

# 青汁（妥当性評価）

## STQ-GC-B1法（全自動固相抽出装置ST-L400）

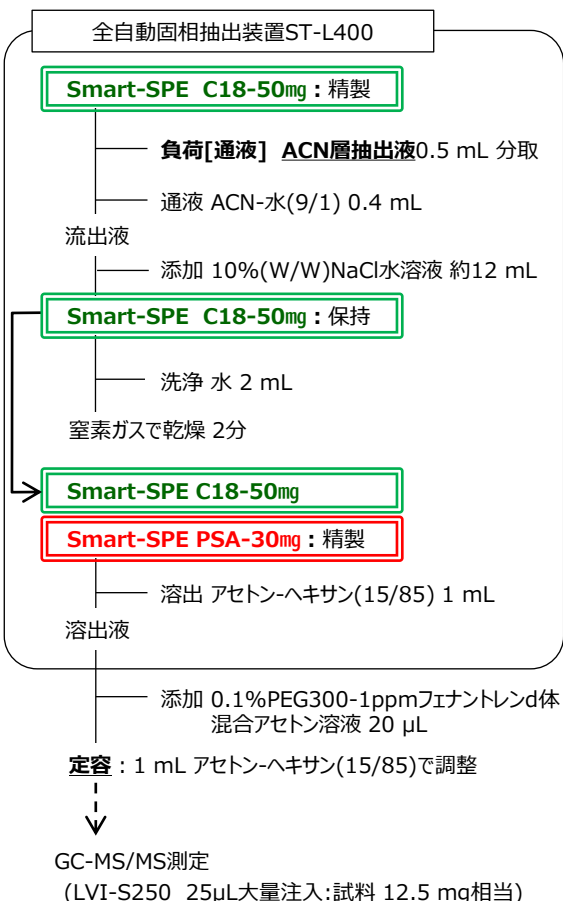
### はじめに

本アプリケーションでは加工食品におけるSTQ法の分析適合性の検討として一律基準値(0.01ppm)濃度での添加回収試験を行い、厚生労働省の「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインについて」を参考に真度(回収率)、併行精度、室内精度を評価しました。

### 前処理フロー

- 試料採取** 2 g ※ ACN : アセトニトリル
- 添加 0.4 ppm 混合標準溶液 50 μL
  - 添加 水 10 mL (膨潤 15分)
  - 添加 ACN 10 mL
- ホモジナイズ 13,000 rpm, 1分
- 添加 塩化ナトリウム 1 g
  - 添加 クエン酸3Na2水和物 1 g
  - 添加 クエン酸水素2Na1.5水和物 0.5 g
- 振とう溶解 10秒
- 添加 無水硫酸マグネシウム 4 g
- 振とう 1分
- 遠心分離 3,500 rpm, 5分

### ACN層抽出液



### 実験方法

- 添加濃度（試料中）： **0.01 ppm**
- 最終バイアル中濃度： **1 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（定量値補正なし）
- 枝分かれ実験：分析者3名が同一の添加試料を1日2回、2日間分析（n=12）
- 使用機器：



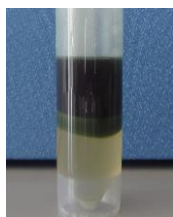
全自動固相抽出装置 ST-L400 (アイスティサイエンス)



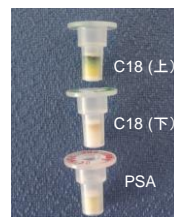
大量注入装置 LVI-S250 (アイスティサイエンス)



GCMS-TQ8040 (島津製作所)



遠心分離後



精製後の固相

### 前処理ポイント

マトリックスの影響を低減するため試料採取量を2gにします。緑色（クロロフィル）の濃い試料ですが、上のC18で色素を除去します。最終検液に黄色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。気になる場合はGCKをPSAの上に連結してすることで除去できます。

### 結果と考察

評価対象とした325成分のうち301成分でガイドラインの目標値を満たすことができました。



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

### Sample



### Information

主な原材料  
大麦若葉粉末  
麦芽糖  
抹茶 など

水分含量 0%  
(想定値)

学会  
第43回農薬残留分析研究会講演要旨集 (P173-182)

### 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

株式会社アイスティサイエンス  
[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	真度 (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)	No.	化合物名	真度 (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)	No.	化合物名	真度 (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)	No.	化合物名	真度 (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)
1	1,1-ジメチル-2,2-ビス <sup>※</sup>	97	4	9	86	カドリン <sup>1</sup>	112	9	14	171	テトラヒドロ-1	106	12	21	256	フルアセチル	115	6	11
2	alpha-BHC	111	5	11	87	カドリン <sup>2</sup>	114	6	7	172	テトラヒドロ-2	100	6	13	257	フルアセチル	101	2	6
3	beta-BHC	111	4	5	88	カドリン <sup>3</sup>	98	4	13	173	フルアセチル	101	2	9	258	フルアセチル	77	11	13
4	gamma-BHC	101	8	11	89	カドリン <sup>4</sup>	99	10	10	174	フルアセチル	103	7	9	259	フルアセチル-1	100	7	13
5	delta-BHC	103	6	7	90	カドリン <sup>5</sup>	97	4	10	175	フルアセチル	95	4	14	260	フルアセチル-2	103	8	11
6	alpha-エンドルフィン	108	12	15	91	カドリン <sup>6</sup>	95	5	8	176	トリプトファン-1	105	12	13	261	フルアセチル <sup>1</sup>	103	5	12
7	beta-エンドルフィン	101	13	16	92	カドリン <sup>7</sup>	101	7	9	177	トリプトファン-2	115	12	17	262	フルアセチル <sup>2</sup>	112	6	13
8	DCIP	86	6	12	93	シロイロ	109	7	20	178	トリプトファン	104	6	18	263	フルアセチル <sup>3</sup>	105	11	12
9	EPN	112	4	5	94	シロイロ	105	9	11	179	トリプトファン	-	-	-	264	フルアセチル	76	11	13
10	EPTC	93	8	10	95	シロイロ	98	8	8	180	トリプトファン	91	6	10	265	フルアセチル	103	5	12
11	MCPAチオキソ	96	6	14	96	シロイロ	105	5	12	181	トリプトファン	97	8	14	266	フルアセチル	101	7	7
12	MCPBチオキソ	96	5	9	97	シロイロ	110	5	13	182	トリプトファン	118	4	9	267	フルアセチル	92	4	9
13	TCMTB	89	20	27	98	シロイロ	102	9	12	183	トリプトファン	106	9	11	268	フルアセチル	114	5	8
14	XMC	106	7	15	99	シロイロ	117	7	8	184	トリプトファン	100	3	5	269	フルアセチル	106	4	8
15	アミノ酸	94	3	10	100	シロイロ	96	8	8	185	トリプトファン	-	-	-	270	フルアセチル	117	10	15
16	アミノ酸	110	9	10	101	シロイロ	103	3	15	186	トリプトファン	106	4	9	271	フルアセチル	94	4	11
17	アミノ酸	125	19	19	102	シロイロ	96	3	7	187	トリプトファン	83	8	13	272	フルアセチル	100	8	11
18	アミノ酸	111	5	9	103	シロイロ	101	5	9	188	トリプトファン	115	7	13	273	フルアセチル	96	7	12
19	アミノ酸	101	8	15	104	シロイロ	102	4	10	189	トリプトファン	103	5	16	274	フルアセチル	111	14	21
20	アミノ酸	110	5	13	105	シロイロ	97	5	10	190	トリプトファン	95	4	8	275	フルアセチル	104	4	10
21	アミノ酸	100	6	11	106	シロイロ	135	12	13	191	トリプトファン	98	3	11	276	フルアセチル	100	13	15
22	アミノ酸	107	4	9	107	シロイロ	93	4	7	192	トリプトファン	110	3	16	277	フルアセチル	103	2	8
23	アミノ酸	50	9	9	108	シロイロ	75	8	22	193	トリプトファン	116	3	10	278	フルアセチル	75	14	15
24	アミノ酸	98	5	12	109	シロイロ	106	4	14	194	トリプトファン	86	5	10	279	フルアセチル	113	8	13
25	アミノ酸	119	19	30	110	シロイロ	91	7	10	195	トリプトファン	99	5	10	280	フルアセチル	111	9	14
26	アミノ酸	107	7	14	111	シロイロ	97	5	8	196	トリプトファン	92	5	6	281	フルアセチル	100	12	13
27	アミノ酸	111	7	10	112	シロイロ	99	5	9	197	トリプトファン	113	6	13	282	フルアセチル	105	7	14
28	アミノ酸	105	5	8	113	シロイロ	108	4	9	198	トリプトファン	124	15	18	283	フルアセチル	99	5	10
29	アミノ酸	106	3	9	114	シロイロ	109	7	11	199	トリプトファン	95	5	9	284	フルアセチル	94	8	9
30	アミノ酸	103	3	7	115	シロイロ	114	5	8	200	トリプトファン	97	3	8	285	フルアセチル	104	8	10
31	アミノ酸	117	6	9	116	シロイロ	100	4	7	201	トリプトファン	105	4	7	286	フルアセチル	98	8	13
32	アミノ酸	111	14	26	117	シロイロ	114	3	10	202	トリプトファン	150	5	11	287	フルアセチル	75	3	7
33	アミノ酸	99	2	8	118	シロイロ	104	8	12	203	トリプトファン	109	4	8	288	フルアセチル	119	9	10
34	アミノ酸	108	2	10	119	シロイロ	106	10	10	204	トリプトファン	103	9	16	289	フルアセチル	117	7	11
35	アミノ酸	108	6	11	120	シロイロ	96	3	6	205	トリプトファン	103	5	14	290	フルアセチル	120	12	16
36	アミノ酸	115	5	11	121	シロイロ	96	5	8	206	トリプトファン	107	5	9	291	フルアセチル	102	7	9
37	アミノ酸	91	8	11	122	シロイロ	92	6	14	207	トリプトファン	97	5	12	292	フルアセチル	100	5	8
38	アミノ酸	98	4	8	123	シロイロ	105	10	20	208	トリプトファン	94	11	14	293	フルアセチル	106	6	12
39	アミノ酸	112	3	16	124	シロイロ	97	9	17	209	トリプトファン	95	12	13	294	フルアセチル	101	2	9
40	アミノ酸	107	4	11	125	シロイロ	99	11	19	210	トリプトファン	100	4	9	295	フルアセチル	111	4	10
41	アミノ酸	75	11	13	126	シロイロ	124	12	20	211	トリプトファン	97	7	23	296	フルアセチル	103	5	11
42	アミノ酸	103	3	8	127	シロイロ	101	3	6	212	トリプトファン	101	4	8	297	フルアセチル	111	5	9
43	アミノ酸	90	4	10	128	シロイロ	98	13	16	213	トリプトファン	100	8	12	298	フルアセチル	120	8	16
44	アミノ酸	102	6	10	129	シロイロ	104	10	11	214	トリプトファン	99	5	7	299	フルアセチル	111	5	20
45	アミノ酸	120	5	10	130	シロイロ	100	5	12	215	トリプトファン	104	3	8	300	フルアセチル	113	14	15
46	アミノ酸	105	6	6	131	シロイロ	98	13	13	216	トリプトファン	106	4	10	301	フルアセチル	102	6	10
47	アミノ酸	94	6	12	132	シロイロ	100	12	15	217	トリプトファン	86	8	10	302	フルアセチル	120	2	11
48	アミノ酸	101	7	9	133	シロイロ	97	9	15	218	トリプトファン	108	11	23	303	フルアセチル	97	4	9
49	アミノ酸	101	4	12	134	シロイロ	127	3	13	219	トリプトファン	108	6	9	304	フルアセチル	98	9	16
50	アミノ酸	98	28	29	135	シロイロ	103	3	9	220	トリプトファン	110	4	17	305	フルアセチル	106	4	13
51	アミノ酸	98	5	7	136	シロイロ	102	5	12	221	トリプトファン	100	16	18	306	フルアセチル	108	3	9
52	アミノ酸	87	5	8	137	シロイロ	104	8	9	222	トリプトファン	95	6	7	307	フルアセチル	99	4	9
53	アミノ酸	102	11	19	138	シロイロ	108	6	11	223	トリプトファン	121	4	8	308	フルアセチル	100	15	24
54	アミノ酸	115	8	20	139	シロイロ	101	4	8	224	トリプトファン	107	5	14	309	フルアセチル	103	3	7
55	アミノ酸	95	7	10	140	シロイロ	95	3	7	225	トリプトファン	100	4	7	310	フルアセチル	106	9	10
56	アミノ酸	105	6	11	141	シロイロ	98	4	10	226	トリプトファン	97	5	9	311	フルアセチル	104	3	9
57	アミノ酸	125	6	12	142	シロイロ	107	5	6	227	トリプトファン	132	23	24	312	フルアセチル	92	7	11
58	アミノ酸	111	8	11	143	シロイロ	96	6	13	228	トリプトファン	95	7	18	313	フルアセチル	-	-	-
59	アミノ酸	112	1	10	144	シロイロ	-	-	-	229	トリプトファン	98	21	36	314	フルアセチル	105	6	9
60	アミノ酸	-	-	-	145	シロイロ	108	5	7	230	トリプトファン	102	6	9	315	フルアセチル	101	3	7
61	アミノ酸	82	10	17	146	シロイロ	103	7	11	231	トリプトファン	95	6	9	316	フルアセチル	102	4	10
62	アミノ酸	107	4	8	147	シロイロ	74	9	12	232	トリプトファン	110	8	12	317	フルアセチル	80	9	13
63	アミノ酸	115	4	7	148	シロイロ	84	6	12	233	トリプトファン	98	3	14	318	フルアセチル	105	5	8
64	アミノ酸	103	4	7	149	シロイロ	97	18	24	234	トリプトファン	107	6	14	319	フルアセチル	101	6	10
65	アミノ酸	105	6	12	150	シロイロ	101	10	22	235	トリプトファン	98	8	11	320	フルアセチル	-	-	-
66	アミノ酸	106	5	7	151	シロイロ	102	5	8	236	トリプトファン	97	9	10	321	フルアセチル	104	5	10
67	アミノ酸	95	6	9	152	シロイロ	149	6	48	237	トリプトファン	95	5	9	322	フルアセチル	-	-	-
68	アミノ酸	116	9	10	153	シロイロ	115	8	10	238	トリプトファン	100	4	8	323	フルアセチル	85	17	25
69	アミノ酸	94	9	12	154	シロイロ	95	7	11	239	トリプトファン	96	5	9	324	フルアセチル	86	4	8
70	アミノ酸	102	8	15	155	シロイロ	104	6	13	240	トリプトファン	115	6	13	325	フルアセチル	97	7	11
71	アミノ酸	53	6	12	156	シロイロ	115	11	17	241	トリプトファン	104	2	11	※ 1,1-ジメチル-2,2-ビス(4-フルオロフェニル)エタン				
72	アミノ酸	105	7	7	157	シロイロ	99	7	17	242	トリプトファン	102	3	7	* 添加濃度：試料中 0.01 ppm				
73	アミノ酸	103	14	15	158	シロイロ	91	7	11	243	トリプトファン	101	6	10	* ガイドライン目標値				
74	アミノ酸	111	3	8	159	シロイロ	104	6	12	244	トリプトファン	91	6	9	真度 70~120%				
75	アミノ酸	103	9	15	160	シロイロ	104	3	8	245	トリプトファン	103	7	13	併行精度 25%未満				
76	アミノ酸	103	8	14	161	シロイロ	104	4	12	246	トリプトファン	91	11	17	室内精度 30%未満				
77	アミノ酸	100	4	9	162	シロイロ	106	8	18	247	トリプトファン	104	6	6	* LC対象化合物				
78	アミノ酸	102	5	7	163	シロイロ	112	5	7	248	トリプトファン	105	5	6	1)未知試料由来ピークにより評価できなかった成分				
79	アミノ酸	112	8	12	164	シロイロ	108	5	7	249	トリプトファン	108	3	10					
80	アミノ酸	109	12	18	165	シロイロ	107	5	10	250									