

# ほうれん草

## STQ-GC-B 1 法 (全自動固相抽出装置ST-L400)



全自動固相抽出装置  
**ST-L400**  
For STQ Method

### 前処理フロー

- 予冷式ドライアイス凍結粉碎
- 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(13,000rpm 1分間)
  - 塩化ナトリウム 1g
  - クエン酸3Na2水和物 1g
  - クエン酸水素2Na1.5水和物 0.5g
  - 無水硫酸マグネシウム 4g
- 攪拌 (手で振とう 1分間)
- 遠心分離 (3,500rpm 5分間)
- アセトニトリル層 (抽出液)
- 試料瓶に分取 2mL (ST-L400にセット)

### ST-L400

約12分/検体

負荷 [通液] 抽出液① 0.5mL

Smart-SPE C18-50mg : 精製

— 通液 アセトニトリル-水 (9/1)

流出液

— 添加 10%塩化ナトリウム水溶液 約12mL

Smart-SPE C18-50mg : 保持

— 洗浄 水 2mL

乾燥 (窒素ガス 2分間)

Smart-SPE C18-50mg/PSA-30mg : 精製

— 溶出 アセトン-ヘキサン (15/85) 1mL

溶出液

— 1ppmフェナントレンド体+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

### GC-MS/MS

(LVI-S250大量注入25 $\mu$ L : 試料12.5mg相当)

### 前処理ポイント

緑色 (色素: クロロフィル) の濃い試料ですが、1段目のC18でその色素を取り除きます。最終検液にまだ黄色の成分が残ることがありますが、測定にはほとんど影響しませんが、もし気になるようであれば、GCKをPSAの上に連結して使用することで、完全に取り除けます。

### 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- I , II , III , IV , V , VI , 7
- 検量線 :  
・1点 : 5ppb PEG共注入標準溶液、直線検量線  
・20ppbフェナントレンド体/20ppmPEG /混合標準溶液 (アセトン-ヘキサン)  
\*フェナントレンド体は装置の感度確認 (定量値補正せず)
- 使用機器 :



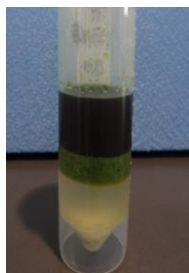
全自動固相抽出装置 ST-L400 (アイステイサイエンス)



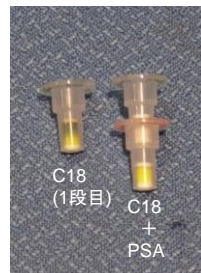
大量注入装置 LVI-S250 (アイステイサイエンス)



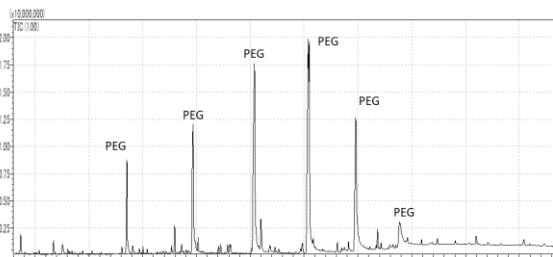
GCMS-TQ8040 NX (島津製作所)



遠心分離後



精製後の固相



SCANトータルイオンクロマトグラム

### 結果と考察

GCKを使用していませんがほとんど夾雑物が検出されず解析への影響はありませんでした。一部の成分を除いて概ね良好な回収率が得られました。

### Sample



### Information

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

ほうれん草は、赤色根部を含み、ひげ根及び変質葉を除去したものを。

### Key Word

残留農薬分析  
STQ法  
自動前処理装置  
固相抽出

**AiSTI SCIENCE**

### Product

LVI-S250  
ST-L400  
Smart-SPE C18-50  
Smart-SPE PSA-30  
予冷式ドライアイス凍結粉碎キット

株式会社アイステイサイエンス  
[www.aisti.co.jp](http://www.aisti.co.jp)  
お問い合わせ先  
TEL. 073-475-0033  
E-Mail: [as@aisti.co.jp](mailto:as@aisti.co.jp)

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 <sup>*</sup>	81	3.3	91	カドミウム	83	2.7	181	テトラゾール	86	3.3	271	β-D-グルコース	80	1.6
2	alpha-BHC	86	3.3	92	カドミウム	85	2.5	182	テトラゾール	83	4.6	272	β-D-グルコース	86	2.1
3	beta-BHC	84	1.9	93	カドミウム	82	2.6	183	テトラゾール-1	85	1.6	273	β-D-グルコース	85	2.6
4	delta-BHC	87	4.4	94	カドミウム	86	2.8	184	テトラゾール-2	85	1.6	274	β-D-グルコース	73	5.3
5	gamma-BHC	83	1.8	95	カドミウム	85	2.6	185	テトラゾール	83	3.0	275	β-D-グルコース	86	3.8
6	DCIP	82	4.3	96	カドミウム	76	5.2	186	テトラゾール	82	2.3	276	β-D-グルコース	86	4.8
7	EPN	87	2.5	97	カドミウム	85	2.8	187	テトラゾール	84	4.2	277	β-D-グルコース	85	2.1
8	EPTC	83	3.7	98	カドミウム	85	2.4	188	テトラゾール	83	2.3	278	β-D-グルコース	52	23.7
9	MCPA	78	4.5	99	カドミウム	87	3.6	189	テトラゾール	80	3.0	279	β-D-グルコース	81	4.7
10	MCPB	81	3.0	100	カドミウム	90	4.4	190	テトラゾール	83	3.0	280	β-D-グルコース	83	3.8
11	TCMTB	27	14.8	101	カドミウム	83	3.1	191	テトラゾール	95	3.4	281	β-D-グルコース	82	4.7
12	XMC	85	2.9	102	カドミウム	76	4.0	192	テトラゾール	72	8.5	282	β-D-グルコース	81	2.6
13	アクリロリン-1	101	8.1	103	カドミウム	83	2.5	193	テトラゾール	84	2.4	283	β-D-グルコース	79	6.7
14	アクリロリン-2	71	11.2	104	カドミウム	84	3.0	194	テトラゾール	80	4.2	284	β-D-グルコース	84	1.7
15	アクリロリン	76	2.2	105	カドミウム	0	分解	195	テトラゾール	84	3.2	285	β-D-グルコース	62	10.2
16	アクリロリン	79	7.6	106	カドミウム	87	3.0	196	テトラゾール	79	4.2	286	β-D-グルコース	75	7.1
17	アクリロリン	89	2.1	107	カドミウム	83	1.9	197	テトラゾール	80	6.4	287	β-D-グルコース	75	8.1
18	アクリロリン	89	2.8	108	カドミウム	82	6.7	198	テトラゾール	87	2.0	288	β-D-グルコース	85	1.4
19	アクリロリン	85	2.3	109	カドミウム	86	3.2	199	テトラゾール	97	1.9	289	β-D-グルコース	92	1.2
20	アクリロリン	82	3.8	110	カドミウム	88	2.8	200	テトラゾール	79	2.6	290	β-D-グルコース	86	1.7
21	アクリロリン	85	3.0	111	カドミウム	84	2.3	201	テトラゾール	75	2.1	291	β-D-グルコース	79	2.9
22	アクリロリン	78	4.1	112	カドミウム	85	2.3	202	テトラゾール	87	3.8	292	β-D-グルコース	86	1.1
23	アクリロリン	85	2.1	113	カドミウム	77	5.1	203	テトラゾール	80	3.5	293	β-D-グルコース	80	1.8
24	アクリロリン	48	3.6	114	カドミウム	85	3.1	204	テトラゾール	0	分解	294	β-D-グルコース	81	3.2
25	アクリロリン	90	3.4	115	カドミウム	88	3.1	205	テトラゾール	102	3.0	295	β-D-グルコース	85	3.7
26	アクリロリン	84	3.8	116	カドミウム	85	2.8	206	テトラゾール	86	2.6	296	β-D-グルコース	85	2.7
27	アクリロリン	85	3.1	117	カドミウム	86	3.0	207	テトラゾール	83	2.6	297	β-D-グルコース	85	2.7
28	アクリロリン	80	4.6	118	カドミウム	82	2.3	208	テトラゾール	83	2.3	298	β-D-グルコース	87	4.8
29	アクリロリン	83	3.1	119	カドミウム	81	2.8	209	テトラゾール	76	6.3	299	β-D-グルコース	83	3.8
30	アクリロリン	76	2.6	120	カドミウム	0	分解	210	テトラゾール	85	2.4	300	β-D-グルコース	84	0.6
31	アクリロリン	85	2.9	121	カドミウム	74	1.6	211	テトラゾール	85	0.9	301	β-D-グルコース	85	2.1
32	アクリロリン	83	1.5	122	カドミウム	83	3.4	212	テトラゾール	80	2.9	302	β-D-グルコース	83	4.8
33	アクリロリン	86	2.7	123	カドミウム	86	3.6	213	テトラゾール	82	3.0	303	β-D-グルコース	86	4.2
34	アクリロリン	87	3.4	124	カドミウム	85	2.1	214	テトラゾール	88	4.4	304	β-D-グルコース	87	2.3
35	アクリロリン	89	3.5	125	カドミウム	72	3.7	215	テトラゾール	88	2.9	305	β-D-グルコース	83	2.4
36	アクリロリン	102	5.2	126	カドミウム	82	6.0	216	テトラゾール	72	2.3	306	β-D-グルコース	80	1.3
37	アクリロリン	84	2.6	127	カドミウム	85	2.8	217	テトラゾール	83	4.6	307	β-D-グルコース	84	1.2
38	アクリロリン	79	2.2	128	カドミウム	80	4.1	218	テトラゾール	75	2.2	308	β-D-グルコース	81	3.9
39	アクリロリン	85	1.6	129	カドミウム	84	3.1	219	テトラゾール	55	7.6	309	β-D-グルコース	86	2.7
40	アクリロリン	89	3.4	130	カドミウム	79	2.3	220	テトラゾール	96	6.4	310	β-D-グルコース	80	4.3
41	アクリロリン	81	2.7	131	カドミウム	90	2.0	221	テトラゾール	87	3.2	311	β-D-グルコース	84	4.6
42	アクリロリン	84	2.6	132	カドミウム	81	3.7	222	テトラゾール	75	2.3	312	β-D-グルコース	78	2.4
43	アクリロリン	89	4.1	133	カドミウム	87	3.9	223	テトラゾール	83	1.8	313	β-D-グルコース	81	4.2
44	アクリロリン	84	2.0	134	カドミウム	85	2.3	224	テトラゾール	83	1.9	314	β-D-グルコース	63	1.9
45	アクリロリン	67	11.7	135	カドミウム	83	2.4	225	テトラゾール	104	1.8	315	β-D-グルコース	85	2.2
46	アクリロリン	86	1.9	136	カドミウム	86	3.8	226	テトラゾール	89	2.0	316	β-D-グルコース	84	5.1
47	アクリロリン	78	5.5	137	カドミウム	87	3.8	227	テトラゾール	87	1.9	317	β-D-グルコース	75	4.0
48	アクリロリン	76	2.0	138	カドミウム	79	1.7	228	テトラゾール	83	1.9	318	β-D-グルコース	78	4.8
49	アクリロリン	86	3.0	139	カドミウム	78	1.0	229	テトラゾール	86	4.9	319	β-D-グルコース	81	2.2
50	アクリロリン	86	3.6	140	カドミウム	81	5.7	230	テトラゾール	78	2.2	320	β-D-グルコース	85	3.7
51	アクリロリン	86	1.8	141	カドミウム	79	3.8	231	テトラゾール	72	4.1	321	β-D-グルコース	84	3.2
52	アクリロリン	79	4.7	142	カドミウム	80	4.3	232	テトラゾール	73	8.2	322	β-D-グルコース	85	3.3
53	アクリロリン	84	3.0	143	カドミウム	86	4.0	233	テトラゾール	85	3.0	323	β-D-グルコース	83	4.4
54	アクリロリン	82	2.3	144	カドミウム	89	13.7	234	テトラゾール	78	4.1	324	β-D-グルコース	87	2.6
55	alpha-インドール	84	6.1	145	カドミウム	84	2.6	235	テトラゾール	76	1.9	325	β-D-グルコース	87	1.9
56	beta-インドール	81	4.7	146	カドミウム	80	4.4	236	テトラゾール	87	1.9	326	β-D-グルコース	82	3.3
57	インドール	65	6.6	147	カドミウム	80	2.4	237	テトラゾール	85	2.4	327	β-D-グルコース	78	4.1
58	アクリロリン	83	3.3	148	カドミウム	81	3.8	238	テトラゾール	84	2.1	328	β-D-グルコース	80	3.4
59	アクリロリン	72	2.4	149	カドミウム	82	3.7	239	テトラゾール	79	2.7	329	β-D-グルコース	88	2.0
60	アクリロリン	87	5.2	150	カドミウム	95	2.9	240	テトラゾール	75	1.3	330	β-D-グルコース	86	3.1
61	アクリロリン	81	2.0	151	カドミウム	82	4.4	241	テトラゾール	85	3.4	331	β-D-グルコース	5	分解
62	アクリロリン	77	2.9	152	カドミウム	75	3.0	242	テトラゾール	86	4.6	332	β-D-グルコース	83	3.7
63	アクリロリン	85	2.8	153	カドミウム	81	2.3	243	テトラゾール	83	4.2	333	β-D-グルコース	84	6.2
64	アクリロリン	74	6.4	154	カドミウム	81	2.7	244	テトラゾール	80	3.6	334	β-D-グルコース	86	2.7
65	アクリロリン	87	2.2	155	カドミウム	85	2.6	245	テトラゾール	80	1.2	335	β-D-グルコース	83	1.3
66	アクリロリン	86	1.9	156	カドミウム	86	1.7	246	テトラゾール	91	2.2	336	β-D-グルコース	83	3.7
67	アクリロリン	-	-	157	カドミウム	84	2.8	247	テトラゾール	87	6.7	337	β-D-グルコース	85	3.3
68	アクリロリン	83	3.2	158	カドミウム	80	1.7	248	テトラゾール	83	1.5	338	β-D-グルコース	85	4.1
69	アクリロリン	76	2.8	159	カドミウム	81	1.8	249	テトラゾール	92	6.9	339	β-D-グルコース	87	1.8
70	アクリロリン	84	3.0	160	カドミウム	76	3.7	250	テトラゾール	86	1.8	340	β-D-グルコース	69	4.5
71	アクリロリン	81	2.6	161	カドミウム	114	9.1	251	テトラゾール	79	4.4	341	β-D-グルコース	100	8.9
72	アクリロリン	84	1.7	162	カドミウム	66	2.6	252	テトラゾール	77	3.1	342	β-D-グルコース	85	1.9
73	アクリロリン	86	2.0	163	カドミウム	83	4.7	253	テトラゾール	76	5.1	343	β-D-グルコース	86	3.2
74	アクリロリン	85	2.6	164	カドミウム	88	3.2	254	テトラゾール	83	3.9	344	β-D-グルコース	87	2.4
75	アクリロリン	87	2.6	165	カドミウム	52	4.3	255	テトラゾール	84	3.6	345	β-D-グルコース	70	1.8
76	アクリロリン	77	2.9	166	カドミウム	54	3.9	256	テトラゾール	84	2.6	346	β-D-グルコース	84	1.4
77	アクリロリン	76	2.3	167	カドミウム	66	3.2	257	テトラゾール	83	2.2	347	β-D-グルコース	84	1.8
78	アクリロリン	74	2.6	168	カドミウム	84	5.7	258	テトラゾール	86	1.8	348	β-D-グルコース	85	1.8
79	アクリロリン	8	分解	169	カドミウム	88	2.7	259	テトラゾール	83	3.4	349	β-D-グルコース	84	4.0
80	アクリロリン	77	3.6	170	カドミウム	52	5.7	260	テトラゾール	77	4.6	350	β-D-グルコース	108	8.9
81	アクリロリン	35	3.8	171	カドミウム	60	6.2	261	テトラゾール	78	1.4	351	β-D-グルコース	78	2.9
82	アクリロリン	83	1.2	172	カドミウム	73	1.9	262	テトラゾール	80	2.7	352	β-D-グルコース	79	4.9
83	アクリロリン	77	5.3	173	カドミウム	83	3.6	263	テトラゾール	73	3.6	353	β-D-グルコース	76	2.7
84	アクリロリン	73	6.3	174	カドミウム	84	4.1	264	テトラゾール	39	17.0				
85	アクリロリン	86	3.5	175	カドミウム	89	4.5	265	テトラゾール	81	2.5				
86	アクリロリン	85	3.6	176	カドミウム	85	1.4	266	テトラゾール	80	1.4				
87	アクリロリン	87	4.2	177	カドミウム	84	4.5	267	テトラゾール	85	1.6				
88	アクリロリン	83	3.3	178	カドミウム	83	3.1	268	テトラゾール	87	2.8				
89	アクリロリン	84	2.6	179	カドミウム	49	10.7	269	テトラゾール	82	3.7				
90	アクリロリン	81	12.5	180	カドミウム	85	2.6	270	テトラゾール	81	1.9				

\* 添加濃度：試料中0.01ppm  
 \* 添加回収率はn=5の平均値  
 \* PEG共注入標準溶液による絶対検量線を使用  
 \* LC対象化合物  
 1) 2分分解により回収率算出不可  
 2) マトリクス中で分解の可能性あり  
 ※1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4-フルオロフェニル)エタン