

# りんご

## STQ-GC-B1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
- 撈拌 (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

### GC-MS/MS

(LVI-S250大量注入25 $\mu$ L : 試料12.5mg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) : **0.01 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)
- 使用機器 :



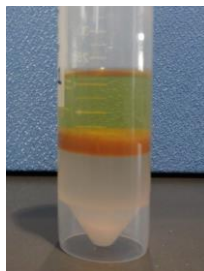
全自動固相抽出装置 ST-L400 (アイステイサイエンス)



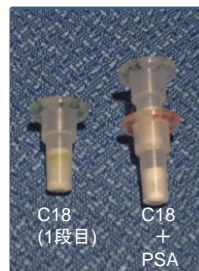
大量注入装置 LVI-S250 (アイステイサイエンス)



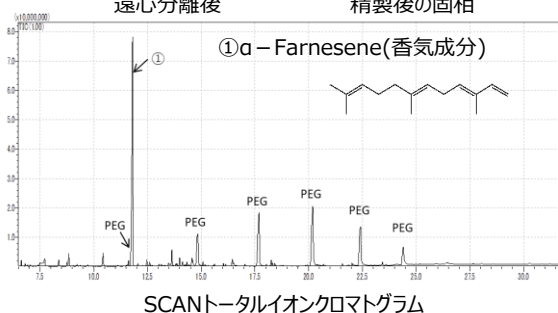
GCMS-TQ8040 NX (島津製作所)



遠心分離後



精製後の固相



### 結果と考察

りんごの香り成分である $\alpha$ -Farneseneが検出されましたが解析には影響ありませんでした。一部の成分を除いて概ね良好な回収率と再現性が得られました。

### 前処理ポイント

りんごには水溶性食物繊維のペクチンやクエン酸、リンゴ酸が多く含まれています。これらは抽出時の液液分配で水層に移行、そして2段目のC18負荷時に保持されずスルーして除去されると推測されます。

### Sample



### Information

水分 : 84.1%  
脂質 : 0.2%  
脂肪酸 : 0.05%  
たんぱく質 : 0.1%

りんごは、花おち、しん及び花梗の基部を除去したものです。

### 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*	99	3.6	91	カドミウム	100	4.0	181	テトラゾール	98	2.4	271	ブブ*ロヒン	100	4.0
2	alpha-BHC	100	3.3	92	カドミウム	97	3.0	182	テトラゾール	100	3.6	272	ブブ*ロヒン	104	2.2
3	beta-BHC	103	4.4	93	カドミウム	95	4.3	183	テトラゾール	101	3.4	273	ブブ*ロヒン	105	1.9
4	delta-BHC	96	2.4	94	カドミウム	99	4.7	184	テトラゾール	101	3.4	274	ブブ*ロヒン	78	2.9
5	gamma-BHC	99	2.9	95	カドミウム	100	3.2	185	テトラゾール	104	3.4	275	ブブ*ロヒン	102	2.5
6	DCTP	95	2.4	96	カドミウム	89	3.2	186	テトラゾール	95	2.6	276	ブブ*ロヒン	95	2.8
7	EPN	99	4.1	97	カドミウム	101	4.1	187	テトラゾール	98	2.1	277	ブブ*ロヒン	100	2.4
8	EPTC	100	2.9	98	カドミウム	104	2.5	188	テトラゾール	101	4.1	278	ブブ*ロヒン	44	7.8
9	MCPAチオエチル	98	2.5	99	カドミウム	101	2.1	189	テトラゾール	97	2.7	279	ブブ*ロヒン	102	3.4
10	MCPBIチル	101	3.6	100	カドミウム	108	4.0	190	テトラゾール	99	3.2	280	ブブ*ロヒン	99	3.6
11	TCMTB	87	8.2	101	カドミウム	107	2.4	191	テトラゾール	120	6.4	281	ブブ*ロヒン	100	4.3
12	XMC	103	2.6	102	カドミウム	96	2.7	192	テトラゾール	88	4.6	282	ブブ*ロヒン	102	3.2
13	アリナトリウム	158	9.0	103	カドミウム	100	3.6	193	テトラゾール	103	3.4	283	ブブ*ロヒン	83	6.5
14	アリナトリウム	87	2.8	104	カドミウム	99	2.6	194	テトラゾール	101	3.5	284	ブブ*ロヒン	100	2.6
15	アリナトリウム	91	2.6	105	カドミウム	0	分解	195	テトラゾール	96	2.5	285	ブブ*ロヒン	47	6.3
16	アリナトリウム	72	5.1	106	カドミウム	96	4.5	196	テトラゾール	88	3.3	286	ブブ*ロヒン	95	4.9
17	アリナトリウム	102	3.3	107	カドミウム	99	3.2	197	テトラゾール	104	3.1	287	ブブ*ロヒン	90	4.5
18	アリナトリウム	90	2.5	108	カドミウム	93	5.0	198	テトラゾール	106	3.2	288	ブブ*ロヒン	104	2.3
19	アリナトリウム	103	2.6	109	カドミウム	101	3.6	199	テトラゾール	102	4.1	289	ブブ*ロヒン	101	2.3
20	アリナトリウム	104	2.0	110	カドミウム	102	2.9	200	テトラゾール	99	2.2	290	ブブ*ロヒン	101	2.6
21	アリナトリウム	100	3.0	111	カドミウム	97	4.1	201	テトラゾール	102	3.2	291	ブブ*ロヒン	100	3.4
22	アリナトリウム	100	2.6	112	カドミウム	104	3.7	202	テトラゾール	103	2.1	292	ブブ*ロヒン	100	4.0
23	アリナトリウム	104	3.7	113	カドミウム	100	3.5	203	テトラゾール	100	5.2	293	ブブ*ロヒン	93	3.1
24	アリナトリウム	63	2.7	114	カドミウム	100	7.3	204	テトラゾール	51	分解	294	ブブ*ロヒン	101	3.0
25	アリナトリウム	106	5.0	115	カドミウム	104	3.3	205	テトラゾール	112	4.6	295	ブブ*ロヒン	100	3.5
26	アリナトリウム	101	3.5	116	カドミウム	97	3.0	206	テトラゾール	99	3.4	296	ブブ*ロヒン	104	2.1
27	アリナトリウム	102	3.6	117	カドミウム	97	2.6	207	テトラゾール	100	3.2	297	ブブ*ロヒン	98	2.8
28	アリナトリウム	104	4.5	118	カドミウム	98	2.8	208	テトラゾール	105	4.5	298	ブブ*ロヒン	擬陽性	5.9
29	アリナトリウム	103	3.6	119	カドミウム	97	3.1	209	テトラゾール	86	1.5	299	ブブ*ロヒン	100	3.8
30	アリナトリウム	108	3.9	120	カドミウム	32	分解	210	テトラゾール	102	4.0	300	ブブ*ロヒン	99	3.3
31	アリナトリウム	100	2.9	121	カドミウム	98	3.9	211	テトラゾール	97	4.4	301	ブブ*ロヒン	101	2.8
32	アリナトリウム	99	2.5	122	カドミウム	98	2.0	212	テトラゾール	83	3.6	302	ブブ*ロヒン	105	3.0
33	アリナトリウム	103	3.0	123	カドミウム	101	3.9	213	テトラゾール	86	2.5	303	ブブ*ロヒン	107	7.0
34	アリナトリウム	101	4.9	124	カドミウム	104	3.7	214	テトラゾール	102	3.8	304	ブブ*ロヒン	100	3.6
35	アリナトリウム	104	4.6	125	カドミウム	95	2.0	215	テトラゾール	108	4.1	305	ブブ*ロヒン	98	2.3
36	アリナトリウム	112	4.3	126	カドミウム	98	5.3	216	テトラゾール	92	4.2	306	ブブ*ロヒン	98	3.1
37	アリナトリウム	101	3.0	127	カドミウム	104	3.6	217	テトラゾール	100	4.1	307	ブブ*ロヒン	99	3.1
38	アリナトリウム	98	3.6	128	カドミウム	92	3.3	218	テトラゾール	76	3.9	308	ブブ*ロヒン	98	4.5
39	アリナトリウム	103	4.1	129	カドミウム	100	2.7	219	テトラゾール	73	5.0	309	ブブ*ロヒン	108	3.8
40	アリナトリウム	111	5.5	130	カドミウム	91	3.2	220	テトラゾール	87	3.9	310	ブブ*ロヒン	100	2.3
41	アリナトリウム	95	2.4	131	カドミウム	101	3.3	221	テトラゾール	93	4.0	311	ブブ*ロヒン	100	3.3
42	アリナトリウム	101	3.6	132	カドミウム	擬陽性	5.6	222	テトラゾール	93	4.2	312	ブブ*ロヒン	96	3.9
43	アリナトリウム	106	2.6	133	カドミウム	92	4.2	223	テトラゾール	100	3.6	313	ブブ*ロヒン	92	2.7
44	アリナトリウム	103	3.9	134	カドミウム	103	3.5	224	テトラゾール	100	4.0	314	ブブ*ロヒン	68	2.9
45	アリナトリウム	56	5.5	135	カドミウム	102	3.3	225	テトラゾール	118	4.1	315	ブブ*ロヒン	100	4.0
46	アリナトリウム	98	2.7	136	カドミウム	96	4.2	226	テトラゾール	98	3.6	316	ブブ*ロヒン	105	4.8
47	アリナトリウム	98	3.2	137	カドミウム	101	2.5	227	テトラゾール	101	3.4	317	ブブ*ロヒン	99	3.0
48	アリナトリウム	95	3.6	138	カドミウム	95	2.9	228	テトラゾール	95	3.4	318	ブブ*ロヒン	102	4.7
49	アリナトリウム	104	4.7	139	カドミウム	97	3.3	229	テトラゾール	101	4.0	319	ブブ*ロヒン	98	2.6
50	アリナトリウム	105	2.8	140	カドミウム	99	3.6	230	テトラゾール	98	3.8	320	ブブ*ロヒン	99	5.9
51	アリナトリウム	102	5.0	141	カドミウム	96	4.6	231	テトラゾール	71	18.3	321	ブブ*ロヒン	104	4.2
52	アリナトリウム	99	3.5	142	カドミウム	98	6.4	232	テトラゾール	65	22.7	322	ブブ*ロヒン	103	2.7
53	アリナトリウム	102	2.7	143	カドミウム	109	2.5	233	テトラゾール	96	3.3	323	ブブ*ロヒン	105	2.5
54	アリナトリウム	101	3.0	144	カドミウム	94	5.9	234	テトラゾール	105	3.9	324	ブブ*ロヒン	103	4.1
55	アリナトリウム	102	4.0	145	カドミウム	102	5.3	235	テトラゾール	93	3.8	325	ブブ*ロヒン	100	2.8
56	アリナトリウム	98	3.2	146	カドミウム	94	1.8	236	テトラゾール	100	3.4	326	ブブ*ロヒン	104	3.7
57	アリナトリウム	88	4.1	147	カドミウム	96	3.8	237	テトラゾール	104	3.5	327	ブブ*ロヒン	97	4.3
58	アリナトリウム	101	4.7	148	カドミウム	擬陽性	6.8	238	テトラゾール	102	2.2	328	ブブ*ロヒン	95	1.8
59	アリナトリウム	80	3.0	149	カドミウム	擬陽性	6.4	239	テトラゾール	99	3.7	329	ブブ*ロヒン	94	2.9
60	アリナトリウム	101	4.8	150	カドミウム	擬陽性	6.5	240	テトラゾール	84	3.4	330	ブブ*ロヒン	103	2.6
61	アリナトリウム	98	4.0	151	カドミウム	擬陽性	7.0	241	テトラゾール	99	4.7	331	ブブ*ロヒン	73	分解
62	アリナトリウム	90	3.3	152	カドミウム	93	2.5	242	テトラゾール	87	4.0	332	ブブ*ロヒン	90	3.2
63	アリナトリウム	106	4.6	153	カドミウム	98	2.9	243	テトラゾール	100	2.2	333	ブブ*ロヒン	99	3.2
64	アリナトリウム	82	3.7	154	カドミウム	98	3.5	244	テトラゾール	98	3.6	334	ブブ*ロヒン	100	3.6
65	アリナトリウム	109	2.6	155	カドミウム	101	3.5	245	テトラゾール	91	1.7	335	ブブ*ロヒン	96	2.6
66	アリナトリウム	101	4.4	156	カドミウム	103	3.1	246	テトラゾール	106	3.1	336	ブブ*ロヒン	96	5.0
67	アリナトリウム	-	-	157	カドミウム	103	3.8	247	テトラゾール	103	4.2	337	ブブ*ロヒン	98	2.0
68	アリナトリウム	102	4.2	158	カドミウム	91	2.4	248	テトラゾール	100	3.2	338	ブブ*ロヒン	105	3.8
69	アリナトリウム	69	5.6	159	カドミウム	90	3.0	249	テトラゾール	104	4.5	339	ブブ*ロヒン	101	3.7
70	アリナトリウム	91	3.4	160	カドミウム	98	2.1	250	テトラゾール	106	3.8	340	ブブ*ロヒン	102	4.4
71	アリナトリウム	100	3.4	161	カドミウム	104	4.1	251	テトラゾール	109	5.0	341	ブブ*ロヒン	96	6.0
72	アリナトリウム	102	2.7	162	カドミウム	83	4.7	252	テトラゾール	104	4.8	342	ブブ*ロヒン	103	3.9
73	アリナトリウム	101	3.6	163	カドミウム	97	3.5	253	テトラゾール	94	7.0	343	ブブ*ロヒン	99	2.4
74	アリナトリウム	103	3.4	164	カドミウム	101	2.5	254	テトラゾール	102	2.8	344	ブブ*ロヒン	103	3.1
75	アリナトリウム	101	2.9	165	カドミウム	51	8.4	255	テトラゾール	101	2.8	345	ブブ*ロヒン	84	3.2
76	アリナトリウム	95	3.6	166	カドミウム	55	9.0	256	テトラゾール	94	2.3	346	ブブ*ロヒン	103	3.6
77	アリナトリウム	92	2.1	167	カドミウム	88	3.2	257	テトラゾール	101	2.7	347	ブブ*ロヒン	102	3.8
78	アリナトリウム	88	3.1	168	カドミウム	100	3.8	258	テトラゾール	99	2.8	348	ブブ*ロヒン	102	6.4
79	アリナトリウム	126	17.9	169	カドミウム	102	3.1	259	テトラゾール	104	4.3	349	ブブ*ロヒン	100	2.7
80	アリナトリウム	100	3.9	170	カドミウム	88	3.8	260	テトラゾール	90	3.2	350	ブブ*ロヒン	94	4.9
81	アリナトリウム	51	2.9	171	カドミウム	101	7.1	261	テトラゾール	85	5.0	351	ブブ*ロヒン	94	3.5
82	アリナトリウム	104	2.9	172	カドミウム	84	3.0	262	テトラゾール	98	3.6	352	ブブ*ロヒン	78	3.7
83	アリナトリウム	96	5.2	173	カドミウム	98	3.4	263	テトラゾール	95	3.9	353	ブブ*ロヒン	91	2.7
84	アリナトリウム	126	4.8	174	カドミウム	101	3.6	264	テトラゾール	33	9.2	*添加濃度：試料中0.01ppm			
85	アリナトリウム	104	2.4	175	カドミウム	100	3.5	265	テトラゾール	103	4.0	*添加回収率はn=5の平均値			
86	アリナトリウム	102	4.0	176	カドミウム	102	4.3	266	テトラゾール	99	2.7	*PEG共注入標準溶液による絶対検量線を使用			
87	アリナトリウム	104	3.1	177	カドミウム	101	2.3	267	テトラゾール	102	2.1	*LC対象化合物			
88	アリナトリウム	99	2.6	178	カドミウム	96	1.9	268	テトラゾール	106	4.2	1) 分解により回収率算出不可			
89	アリナトリウム	101	1.7	179	カドミウム	89	8.5	269	テトラゾール	98	2.2	2) マトリクス中で分解の可能性			