

# 小松菜

## STQ-GC-B1法 (全自動固相抽出装置ST-L400)



ST-L400

For STQ Method

### 前処理フロー

- 試料 10g 採取
  - 2ppm混合標準溶液 50 $\mu$ L
  - アセトニトリル 10mL
- ホモジナイズ(13000rpm 1分間)
  - 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
  - MgSO<sub>4</sub> (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-L400
  - 約12分/検体
  - Smart-SPE C18-50mg : 精製
    - 洗液 アセトニトリル-水 (9/1) 0.4mL
  - 流出液
    - 10%食塩水 12mL
  - Smart-SPE C18-50mg : 保持
    - 水洗浄 2mL
    - 乾燥 (窒素ガス 2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 20 $\mu$ L
- 定容
  - (1mL,アセトン-ヘキサン (15/85) で調整)

### 実験方法

- 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) : 0.01ppm
- 最終バイアル中濃度 : 5ppb
- 標準溶液 : \*いずれも林純薬工業製
  - PL2005農薬GC/MS MIX-  
No. I, II, III, IV, V, VI, 7
- 検量線 :
  - PEG共注入標準溶液、直線検量線
  - 1点 : 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 $^{\circ}$ C (0.16min)  $\rightarrow$  120 $^{\circ}$ C/min  $\rightarrow$  240 $^{\circ}$ C (0min)  $\rightarrow$  50 $^{\circ}$ C/min  $\rightarrow$  290 $^{\circ}$ C (26min)
- 注入量 : 25  $\mu$ L
- カラム : Rxi-5Sil MS 0.25 mm I.D.  $\times$  30 m df ; 0.25  $\mu$ m
- GC昇温条件 : 60 $^{\circ}$ C (4min)  $\rightarrow$  25 $^{\circ}$ C/min  $\rightarrow$  125 (0min)  $\rightarrow$  10 $^{\circ}$ C/min  $\rightarrow$  310 $^{\circ}$ 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 : 0.16 min
- イオン源温度 : 250 $^{\circ}$ C
- GCITF温度 : 290 $^{\circ}$ 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 : 94.1%  
脂質 : 0.2%  
脂肪酸 : 0.10%  
たんぱく質 : 1.5%

試料を予冷式ドライアイス凍結粉砕法にて粉砕

## AiSTI SCIENCE

### Product

LVI-S250  
ST-L400  
Smart-SPE C18-50  
Smart-SPE PSA-30

GC-MS/MS (LVI-S250大量注入25 $\mu$ L : 試料12.5mg相当)

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	1,1-ジクロロ-2,2-ビス※	88	2.2	89	クロロチオホス-1	85	6.4	177	ジクアゼン	90	2.5	265	β-グルタリル	88	2.3
2	alpha-BHC	95	2.5	90	クロロチオホス-2	89	1.7	178	ジメチルアミン分解物	51	6.9	266	α-グルタリル	99	3.0
3	beta-BHC	90	1.8	91	クロロチオホス-3	89	2.9	179	トリブチルホス	93	3.2	267	β-グルタリル	88	2.7
4	delta-BHC	92	2.8	92	クロロメチルホス	95	2.2	180	ジブチルホス	89	5.7	268	β-グルタリル	89	3.3
5	gamma-BHC	92	2.4	93	クロロヒメチルホス	89	3.3	181	トリブチルホス	91	2.6	269	α-グルタリル	85	2.1
6	DCIP	82	3.3	94	クロロヒメチルホスメチル	92	2.4	182	トリブチルホス-1	91	2.9	270	α-グルタリル	92	1.8
7	EPN	95	3.1	95	クロロヒメチルホス	90	5.5	183	トリブチルホス-2	92	2.6	271	β-グルタリル	88	2.2
8	EPTC	88	1.8	96	クロロフエニルホス	91	3.3	184	ジニルホス	88	2.7	272	α-グルタリル代謝物	86	1.2
9	MCPAチオエチル	88	2.0	97	クロロフエニルホス-(E)	92	3.0	185	ジブチルホス	81	2.9	273	β-グルタリル	91	2.1
10	MCPBエチル	86	2.4	98	クロロフエニルホス-(Z)	89	0.5	186	ジブチルホス	87	3.0	274	α-グルタリル	90	3.6
11	TCMTB	69	LC	99	クロロフエニルホス	97	4.8	187	トリブチルホス	90	1.9	275	β-グルタリル	87	2.3
12	XMC	92	2.4	100	クロロフエニルホス	91	2.7	188	トリブチルホス	86	2.6	276	β-グルタリル	56	12.5
13	アクリノリン-1	51	17.6	101	クロロベンジルホス	84	2.6	189	ジブチルホス-S-メチル	94	1.9	277	β-グルタリル	88	6.2
14	アクリノリン-2	97	5.1	102	クロロベンジルホス	91	3.7	190	トリブチルホス	69	15.5	278	β-グルタリル	86	7.1
15	アゾチオホル	76	4.6	103	クロロメチルホス	91	2.0	191	トリブチルホス-2	90	4.2	279	β-グルタリル	87	2.4
16	アザメチホス	100	6.5	104	クロロメチルホス	0	分解	192	トリブチルホス	90	3.6	280	β-グルタリル代謝物	92	4.2
17	アミンホス	90	2.4	105	クロロメチルホス	87	1.6	193	トリブチルホス	88	2.8	281	β-グルタリル	88	5.1
18	アミンホスメチル	105	2.9	106	クロロメチルホス	91	4.0	194	トリブチルホス	90	2.4	282	β-グルタリル	90	2.8
19	アセチルホス	93	2.3	107	ジブチルホス	89	4.2	195	β-グルタリル	80	2.4	283	β-グルタリル	66	LC
20	アトラン	89	2.1	108	ジブチルホス	90	2.5	196	β-グルタリル	79	5.3	284	β-グルタリル	85	6.1
21	アトラン	93	1.9	109	ジブチルホス	89	2.1	197	β-グルタリル	91	1.7	285	β-グルタリル	85	5.5
22	アトラン	85	1.5	110	ジブチルホス	91	2.6	198	β-グルタリル	93	2.8	286	β-グルタリル	92	2.8
23	アトラン	90	3.0	111	ジブチルホス	96	2.0	199	β-グルタリル	87	2.5	287	β-グルタリル	97	3.2
24	アトラン	52	2.9	112	ジブチルホス	91	4.3	200	β-グルタリル	85	3.3	288	β-グルタリル	94	3.5
25	アトラン	70	14.8	113	ジブチルホス	95	9.1	201	β-グルタリル	100	2.7	289	β-グルタリル	89	2.0
26	アトラン	84	2.6	114	ジブチルホス	94	1.7	202	β-グルタリル	91	3.7	290	β-グルタリル	88	2.6
27	イソチオホル	91	2.4	115	ジブチルホス	84	2.7	203	β-グルタリル	5	分解	291	β-グルタリル	84	3.6
28	イソチオホル	93	5.0	116	ジブチルホス	85	4.1	204	β-グルタリル	123	3.8	292	β-グルタリル	91	3.0
29	イソチオホル	91	1.7	117	ジブチルホス	89	2.4	205	β-グルタリル	91	2.1	293	β-グルタリル	90	2.3
30	イソチオホル	79	2.3	118	ジブチルホス	89	2.5	206	β-グルタリル	85	3.1	294	β-グルタリル	89	2.0
31	イソチオホル	91	3.3	119	ジブチルホス	0	分解	207	β-グルタリル	94	3.6	295	β-グルタリル	92	2.6
32	イソチオホル	91	4.5	120	ジブチルホス	93	3.1	208	β-グルタリル	97	2.6	296	β-グルタリル	86	4.8
33	イソチオホル	90	2.5	121	ジブチルホス	86	2.0	209	β-グルタリル	102	3.4	297	β-グルタリル	87	1.7
34	イソチオホル	96	3.2	122	ジブチルホス	86	4.7	210	β-グルタリル	93	2.9	298	β-グルタリル	83	2.5
35	イソチオホル	96	3.2	123	ジブチルホス	97	1.5	211	β-グルタリル	77	2.9	299	β-グルタリル	87	1.4
36	イソチオホル	98	1.9	124	ジブチルホス	80	2.5	212	β-グルタリル	85	2.4	300	β-グルタリル	90	2.4
37	イソチオホル	92	2.2	125	ジブチルホス	100	3.3	213	β-グルタリル	98	3.0	301	β-グルタリル	89	1.8
38	イソチオホル	81	4.7	126	ジブチルホス	90	2.2	214	β-グルタリル	98	1.9	302	β-グルタリル	86	3.6
39	イソチオホル	94	3.5	127	ジブチルホス	89	4.2	215	β-グルタリル	78	2.8	303	β-グルタリル	90	3.4
40	イソチオホル	102	4.4	128	ジブチルホス	92	2.5	216	β-グルタリル	88	3.8	304	β-グルタリル	84	2.6
41	イソチオホル	84	2.1	129	ジブチルホス	86	1.6	217	β-グルタリル	75	3.9	305	β-グルタリル	92	4.4
42	イソチオホル	91	2.3	130	ジブチルホス	93	3.1	218	β-グルタリル	92	2.7	306	β-グルタリル	88	4.4
43	イソチオホル	102	4.3	131	ジブチルホス	75	10.2	219	β-グルタリル	90	5.3	307	β-グルタリル	80	1.3
44	イソチオホル	93	3.1	132	ジブチルホス	94	4.6	220	β-グルタリル	82	2.6	308	β-グルタリル	81	1.9
45	イソチオホル	88	9.6	133	ジブチルホス	89	3.6	221	β-グルタリル	88	2.0	309	β-グルタリル	85	3.4
46	イソチオホル	95	2.6	134	ジブチルホス	91	1.9	222	β-グルタリル	90	2.1	310	β-グルタリル	64	LC
47	イソチオホル	82	2.8	135	ジブチルホス	86	2.3	223	β-グルタリル	117	5.7	311	β-グルタリル	91	3.2
48	イソチオホル	91	2.5	136	ジブチルホス	97	1.6	224	β-グルタリル	89	3.6	312	β-グルタリル	89	1.6
49	イソチオホル	92	3.2	137	ジブチルホス	80	2.2	225	β-グルタリル	95	2.4	313	β-グルタリル	83	3.5
50	イソチオホル	89	2.8	138	ジブチルホス	82	1.9	226	β-グルタリル	87	3.5	314	β-グルタリル	84	2.4
51	イソチオホル	89	2.1	139	ジブチルホス	90	5.4	227	β-グルタリル	92	3.3	315	β-グルタリル	87	2.9
52	イソチオホル	89	2.6	140	ジブチルホス	94	4.7	228	β-グルタリル	84	2.8	316	β-グルタリル	97	2.2
53	イソチオホル	83	2.3	141	ジブチルホス	87	5.2	229	β-グルタリル	83	5.1	317	β-グルタリル	90	4.1
54	イソチオホル	93	6.3	142	ジブチルホス	88	6.0	230	β-グルタリル	80	4.4	318	β-グルタリル	98	2.5
55	イソチオホル	92	6.3	143	ジブチルホス	89	5.8	231	β-グルタリル	89	3.7	319	β-グルタリル	92	3.7
56	イソチオホル	100	6.7	144	ジブチルホス	89	2.8	232	β-グルタリル	86	2.7	320	β-グルタリル	94	3.7
57	イソチオホル	87	3.6	145	ジブチルホス	84	2.4	233	β-グルタリル	79	2.5	321	β-グルタリル	91	3.5
58	イソチオホル	78	3.9	146	ジブチルホス	87	3.1	234	β-グルタリル	87	2.7	322	β-グルタリル	85	6.1
59	イソチオホル	94	1.5	147	ジブチルホス	90	4.3	235	β-グルタリル	91	1.0	323	β-グルタリル	81	3.6
60	イソチオホル	96	6.2	148	ジブチルホス	89	4.2	236	β-グルタリル	88	3.2	324	β-グルタリル	85	4.4
61	イソチオホル	76	1.9	149	ジブチルホス	87	5.4	237	β-グルタリル	83	3.4	325	β-グルタリル	93	3.2
62	イソチオホル	95	4.4	150	ジブチルホス	81	3.8	238	β-グルタリル	75	3.8	326	β-グルタリル	89	2.0
63	イソチオホル	95	4.5	151	ジブチルホス	85	1.7	239	β-グルタリル	91	4.4	327	β-グルタリル	86	2.4
64	イソチオホル	96	3.6	152	ジブチルホス	86	4.0	240	β-グルタリル	83	5.5	328	β-グルタリル	93	6.1
65	イソチオホル	93	2.1	153	ジブチルホス	87	2.2	241	β-グルタリル	86	4.4	329	β-グルタリル	97	1.9
66	イソチオホル	3	分解	154	ジブチルホス	92	2.8	242	β-グルタリル	89	4.3	330	β-グルタリル	94	3.0
67	イソチオホル	88	2.2	155	ジブチルホス	92	1.8	243	β-グルタリル	83	2.2	331	β-グルタリル	86	2.2
68	イソチオホル	106	6.1	156	ジブチルホス	92	2.6	244	β-グルタリル	100	3.0	332	β-グルタリル	91	3.4
69	イソチオホル	115	4.0	157	ジブチルホス	78	4.5	245	β-グルタリル	93	4.1	333	β-グルタリル	89	2.4
70	イソチオホル	89	3.2	158	ジブチルホス	80	4.4	246	β-グルタリル	86	2.7	334	β-グルタリル	-	検出性
71	イソチオホル	92	2.5	159	ジブチルホス	82	5.3	247	β-グルタリル	90	1.8	335	β-グルタリル	90	2.5
72	イソチオホル	88	1.6	160	ジブチルホス	87	3.4	248	β-グルタリル	91	1.2	336	β-グルタリル	70	4.4
73	イソチオホル	92	3.5	161	ジブチルホス	71	3.0	249	β-グルタリル	92	4.0	337	β-グルタリル	137	7.0
74	イソチオホル	90	1.7	162	ジブチルホス	89	2.7	250	β-グルタリル	92	3.7	338	β-グルタリル	93	1.7
75	イソチオホル	83	1.1	163	ジブチルホス	93	1.7	251	β-グルタリル	80	3.5	339	β-グルタリル	89	3.9
76	イソチオホル	87	3.9	164	ジブチルホス	71	6.6	252	β-グルタリル	90	2.3	340	β-グルタリル	94	1.9
77	イソチオホル	85	2.9	165	ジブチルホス	73	5.8	253	β-グルタリル	87	2.1	341	β-グルタリル	75	2.2
78	イソチオホル	0	分解	166	ジブチルホス	85	4.6	254	β-グルタリル	89	4.1	342	β-グルタリル	89	1.4
79	イソチオホル	90	1.0	167	ジブチルホス	89	3.9	255	β-グルタリル	94	1.6	343	β-グルタリル	89	3.2
80	イソチオホル	37	5.8	168	ジブチルホス	90	3.0	256	β-グルタリル	88	2.6	344	β-グルタリル	93	2.1
81	イソチオホル	90	2.9	169	ジブチルホス	90	3.9	257	β-グルタリル	79	7.1	345	β-グルタリル	90	1.9
82	イソチオホル	93	1.1	170	ジブチルホス	70	4.3	258	β-グルタリル	85	4.7	346	β-グルタリル	91	4.3
83	イソチオホル	80	3.5	171	ジブチルホス	76	2.6	259	β-グルタリル	77	2.4	347	β-グルタリル	85	2.1
84	イソチオホル	95	2.5	172	ジブチルホス	89	0.9	260	β-グルタリル	85	4.2	348	β-グルタリル	75	4.4
85	イソチオホル	88	3.6	173	ジブチルホス	94	2.0	261	β-グルタリル	85	2.1	349	β-グルタリル	86	2.4
86	イソチオホル	93	2.9	174	ジブチルホス	94	2.9	262	β-グルタリル	54	12.2				
87	イソチオホル	90	2.2	175	ジブチルホス	91	2.6	263	β-グルタリル	94	2.2				
88	イソチオ														