



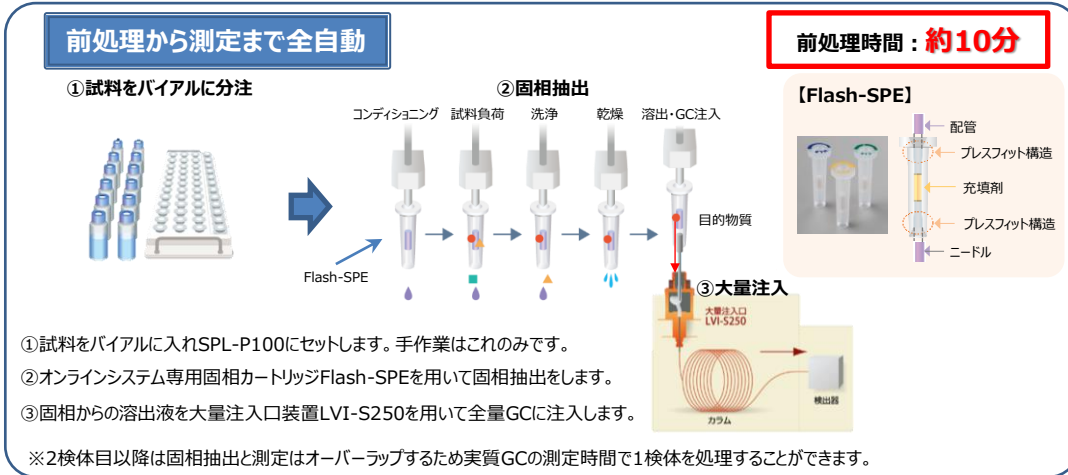
SPL-P100
for SPE-GC system

オンラインSPE-GC/MS/MSシステムによる 赤ワイン中の残留農薬分析

はじめに

オンラインSPE-GCシステムは、固相抽出による前処理からGC測定までを全自動で行うことができるオンライン分析装置です。極微量充填の専用固相カートリッジ(Flash-SPE)を使用し、1回の測定に必要な試料を固相で精製、溶出液をGCにダイレクト注入することで効率的に分析を行うことができます。このアプリケーションでは、オンラインSPE-GC/MS/MSシステムを使用し、赤ワイン中に含まれる残留農薬の分析について紹介します。

オンラインSPE-GC/MS/MSシステムの概要



実験方法

試料(赤ワイン) 0.5 mL

— 添加 アセトニトリル 4 mL¹⁾

— 添加 標準溶液 200 μL
(アセトン溶液)

精製水で10 mLに定容

1.5 mLバイアルに分注

試験溶液(20倍希釈試料)



SPL-P100にセット

SPL-P100

Flash-SPE HDB : 保持

— 負荷[保持] 試験溶液 50 μL

— 洗浄 水 500 μL

固相乾燥:窒素ガス(120秒)

溶出

— アセトン-ヘキサン(15/85) 40 μL

GCへ導入

GC/MS/MS分析

●添加濃度 (試料中) : 0.01 ppm

●最終バイアル中濃度 : 0.5 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: 1ppb(SFA²⁾共注入標準溶液、直線検量線)

・2 ppm SFA/混合標準溶液(アセトン-ヘキサン)

1) バイアル等への吸着抑制のため

2) 飽和脂肪酸10種類混合標準溶液 SFA10Mix(林純薬工業)

装置



SPL-P100(アイステイサイエンス)

LVI-S250(アイステイサイエンス)

GCMS JMS-TQ4000GC(日本電子)

製品画像は日本電子株式会社の許可を得て掲載しています。

Sample



Information

Key Word

固相抽出
オンラインSPE-GC/
MS/MS
残留農薬
飲料

AiSTI SCIENCE

Product

SPL-P100
LVI-S250
Flash-SPE

株式会社アイステイサイエンス

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

www.aisti.co.jp

測定条件

注入口昇温プログラム: 70°C(0.47min)-120°C/min- 240°C-50°C/min-
290°C(30min) [Total 41.7min]
溶媒ヘントプログラム: [55 kPa, 150ml/min(0.47 min)-splitless- 50ml/min(4 min)]
カラム: VF5-MS [内径0.25 mm (膜厚 0.25 µm)×30 m]
オープン昇温プログラム: 60°C(4min)-20°C/min-160°C-5°C/min-220°C-
3°C/min-235°C-7°C/min-310°C(8min) [Total 44.7 min]

キャリアガス: ヘリウム
カラム流量: 1.2 mL/min
イオン源: EPIS
MS測定モード: SRM

結果

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	2-Phenylphenol (Opp)	144	5.9	86	Cyhalothrin-2	63	1.9	171	Flusilazole	96	2.2	256	Propanil	150	7.5
2	Acetochlor	105	3.2	87	Cypermethrin-1	92	4.7	172	Fluthiacet-methyl	130	2.4	257	Propaphos	77	5.3
3	Acrinathrin	69	0.7	88	Cypermethrin-2	71	2.1	173	Flutolanil	94	1.6	258	Propargite-1,2	90	1.1
4	Alachlor	105	3.5	89	Cypermethrin-3	67	5.4	174	Flutriafol	105	2.2	259	Propazine	89	2.7
5	Allethrin-1,2	76	8.7	90	Cypermethrin-4	87	4.8	175	Fluvalinate-1	70	2.0	260	Propiconazole-1	111	2.0
6	Allethrin-3,4	87	9.0	91	Cyproconazole-1,2	98	1.8	176	Fluvalinate-2	62	2.5	261	Propiconazole-2	116	2.6
7	Allidochlor	62	15.6	92	Dcip	104	1.5	177	Folpet	98	7.1	262	Propoxur	80	9.4
8	Anilofos	102	1.8	93	Deltamethrin	88	2.8	178	Fonofos	90	1.6	263	Propyzamide	101	2.6
9	Atrazine	83	8.2	94	Demeton-S-methyl	28	11.7	179	Formothion	87	7.1	264	Prothiofos	73	2.8
10	Azaconazole	90	1.4	95	Dialifos	96	2.7	180	Fosthiazate-1	88	12.7	265	Pyralclofos	107	1.3
11	Azamephiphos	156	14.9	96	Di-Allate-1	94	4.4	181	Fosthiazate-2	89	11.1	266	Pyraflufen ethyl	123	2.8
12	Azinphos-Ethyl	102	1.9	97	Di-Allate-2	106	2.9	182	Fthalide	97	4.6	267	Pyrazophos	86	1.9
13	Azinphos-Methyl	138	0.7	98	Diazinon	93	1.8	183	Furametpyr	119	4.3	268	Pyributicarb	81	2.8
14	Azoxystrobin	103	2.6	99	Dichlobenil	112	1.4	184	Furametpyr (Metabolite)	80	2.7	269	Pyridaben	127	0.4
15	Benalaxyl	102	0.9	100	Dichlobutrazol	96	3.1	185	Furilazole	102	1.4	270	Pyridafenthion	95	4.8
16	Benfluralin	96	5.4	101	Dichlofenthiol	90	3.1	186	Halfenprox	52	1.0	271	PyrifenoX-E	76	10.6
17	Benfuresate	105	2.7	102	Dichlofluaniid	88	2.3	187	Hexaconazole	95	0.7	272	PyrifenoX-Z	99	2.9
18	Benoxacor	101	3.0	103	Dichlofluaniid (Metabolite)	107	10.8	188	Indanofan	88	2.2	273	Pyrimidifen	95	1.4
19	BHC (alpha)	101	1.8	104	Dichloran	121	7.7	189	Indoxacarb	88	2.9	274	Pyriminobac-methyl-E	98	1.3
20	BHC (beta)	92	4.3	105	Dichlorvos	61	9.0	190	Iprobenfos	105	2.3	275	Pyriminobac-methyl-Z	104	3.0
21	BHC (delta)	101	4.1	106	Diclocymet-1	107	2.5	191	Iprodione	108	0.7	276	Pyriproxyfen	81	0.6
22	BHC (gamma)	93	3.5	107	Diclocymet-2	101	1.6	192	Isazophos	94	3.8	277	Pyroquilon	68	10.3
23	Bifenazate	111	6.6	108	Diclofof-methyl	93	1.9	193	Isocarboxphos	94	1.7	278	Quinalphos	113	1.8
24	Bifenox	134	3.3	109	Diethofencarb	93	2.9	194	Isofenphos	99	2.0	279	Quinoclamine	122	2.2
25	Bifenthrin	74	0.9	110	Difenconazole-1	95	2.9	195	Isofenphos oxon	96	3.8	280	Quinoxifen	97	0.9
26	Biphenyl	95	0.8	111	Difenconazole-2	94	4.5	196	Isoprocarb	100	4.0	281	Quintozene	73	4.2
27	Bitertanol-1	119	2.3	112	Diflufenican	83	3.8	197	Isoprothiolane	79	4.4	282	Quizalofop-ethyl	99	1.1
28	Bitertanol-2	134	3.4	113	Dimepiperate	100	2.9	198	Isoxadifen-ethyl	106	1.2	283	Resmethrin-1	77	3.3
29	Bromacil	72	10.3	114	Dimethenamid	100	2.2	199	Isoxathion	95	4.5	284	Resmethrin-2	72	0.4
30	Bromobutide	100	5.1	115	Dimethomorph-1	82	1.9	200	Kresoxim-methyl	90	2.1	285	Salthion	107	1.0
31	Bromoconazole-1	98	5.7	116	Dimethomorph-2	100	1.6	201	Lenacil	112	1.9	286	Silaflufen	62	1.8
32	Bromoconazole-2	105	3.4	117	Dimethylvinphos-E	104	2.0	202	Leptophos	89	1.2	287	Simazine	80	11.1
33	Bromofos methyl	92	6.4	118	Dimethylvinphos-Z	101	5.3	203	Malathion	86	2.0	288	Simeconazole	105	5.0
34	Bromophos-ethyl	87	6.2	119	Diniconazole	103	0.9	204	Mcpa-thioethyl	97	2.3	289	Spirodiclofen	85	1.9
35	Bromopropylate	96	1.6	120	Dioxathion (Decomposite)	69	10.1	205	Mcpb-Ethyl	99	4.1	290	Sulfotop	97	1.7
36	Bupirimate	32	18.2	121	Diphenamid	100	1.8	206	Mecarbam	108	3.3	291	Sulprofos	75	2.0
37	Buprofezin	88	3.8	122	Diphenylamine	83	2.0	207	Mefenacet	105	1.7	292	Swep	116	1.4
38	Butachlor	100	4.1	123	Disulfoton sulfone	109	1.7	208	Mefenpyr-diethyl	87	0.7	293	Tcmtb	140	2.9
39	Butafenacil	122	1.3	124	Ditalimfos	102	3.8	209	Mepronil	104	2.7	294	Tebuconazole	101	0.6
40	Butamifos	100	2.2	125	Dithiopyr	99	2.5	210	Metalaxyl	91	7.1	295	Tebuconazole	98	1.1
41	Butylate	97	1.3	126	Edifenphos	105	2.2	211	Methacrifos	103	2.4	296	Tebupirimfos	92	4.2
42	Cadusafos	108	3.6	127	Endosulfan sulfate	97	0.8	212	Methidathion	104	2.5	297	Tecnazene	81	4.1
43	Cafenstrole	116	0.3	128	Endosulfan (alpha)	136	24.4	213	Methoprene	87	4.3	298	Tefluthrin	86	2.1
44	Cafentrazole ethy	99	2.9	129	Endosulfan (beta)	104	3.1	214	Methoxychlor	98	0.5	299	Terbacil	77	11.7
45	Captan	74	8.7	130	Epn	89	2.9	215	Metolachlor	97	1.3	300	Terbutocarb	98	2.1
46	Carbetamide	142	10.1	131	Epoxiconazole	98	1.7	216	Metominostrobin-E	89	3.4	301	Terbufos	68	6.0
47	Carbifenotol	82	2.7	132	Eptc	99	2.5	217	Metominostrobin-Z	93	2.7	302	Tetraclorvinphos	108	5.6
48	Carbofuran	98	8.9	133	Esfenvalerate	69	1.1	218	Metribuzin	104	11.5	303	Tetraconazole	99	0.8
49	Chinomethionate	110	1.4	134	Espocarb	76	1.3	219	Molinat	99	1.8	304	Tetradifon	103	3.4
50	Chlomefloxynil	88	7.8	135	Ethalfuralin	112	5.0	220	Myclobutanil	96	1.3	305	Tetramethrin-1	98	2.7
51	Chlorbenside	77	2.7	136	Ethion	87	0.5	221	Napropamide	114	3.0	306	Tetramethrin-2	95	1.2
52	Chlorbufam	77	4.0	137	Ethofomesate	107	2.5	222	Nitralin	97	4.6	307	Thenylchlor	62	3.4
53	Chloroxyphos	90	5.6	138	Ethoprophos	97	0.6	223	Nitrofen	94	3.5	308	Thifluzamide	97	2.4
54	Chlorfenapyr	83	2.4	139	Ethychlozate	128	5.2	224	Nitrothol isopropyl	101	4.8	309	Thiobencarb	93	3.1
55	Chlorfenos	95	0.8	140	Etofenprox	121	1.1	225	Norflurazon	125	1.8	310	Tolclofos-methyl	95	1.5
56	Chlorfenwinphos-E	101	5.6	141	Etofenprox	76	0.6	226	Oxabetrinil	108	3.2	311	Tolfenpyrad	106	0.8
57	Chlorfenwinphos-Z	107	2.0	142	Etoxadole	55	4.8	227	Oxadiazon	93	1.3	312	Tolyfluaniid (Metabolite)	108	4.2
58	Chlormefos	108	2.1	143	Etoxadole (Metabolite)	57	4.8	228	Oxadixyl	68	12.1	313	Tolyfluaniid	102	3.8
59	Chlornitrofen (cnp)	85	2.2	144	Etridiazole	104	1.8	229	Oxpoconazole-formyl	45	3.1	314	Triadimefon	87	8.2
60	Chlorobenzilate	98	1.5	145	Etrifimos	45	6.9	230	Oxyfluorfen	95	4.5	315	Triadimenol-1	121	3.5
61	Chloroneb	106	1.7	146	Famoxadone	108	1.7	231	Pacliflurazon	110	4.1	316	Triadimenol-2	100	3.4
62	Chloropropylate	95	1.3	147	Fenamidone	107	2.1	232	Parathion	94	5.4	317	Triallat	92	4.0
63	Chlorothal-dimethyl	94	4.0	148	Fenamiphos	77	6.5	233	Parathion-methyl	115	5.5	318	Triazophos	104	3.2
64	Chlorothalonil	106	0.7	149	Fenarimol	92	2.5	234	Penconazole	105	1.6	319	Triubuzos (Def)	96	1.8
65	Chlorpropham	103	3.1	150	Fenbuconazole	100	2.5	235	Pendimethalin	97	8.0	320	Trifloxystrobin	100	1.9
66	Chlorpyrifos	84	2.7	151	Fenchlorphos	90	2.3	236	Pentoxazone	102	5.7	321	Trifluralin	95	7.0
67	Chlorpyrifos-methyl	93	3.2	152	Fenitrothion	108	4.3	237	Permethrin-1	81	3.1	322	Uniconazole P	95	2.8
68	Chlorthiophos-1	111	6.8	153	Fenothiocarb	109	3.4	238	Permethrin-2	104	4.3	323	Vinloczolin	106	0.3
69	Chlorthiophos-2	74	6.0	154	Fenoxanil-2	95	1.6	239	Perthane	77	1.6	324	Xmc	94	5.3
70	Chlorthiophos-3	86	6.2	155	Fenoxaprop-ethyl	95	0.9	240	Phenothrin-1	108	3.6	325	Xylylcarb	95	7.2
71	Chlomezate	79	3.4	156	Fenprothipathrin	35	3.7	241	Phenothrin-2	87	1.0	326	Zoxamide	96	3.9
72	Cinidon-ethyl	107	2.0	157	Fensulfotthion	107	4.1	242	Phenthoate	107	3.6	327	Zoxamide (Decomposite)	95	10.5
73	Clofentezine	69	0.3	158	Fenthion	81	9.1	243	Phorate	66	10.1				
74	Clomazone	90	2.1	159	Fenvalerate-1	74	1.1	244	Phosalone	115	1.5				
75	Clomeprop	119	3.2	160	Fenvalerate-2	69	1.1	245	Phosmet	109	2.2				
76	Cyanazine	90	5.7	161	Fipronil	103	3.1	246	Picolinafen	90	0.8				
77	Cyanophenphos	98	2.8	162	Flamprop-methyl	92	1.4	247	Piperonyl butoxide	83	0.7				
78	Cyanophos	104	2.7	163	Fluacrypyrim	100	0.2	248	Piperophos	93	2.2				
79	Cyflufenamid	92	3.7	164	Flucythrinate-1	77	0.9	249	Pirimiphos-methyl	98	1.8				
80	Cyfluthrin-1	73	2.8	165	Flucythrinate-2	80	1.0	250	Pretlathlor	90	1.4				
81	Cyfluthrin-2	71	3.5	166	Fludioxonil	112	4.6	251	Procyimidone	130	3.1				
82	Cyfluthrin-3	67	5.4	167	Flufenpyr-ethyl	99	5.7	252	Profenofos	89	7.1				
83	Cyfluthrin-4	64	3.1	168	Flumiclorac-pentyl	96	3.3	253	Prohydrojasmon-1	135	22.2				
84	Cyhalofop-butyl	84	0.8	169	Flumioxazin	96	11.1	254	Prohydrojasmon-2	119	12.9				
85	Cyhalothrin-1	62	1.9	170	Fluquinconazole	131	0.9	255	Propachlor	82	4.1				

まとめ

オンラインSPE-GC/MS/MSシステムを使用することで、ホワイン中の残留農薬分析の時間短縮、操作の簡便化・自動化が可能となりました。

* 添加濃度: 試料中0.01ppm
* 添加回収率はn=3の平均値
* RSD(%)はn=3のため参考値
* SFA共注入標準液による絶対検量線を使用