分量をレンジで加
熱した後、細切。

AiSTI SCIENCE

Product

LVI-S200
STQ-L200
Smart-SPE C18-30
Smart-SPE C18-50
Smart-SPE PSA-30

株式会社アイスティサイエンス

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

No.	農薬名	回収率 (%) 加熱有	回収率 (%) 生	No.	農薬名	回収率 (%) 加熱有	回収率 (%) 生	No.	農薬名	回収率 (%) 加熱有	回収率 (%) 生	No.	農薬名	回収率 (%) 加熱有	回収率 (%) 生
1	1-Naphthylacetamide	ND	ND	76	Cypermethrin-4	96.9	76.4	151	Flutolanil	99.8	95.0	226	Prohydrojasmon-1	84.8	72.7
2	3-Hydroxycarbofuran	ND	ND	77	Cyproconazole-1	110.0	100.3	152	Flutriafol	91.3	90.8	227	Prohydrojasmon-2	St-	St-
3	4,4'-Dichlorobenzophenone	81.2	73.6	78	Cyproconazole-2	105.5	97.6	153	Fluvalinate-1	122.3	94.2	228	Prometryn	88.9	90.5
4	Acephate	ND	ND	79	DEF(tribufos)	88.4	76.0	154	Fluvalinate-2	134.6	103.0	229	Propachlor	86.8	89.6
5	Acetamipride	ND	ND	80	Deltamethrin	165.1	105.4	155	Formothion	45.7	ND	230	Propanil	93.2	104.6
6	Acetochlor	81.2	79.3	81	Demeton-S-methyl	43.3	56.8	156	Fosthiazate-1	87.5	94.3	231	Propaphos	94.2	84.6
7	Acrinathrin	116.6	134.1	82	Diallate-1	83.5	78.6	157	Fosthiazate-2	94.9	99.2	232	Propargite(BPPS)	81.6	50.1
8	Alachlor	89.0	88.7	83	Diallate-2	84.2	78.2	158	Halfenprox	84.9	67.9	233	Propazine	92.7	87.9
9	Allethrin-1,2	St-	St-	84	Diazinone	83.9	89.5	159	Hexaconazole	103.1	91.7	234	Propiconazole-1	112.6	87.5
10	Allethrin-3,4	86.1	75.0	85	Dichlofenthion	88.3	77.3	160	Hexazinone	32.2	ND	235	Propiconazole-2	104.2	81.3
11	Ametryn	90.2	92.3	86	Dichlofluaniid	St-	St-	161	Imazamethabenz methyl	62.5	63.2	236	Propoxur	32.2	ND
12	Anilofos	100.9	48.0	87	Dichlorvos	ND	ND	162	Imibenconazole	125.3	82.5	237	Propyzamide	92.6	87.0
13	Aramite-3	93.8	69.3	88	Diclocymet-1	100.6	90.2	163	Imibenconazole-des-benzyl	ND	ND	238	Prothiophos	85.5	77.8
14	Aramite-4	95.6	82.7	89	Diclocymet-2	101.5	97.8	164	Iprobenfos	92.4	92.1	239	Pyraclofos	104.3	71.6
15	Atrazine	81.2	78.3	90	Diclofop-methyl	91.1	78.9	165	Iprodione	142.1	152.9	240	Pyraflufen-ethyl	96.0	87.5
16	Azaconazole	95.9	85.2	91	Dicloran	66.1	108.3	166	Isazophos	95.3	95.8	241	Pyrzaphos	100.1	82.8
17	Azinphos-Methyl	62.4	ND	92	Dicrotofos	ND	ND	167	Isofenphos	101.0	115.5	242	Pyributicarb	92.5	94.5
18	Benalaxyl	95.8	92.8	93	Diethofencarb	96.2	99.1	168	Isofenphos P=O	100.5	105.3	243	Pyridaben	102.5	66.2
19	Bendiocarb	52.8	51.4	94	Difenoconazole-1	130.7	72.9	169	Isoprocarbe	83.8	87.9	244	Pyridafenthion	93.8	92.7
20	Benfluranlin	81.4	109.9	95	Difenoconazole-2	127.0	74.6	170	Isoprothiolane	90.2	90.6	245	Pyrifentox-1	92.3	78.6
21	Benfuresate	89.2	84.1	96	Diflufenican	96.3	85.0	171	Isoxathion	ND	63.4	246	Pyrifentox-2	92.1	82.4
22	Benoxacor	65.5	101.7	97	Dimepiperate	99.0	77.3	172	Isoxathion-ox	ND	73.0	247	Pyrimethanil	84.8	81.8
23	BHC-alpha	84.3	82.5	98	Dimethametryn	86.4	91.3	173	Kresoxim-methyl	92.7	88.0	248	Pyrimidifen	91.4	79.9
24	BHC-beta-gamma	77.0	68.3	99	Dimethenamid	92.1	103.5	174	Lenacil	76.7	70.8	249	Pyriminobac-methyl-1	95.5	97.1
25	BHC-delta	123.8	135.4	100	Dimethipin	83.4	84.9	175	Malathion	93.6	97.7	250	Pyriminobac-methyl-2	92.3	88.5
26	Bifenox	61.8	126.8	101	Dimethoate	ND	ND	176	Mecarbam	86.9	106.1	251	Pyriproxyfen	90.7	71.4
27	Bifenthrin	84.6	70.5	102	Dimethylvinphos-z	94.1	86.7	177	Mefenacet	100.1	85.3	252	Pyroquilon	ND	ND
28	Bifentanol-1	106.2	85.8	103	Dioxathion	44.8	33.4	178	Mefenpyr-diethyl	95.8	90.5	253	Quinoclamine	ND	ND
29	Bifentanol-2	106.8	85.2	104	Diphenamide	94.4	87.9	179	Mepronil	93.9	94.8	254	Quinolphos	91.4	88.3
30	Bromacil	ND	ND	105	Disulfoton	90.1	114.2	180	Metalaxyl	90.2	90.2	255	Quinomethionate	70.4	72.6
31	Bromobutide	96.3	93.0	106	Disulfoton sulfone	107.3	119.4	181	Methamidophos	ND	ND	256	Quinoxifen	87.1	70.5
32	Bromofos methyl	84.6	68.7	107	Edifenphos	105.1	96.6	182	Methidathion	99.2	72.9	257	Quintozen	79.9	59.6
33	Bromophos-ethyl	84.6	73.1	108	Endosulfan	86.5	62.3	183	Methiocarb	142.0	159.8	258	Resmethrin-1	St-	St-
34	Bromopropylate	95.6	80.5	109	Endosulfan II	87.6	67.5	184	Methoprene-1	110.3	86.3	259	Resmethrin-2	76.1	63.2
35	Buprimate	95.2	81.8	110	Endosulfan sulfate	95.1	78.0	185	Methoprene-2	60.3	34.0	260	Silafluofen	70.3	60.9
36	Buprofezin	90.4	74.5	111	EPN	73.7	104.9	186	Methoxychlor	ND	45.5	261	Simazin	ND	ND
37	Butachlor	85.1	72.4	112	Epoxiconazole	91.2	88.7	187	Metolachlor	92.3	90.8	262	Simetryn	78.9	79.8
38	Butamifos	89.9	117.6	113	EPTC	75.3	76.2	188	Metominostrobin-e	95.6	99.2	263	Spirodiclofen	86.9	64.3
39	Butylate	75.4	70.7	114	Esprocarb	85.3	76.5	189	Metominostrobin-z	93.7	93.0	264	Spiroxamine-1	80.6	77.7
40	Cadusafos	87.2	85.2	115	Ethalfuralin	90.4	114.2	190	Mevinphos	ND	ND	265	Spiroxamine-2	81.4	80.7
41	Cafenstrole	109.2	106.0	116	Ethiofencarb	103.8	119.8	191	Monocrotophos	ND	ND	266	TMTB	ND	ND
42	Captafol	St-	St-	117	Ethion	97.5	86.1	192	Myclobutanil	99.5	92.8	267	Tebuconazole	100.4	85.0
43	Captan	ND	ND	118	Ethofumesate	90.6	85.4	193	Napropamide	90.5	93.4	268	Tebufenpyrad	99.1	80.6
44	Carbaryl	142.1	181.1	119	Ethoprophos	89.8	101.9	194	Nitrothal-isopropyl	69.9	118.7	269	Tecnazene	79.2	84.1
45	Carbofuran	48.3	45.5	120	Etofenprox	91.0	72.8	195	Norflurazon	89.0	85.3	270	Tefluthrine	77.1	66.4
46	Carboxin	67.0	61.1	121	Etoxazole	92.3	70.8	196	Oryzalin	St-	St-	271	Terbacil	ND	ND
47	Carfentrazone ethyl	92.3	82.4	122	Etrifos	92.0	91.8	197	Oxadiazone	100.6	77.6	272	Terbufos	74.2	70.7
48	Chlorbenside	82.5	69.5	123	Fenamidone	104.2	94.8	198	Oxadixyl	37.3	36.9	273	Terbutryn	93.1	93.8
49	Chlorbufam	93.7	120.4	124	Fenamiphos	94.3	89.7	199	Oxyfluorfen	82.0	104.7	274	Tetrachlorvinphos	95.5	69.6
50	Chlorethoxyphos	73.3	64.0	125	Fenarimol	102.1	95.5	200	p,p'-DDD	87.3	71.0	275	Tetraconazole	96.1	92.4
51	Chlorfenapyr	78.2	71.5	126	Fenbuconazole	100.7	81.7	201	p,p'-DDE	77.9	65.6	276	Tetradifon	89.3	69.3
52	Chlorfenson	88.6	78.4	127	Fenchlorphos	86.8	74.7	202	Paclobutrazol	100.4	92.0	277	Thenylchlor	93.3	69.9
53	Chlorfenvinphos-1	96.0	89.7	128	Fenitrothion	92.0	121.2	203	Parathion	80.1	125.3	278	Thiobencarb	91.2	90.9
54	Chlorfenvinphos-2	93.3	87.4	129	Fenobucarb	92.3	96.1	204	Parathion-methyl	88.0	120.2	279	Thiometon	86.8	96.5
55	Chlorobenzilate	95.5	91.8	130	Fenothiocarb	91.3	85.9	205	Penconazole	101.0	94.8	280	Tolclofos-methyl	90.1	87.3
56	Chloroneb	80.1	75.7	131	Fenoxanil	102.3	91.9	206	Pendimethalin	88.5	111.7	281	Tolfenpyrad	93.1	80.3
57	Chlorpropham	92.1	100.7	132	Fenpropathrin	96.2	66.8	207	Permethrin-cis	92.9	75.3	282	Toridimefon	99.7	97.6
58	Chlorpyrifos	86.6	85.5	133	Fenpropemorph	82.1	70.9	208	Permethrin-trans	93.3	74.3	283	Triadimenol-1	106.9	96.7
59	Chlorpyrifos-methyl	88.6	89.4	134	Fensulfotiothion	94.2	108.5	209	Perthane	85.8	69.5	284	Triadimenol-2	107.2	116.9
60	Chlorthal-dimethyl	86.1	79.8	135	Fenthion	94.9	92.4	210	Phenothrin-1	91.8	78.0	285	Triallate	87.1	70.1
61	Chlozolinate	90.8	93.7	136	Fenvalerate-1	99.8	89.7	211	Phenothrin-2	93.2	75.7	286	Triazophos	98.1	102.1
62	Cinidon-ethyl	100.5	87.4	137	Fenvalerate-2	86.6	60.2	212	Phenthoate	103.1	87.6	287	Tricyclazole	ND	ND
63	Clomazone	86.7	86.6	138	FIPRONIL	101.4	102.7	213	Phorate	82.0	93.9	288	Trifloxystrobin	97.5	96.2
64	Cyanazine	36.7	31.7	139	Flamprop-methyl	96.1	89.3	214	Phosalone	108.3	101.2	289	Trifluralin	85.0	105.4
65	Cyanophos	93.3	83.1	140	Fluacrypyrim	96.7	90.4	215	Phosmet	107.8	42.7	290	Thifluzamide	70.3	71.2
66	Cyfluthrin-1	90.5	89.3	141	Flucythrinate-1	95.7	80.3	216	Phosphamidon	63.1	44.3	291	Uniconazole	100.6	96.6
67	Cyfluthrin-2	110.1	107.9	142	Flucythrinate-2	97.5	74.6	217	Phthalide	86.2	81.5	292	Vinclazoline	84.2	81.7
68	Cyfluthrin-3	113.5	81.4	143	Fludioxonil	74.7	82.9	218	Piclorafen	94.1	81.8	293	XMC	71.4	73.4
69	Cyfluthrin-4	85.9	49.1	144	Flufenpyl-ethyl	100.6	101.7	219	Piperonyl butoxide	93.6	78.6	294	Zoxamide	50.5	ND
70	Cyhalothrin-butyl	89.2	83.5	145	Flumiclorac-pentyl	107.9	95.7	220	Piperophos	97.4	97.8				
71	Cyhalothrin-1	106.4	100.8	146	Flumioxazin	107.3	19.2	221	Pirimicarb	76.2	68.7				
72	Cyhalothrin-2	85.6	71.3	147	Fluquinconazole	109.6	99.1	222	Pirimiphos methyl	87.8	92.6				
73	Cypermethrin-1	83.5	69.8	148	Fluridone	88.6	84.5	223	Pretilachlor	84.9	75.2				
74	Cypermethrin-2	70.8	74.9	149	Flusilazole	106.0	92.7	224	Procymidone	89.4	84.5				
75	Cypermethrin-3	85.6	68.3	150	Fluthiacet-methyl	109.3	49.1	225	Profenofos	89.3	82.9				

*PEG共注入標準溶液による絶対検量線を使用

回収率30%未満は ND

スタンダードNDは St-