

冷凍鶏唐揚

STQ-GC-B1法 (全自動固相抽出装置ST-L300)



ST-L300

For STQ Method

前処理フロー

試料 5g 採取

- 水 7.5mL
- 1ppm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

撈拌 (手で振とう 1分間)

遠心分離 (3500rpm 5分間)

アセトニトリル層

分取 2mL

試料瓶 (自動前処理装置にセット)

分取 0.5mL **== 自動前処理装置 ST-L300**

約12分/検体

Smart-SPE C18-50mg : 精製

- 洗液 アセトニトリル-水 (9/1) 0.5mL

流出液

- 10%食塩水 12mL

Smart-SPE C18-50mg : 保持

乾燥 (窒素ガス 3分間)

Smart-SPE 連結PSA-30mg : 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d体+0.1%PEG300/アセトン 20μL

定容 (1mL,アセトン-ヘキサン (15/85) で調製)

GC/MS (LVI-S250大量注入25μL : 試料6.25mg相当)

実験方法

- 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) : 0.01ppm
- 最終バイアル中濃度 : 2.5ppb
- 標準溶液 :
 - PL2005農薬GC/MS MIX-
No. I, II, III, IV, V, VI, 7
*いずれも林純薬工業製
- 検量線 :
 - PEG共注入標準溶液、直線検量線
 - 1点 : 2.5ppb
 - 20ppbフェナントレンd体+20ppmPEG
+混合標準溶液 (アセトン-ヘキサン)
- *フェナントレンd体は装置の感度確認(定量値補正せず)
- 測定条件 :
 - 使用機器 :



GCMS-TQ8040(島津製作所)

- 注入口 : LVI-S250 (アイスティサイエンス)
- 注入口昇温条件
70°C (0.1min) → 120°C/min → 240°C
(0min) → 50°C/min → 290°C (26min)
- 注入量 : 25 μL
- カラム : Rxi-5Sil MS
0.25 mm I.D. × 30 m df : 0.25 μm
- GC昇温条件 :
60°C (4min) → 25°C/min → 125°C (0min)
→ 10°C/min → 310°C (8min)
- 注入モード : 大量注入法
- 溶媒排出流量 : 150 mL/min
- 溶媒排出圧力 : 70 kPa
- 溶媒排出総時間 : 0.27 min
- イオン源温度 : 250°C
- GCITF温度 : 290°C
- MS条件 : MRM
- GC/MS残留農薬分析用データベース
Smart Pesticides Database

Sample



Information

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

試料を予冷式
ドライアイス
凍結粉碎法に
て粉碎

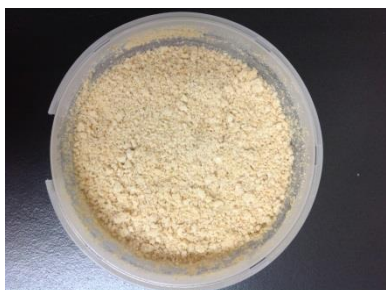
AiSTI SCIENCE

Product

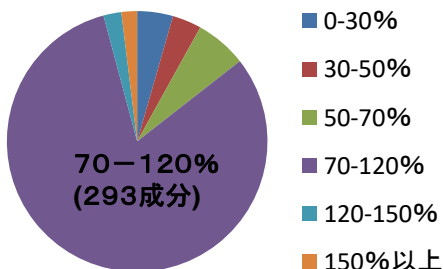
LVI-S250
ST-L300
Smart-SPE C18-50
Smart-SPE PSA-30

株式会社アイスティサイエンス
〒640-8341
和歌山市黒田120-6 アソト黒田2F
TEL. 073-475-0033
FAX. 073-497-5011
www.aisti.co.jp

ドライアイス凍結粉碎した試料



添加回収率の分布



No.	化合物名	回収率 (%)	RSD (%)	No.	化合物名	回収率 (%)	RSD (%)	No.	化合物名	回収率 (%)	RSD (%)	No.	化合物名	回収率 (%)	RSD (%)
1	1-ジクロロ-2,2-※	73	3.6	88	クロルチオホス-3	83	3.8	175	テトラクロルビンホス	91	1.9	262	ブタロール	85	2.5
2	alpha-BHC	79	5.0	89	クロルニロフェン	89	4.3	176	テトラコナゾール	87	3.1	263	ブタフェニル	128	4.3
3	beta-BHC	78	3.2	90	クロルビヒホス	76	3.5	177	トランホス	74	8.4	264	ブタホス	95	4.2
4	gamma-BHC (リンデン)	81	2.7	91	クロルヒロホスメチル	80	3.7	178	テトラマトリン-1	109	3.8	265	ブチレート	77	5.0
5	delta-BHC	82	3.3	92	クロルフェニル	78	10.6	179	テトラマトリン-2	113	3.1	266	ブヒリレート	85	5.7
6	DCIP	73	6.3	93	クロルフェニル	84	2.7	180	テニルコロール	95	3.6	267	ブフロエジン	80	2.6
7	EPN	127	4.7	94	クロルフェニルホス-(E)	88	3.9	181	テブコナゾール	95	3.0	268	ブラムフロップメチル	89	2.9
8	EPTC	83	3.9	95	クロルフェニルホス-(Z)	83	3.9	182	テフヒロホス	78	3.3	269	ブラモヒル	90	3.2
9	MCPAチオエチル	75	2.7	96	クロルブファム	94	3.5	183	テフフェニルホス	81	7.2	270	ブラモヒル代謝物	100	10.6
10	MCPBエチル	79	3.7	97	クロルブフオアム	88	3.2	184	テフルトリン	78	3.1	271	ブリラゾール	88	3.1
11	TCMTB	76	4.8	98	クロルベンジト	75	4.9	185	テトメソ-S-メチル	169	25.5	272	フルアクリル	82	6.3
12	XMC	84	8.0	99	クロルベンジレート	82	2.9	186	テトルタマトリン-1	131	20.9	273	フルキコンナゾール	89	2.5
13	アクリナリン-1	107	20.0	100	クロルメホス	89	4.9	187	テトルタマトリン-2	85	4.6	274	フルシオキシコニル	58	6.3
14	アクリナリン-2	89	3.2	101	クロルニコニル	44	5.5	188	テフルブカルブ	86	3.4	275	フルシトネート-1	87	2.8
15	アコナゾール	84	1.8	102	クロルネブ	84	4.4	189	テフルトリン	83	3.7	276	フルシトリン-2	89	2.3
16	アサメチホス	72	28.9	103	クロロブヒレート	82	2.9	190	テフルホス	92	3.8	277	フルシラゾール	86	2.2
17	アシンホスエチル	97	3.4	104	シアラジン	58	LC	191	トリアジメノール-1	125	11.2	278	フルシラゾール代謝物	89	6.3
18	アシンホスメチル	110	4.1	105	シアラフェンホス	85	4.2	192	トリアジメノール-2	92	4.0	279	フルラシ	88	2.2
19	アセトクロール	88	3.1	106	シアノホス	86	3.0	193	トリアジメホス	91	2.1	280	フルリアホス	73	3.0
20	アトラジン	79	6.3	107	シアノホス	84	3.6	194	トリアゾホス	104	5.0	281	フルバリネート-1	83	3.7
21	アニホス	91	3.7	108	ジエフエフェンカルブ	88	3.9	195	トリアレート	71	3.7	282	フルバリネート-2	87	4.6
22	アメリリン	91	3.0	109	ジオキサチオン	87	3.7	196	トリカラム	17	5.3	283	フルフェヒルエチル	110	5.8
23	アラコロール	87	3.9	110	ジオキサチオン分解物	81	7.1	197	トリブホス	71	4.4	284	フルスクロラクベンチル	149	6.2
24	アリドクロール	41	46.8	111	ジオキサベンゾホス	88	1.6	198	トリブラリン	88	3.7	285	プレチラコロール	86	3.8
25	アレシリン-1,2	120	22.5	112	ジクロロシメト-1	84	4.3	199	トリブコキシトホス	91	4.0	286	ブロシミン	86	6.9
26	アレシリン-3,4	91	7.3	113	ジクロロシメト-2	86	3.4	200	トリルカラム	41	1.8	287	ブロチオホス	68	4.8
27	イサゾホス	89	5.0	114	ジクロロフエンチオン	75	3.3	201	トリフルアルニド代謝物	96	14.1	288	ブロボコロール	88	4.0
28	イカルホス	90	3.2	115	ジクロロトリアゾール	81	3.5	202	トリクロホスメチル	80	2.8	289	ブロボジン	85	3.4
29	イネキサジフェンエチル	87	2.5	116	ジクロロフェニト	28	4.7	203	トルフェニルホス	84	1.7	290	ブロパニル	87	3.8
30	イネキサチオン	93	5.7	117	ジクロロアルニド代謝物	36	67.4	204	ナフロバミド	93	4.9	291	ブロボホス	117	6.4
31	イソフェホス	86	3.3	118	ジクロルニル	81	4.4	205	ニトラリン	305	9.6	292	ブロボキット-1,2	108	3.6
32	イソフェホスオキシ	88	2.2	119	ジクロロブップメチル	79	4.0	206	ニトケルイソプロピル	103	4.8	293	ブロボコナゾール-1	87	1.5
33	イソブカルブ	86	4.4	120	ジクロラソ	85	5.2	207	ニコロフェン	99	3.0	294	ブロボコナゾール-2	87	4.9
34	イソブチオラン	86	5.0	121	ジクロルホス	54	LC	208	フルフルラジン	86	3.3	295	ブロボザミド	85	4.2
35	イソロン	82	4.1	122	ジスルホトリン	163	16.3	209	ハクプロトリアゾール	85	3.2	296	ブロボトシヤクモン-1	84	4.2
36	イソリン	78	20.4	123	ジスルホトリンホス	90	3.5	210	ハクテホス	102	4.0	297	ブロボトシヤクモン-2	98	4.9
37	イソロンホス	90	3.3	124	ジシメチル	80	4.2	211	ハラチオメチル	112	3.5	298	ブロボホス	80	5.3
38	インドメタゾン	83	6.2	125	ジシオホス	86	4.4	212	ハルフェンブロック	69	2.8	299	ブロボキスル	63	LC
39	インドキサカルブ	91	12.6	126	ジコナゾール	86	6.0	213	ヒコリナフェン	84	3.7	300	ブロボコナゾール-1	89	4.0
40	ウニナゾール	93	4.0	127	シドニエチル	136	9.4	214	ビニルタール-1	92	4.5	301	ブロボコナゾール-2	87	6.8
41	エスブカルブ	79	3.7	128	シハロリン-1	97	5.8	215	ビニルタール-2	70	10.9	302	ブロボトリリン	90	3.4
42	エタフルラリン	90	3.7	129	シハロリン-2	84	2.8	216	ビフェナゼート	128	6.0	303	ブロボブチド	85	2.1
43	エチオン	85	3.5	130	シハロブップチル	86	3.6	217	ビフェルクス	155	5.8	304	ブロボブヒレート	76	4.6
44	エチンロゼート	79	4.3	131	シフルナスト	88	3.1	218	ビフエトリン	72	2.5	305	ブロボホス	82	4.3
45	エチフェホス	92	2.2	132	シフルニル	81	3.4	219	ビハニコリブトキシト	86	4.3	306	ブロボホスエチル	70	4.9
46	エトフェブロックス	73	3.1	133	シフルニルアミン	86	4.9	220	ビヘホス	91	3.1	307	ヘキサコナゾール	86	2.8
47	エトメサート	87	2.8	134	シフルコナゾール-1	61	LC	221	ビラクロホス	126	3.1	308	ヘキサジン	49	LC
48	エトメホス	91	4.0	135	シフルコナゾール-2	110	5.6	222	ビラクロホス	90	3.2	309	ヘキサシメチル	102	3.3
49	エトベンジト	95	2.9	136	シフルトリン-1	98	4.2	223	ビラゾホス	94	3.3	310	ヘキサコロール	90	3.5
50	エトリアゾール	78	4.2	137	シフルトリン-2	88	3.4	224	ビラフルフェンエチル	90	3.6	311	ヘルメトリン-1	68	5.1
51	エトリンホス	79	4.6	138	シフルトリン-3	84	6.5	225	ビラフルフェンチオン	174	4.4	312	ヘルメトリン-2	72	5.2
52	エホキシコナゾール	88	2.7	139	シフルトリン-4	100	6.9	226	ビラダホス	76	2.3	313	ヘンコナゾール	84	3.2
53	alpha-エンドスルファン	111	17.4	140	シフルフェナミド	84	11.6	227	ビリフェルクス-(E)	78	3.7	314	ヘンディメタリン	94	5.8
54	beta-エンドスルファン	98	9.0	141	シフルフェカリン	83	3.0	228	ビリフェルクス-(Z)	87	8.5	315	ヘンキサジン	93	2.4
55	エンドスルファン	83	12.4	142	シフルコナゾール-1,2	89	1.8	229	ビリブチカルブ	86	3.8	316	ヘンフルラリン	88	3.9
56	オキサジン	84	5.6	143	シフルロニル	79	3.1	230	ビリブチカルブ	80	5.5	317	ヘンフルセート	93	4.0
57	オキサジンキシル	52	LC	144	シフルメトリン-1	93	6.4	231	ビリミジフェン	83	4.4	318	ヘンソリン	94	3.5
58	オキサビニル	88	7.8	145	シフルメトリン-2	85	10.0	232	ビリミハクメチル-(E)	87	2.5	319	ホステアゼート-1	83	11.0
59	オキシラソルフェン	107	5.4	146	シフルメトリン-3	87	6.2	233	ビリミハクメチル-(Z)	88	3.1	320	ホステアゼート-2	104	21.0
60	オキサホコソゾール	89	3.7	147	シフルメトリン-4	88	4.2	234	ビリミホスメチル	82	4.4	321	ホステアゼート	67	LC
61	オルトフェニルフェノール	81	3.4	148	シメジン	55	LC	235	ビリメタヒル	78	3.7	322	ホステアゼート	67	LC
62	カスサホス	89	3.7	149	シメコナゾール	85	2.6	236	ビロキロン	52	LC	323	ホスト	99	2.7
63	カフエニストロール	95	4.1	150	シメタマリ	85	3.4	237	ビロキロン	88	5.2	324	ホスト	80	2.0
64	カルボキサリジンエチル	91	3.1	151	シメチルホス-(Z)	91	3.4	238	ブアモキサトリン	49	59.5	325	ホルベット	45	5.0
65	カルバミド	35	70.0	152	シメチルホス-(E)	92	3.8	239	ブブニコル	76	6.1	326	ホルモチオン	46	43.0
66	カルホキシ	203	35.7	153	シメチル	88	4.5	240	ブブホス	119	8.1	327	ホルレート	107	5.1
67	カルボキシチオン	84	5.2	154	シメトリン	81	11.8	241	ブブメチル	98	2.3	328	チオチオン	89	4.3
68	カルボフラン	69	19.7	155	シメヒレート	79	1.8	242	ブブニコロチオン	88	3.0	329	ミクロブチル	90	3.8
69	キサロホホスエチル	108	3.4	156	シラフルオエチン	61	2.7	243	ブブメチル	82	3.8	330	メカルハム	95	7.4
70	キシリルカルブ	79	9.7	157	シメチル	82	6.8	244	ブブメチルブブエチル	85	3.5	331	メタクリン	83	4.7
71	キナルホス	89	2.0	158	シメツップ	85	3.7	245	ブブメチル	97	4.8	332	メタクリン	92	4.6
72	キノキシフェン	69	3.7	159	スピロキサミン-1	82	3.1	246	ブブメチル	85	3.5	333	メタクリン	89	3.5
73	キノキサミン	46	LC	160	スピロキサミン-2	89	2.0	247	ブブメトリン-1	77	5.9	334	メトキニコロール	81	3.6
74	キノキサチオン	61	3.2	161	スピロクローフェン	73	8.8	248	ブブメトリン-2	78	9.4	335	メトリン	102	11.9
75	キャプタ	21	分解	162	スルブホス	103	8.0	249	ブブメトリン	71	8.4	336	メトリストホス-(E)	87	4.4
76	キソセ	68	4.4	163	スルホホス	86	5.2	250	ブブメトリン	100	5.0	337	メトリストホス-(Z)	91	6.3
77	クミジン	18	72.0	164	シメチル	99	5.8	251	ブブメトリン	75	3.7	338	メトクロー	88	2.2
78	クニシメチル	80	1.4	165	ゴキサン-1分解物	90	1.9	252	ブブメトリン	108	4.0	339	メトリジン	36	52.0
79	クニシメチル	93	2.9	166	クニシメチル	45	42.9	253	ブブメトリン	100	5.3	340	メチルホス	94	3.2
80	クニシメチル分解物	98	5.1	167	ダイアジン	79	3.1	254	ブブメトリン	89	3.8	341	メチルホスエチル	89	4.3
81	クニシメチル	85	4.2	168	ダイアレート-1	79	4.0	255	ブブメトリン	89	2.8	342	メトリン	90	3.7
82	クニシメチル	105	6.0	169	ダイアレート-2	82	3.3	256	ブブメトリン	78	5.0	343	メトリン	80	4.5
83	クニシメチル	82	4.1	170	チオホカルブ	82	4.7	257	ブブメトリン	88	0.8	344	メトリン	81	5.4
84	クニシメチル	81	4.0	171	チオホカルブ	176	12.2	258	ブブメトリン	79	4.9	345	メトリン	78	3.6
85	クニシメチル	81	2.5	172	チオホカルブ	55	LC	259	ブブメトリン	88	4.0	346	メトリン	74	10.5
86	クニシメチル	71	18.8	173	チオホカルブ	76	3.8	260	ブブメトリン	57	10.3	347	メトリン	67	2.2
87	クニシメチル	78	4.7	174	テスマチフェン分解物	68	5.3	261	ブブメトリン	82	5.0				

*PEG共注入標準溶液による絶対検量線を使用、70%未満・120%以上は XX%
 *添加回収率はn=5の平均値
 *LC: LC