



Manual  
STQ Method

# ほうれん草

## STQ-GC-B1法 (試験管ラック使用)

### 前処理フロー

### 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) : 0.01 ppm
- 最終バイアル中濃度 : 5 ppb
- 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、絶対検量線 (直線)
  - 1点 : 5 ppb
  - 20 ppb フェナントレンd体 + 20 ppm PEG + 混合標準溶液 (アセトン-ヘキサン)
- \* フェナントレンd体は装置の感度評価の目安として使用 (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 (0.16 min) → 120°C/min → 240°C (0 min) → 50°C/min → 290°C (26 min)
- 注入量 : 25 μL
- プレカラム : 不活性シリカキャピラリー チューブ I.D. 0.25 mm、O.D. 0.350 mm (ジーエルサイエンス)
- カラム : Rxi-5Sil MS 0.25 mm I.D. × 30 m df ; 0.25 μm (RESTEK)
- GC昇温条件 :  
60°C (4 min) → 25°C/min → 125°C (0 min) → 10°C/min → 310°C (8 min)
- 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°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 (島津製作所)

### Sample



### Information

水分 : 92.4%  
脂質 : 0.4%  
脂肪酸 : 0.23%  
たんぱく質 : 2.2%

### 試験部位 :

赤色根部を含み、ひげ根及び変質葉を除去したもの

## AISTI SCIENCE

### Product

LVI-S250  
試験管ラック  
Smart-SPE C18-50  
Smart-SPE HLBi5-20  
Smart-SPE PSA-30

株式会社アイスティサイエンス

〒640-8390  
和歌山市有本18-3  
TEL. 073-475-0033  
FAX. 073-497-5011

www.aisti.co.jp

粉碎

試料 10 g 採取

— 2ppm 混合標準溶液 50 μL

— アセトニトリル 10 mL

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 (3500 rpm 5分間)

抽出

アセトニトリル層

精製 : 約15分/検体

分取 0.5 mL

Smart-SPE C18-50 mg : 精製

— 洗液 アセトニトリル-水 (9/1) 0.4 mL

流出液

— 添加 水 1.5 mL

Smart-SPE HLBi5-20mg : 保持

流出液

— 10%食塩水 10 mL

Smart-SPE HLBi5-20mg : 再保持

水洗浄 2mL

吸引乾燥 (3分間)

連結 Smart-SPE PSA-30 mg : 精製

— 溶出 アセトン-ヘキサン (15/85) 1 mL

溶出液

— 1ppmフェナントレンd体+0.1%PEG300 /アセトン 20 μL

定容

(1 mL, アセトン-ヘキサン (15/85) で調整)

GC-MS/MS

(LVI-S250大量注入 25 μL : 試料 12.5 mg相当)

Table with 4 columns: No., 化合物名, 回収率 (%), RSD (%). It lists 264 chemical compounds and their corresponding recovery rates and RSD values. Some cells are highlighted in yellow or green.

\*PEG共注入標準溶液による絶対検量率を使用
\*添加回収率はn=5の平均値

\*LC: LC対象化合物
\*添加濃度: 試料中0.01ppm

※1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4-エチルフェニル)エタ