

大豆

STQ-GC-B1法（試験管ラック使用）

前処理フロー

実験方法

- 粉砕方法 常温粉砕(ミル使用)
- 添加濃度（試料中）：0.02ppm
- 最終バイアル中濃度：5ppb
- 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：5ppb
 - ・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℃ (0.16min) →120℃/min→240℃ (0min) →50℃/min→290℃ (26min)
- ・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. 0.25mm、O.D. 0.350mm (ジールサイエンス)
- ・カラム：Rxi-5Sil MS 0.25 mm I.D.×30 m df ; 0.25 μm (RESTEK)
- ・GC昇温条件：
 - 60℃ (4min) →25℃/min→125℃ (0min) →10℃/min→310℃ (8min)
- ・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℃
- GCITF温度：290℃
- ・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)



Manual STQ Method

Sample



Information

水分：12.4%
脂質：19.7%
脂肪酸：17.78%
たんぱく質：33.8%

試験部位：
豆

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

粉砕

抽出

試料 5 g 採取

— 2ppm 混合標準溶液 50 μL

— 水 10 mL(膨潤 15分間)

— アセトニトリル 10 mL

ホモジナイズ (13000rpm 1分間)

— セラミックホモジナイザー 2個

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

撈拌 (手で振とう 15秒間)

— MgSO₄ (無水硫酸マグネシウム) 4g

撈拌 (手で振とう 2分間)

放置 (約5分間)

遠心分離 (3500rpm 5分間)

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 6.25 mg相当)

No.	化合物名	回収率 (%)	RSD (%)
1	1,1-ジクロロ-2,2-ビス※	78	2.2
2	alpha-BHC	88	1.2
3	beta-BHC	94	2.7
4	delta-BHC	85	3.3
5	gamma-BHC	91	1.8
6	DCIP	82	1.2
7	EPN	99	2.3
8	EPTC	91	1.8
9	MCPAチオエチル	4	16.1
10	MCPBエチル	90	1.3
11	TCMTB	5	LC
12	XMC	102	1.6
13	アフラトリン-1	127	8.9
14	アフラトリン-2	94	4.9
15	アフラトグー	95	2.1
16	アフラトグー	73	13.3
17	アフラトグー	100	1.4
18	アフラトグー	110	1.3
19	アフラトグー	94	2.0
20	アフラトグー	105	1.5
21	アフラトグー	104	3.0
22	アフラトグー	94	1.6
23	アフラトグー	97	1.8
24	アフラトグー	66	7.0
25	アフラトグー	112	4.8
26	アフラトグー	97	3.7
27	アフラトグー	103	1.8
28	アフラトグー	104	1.9
29	アフラトグー	103	2.9
30	アフラトグー	99	5.4
31	アフラトグー	99	2.3
32	アフラトグー	107	1.4
33	アフラトグー	99	2.0
34	アフラトグー	100	1.6
35	アフラトグー	96	2.2
36	アフラトグー	94	6.3
37	アフラトグー	103	1.3
38	アフラトグー	84	8.0
39	アフラトグー	100	4.0
40	アフラトグー	110	3.6
41	アフラトグー	99	1.6
42	アフラトグー	87	1.7
43	アフラトグー	95	2.5
44	アフラトグー	95	2.8
45	アフラトグー	27	12.2
46	アフラトグー	80	2.0
47	アフラトグー	75	2.3
48	アフラトグー	104	1.9
49	アフラトグー	102	2.2
50	アフラトグー	92	2.6
51	アフラトグー	86	1.1
52	アフラトグー	95	2.6
53	アフラトグー	99	1.0
54	alpha-エンドスルファン	67	13.7
55	beta-エンドスルファン	85	4.4
56	エンドスルファン	87	5.5
57	オキサジアン	93	1.6
58	オキサジキシル	84	6.9
59	オキサトリニル	102	3.6
60	オキサトリニル	97	3.8
61	オキサトリニル	99	2.1
62	オキサトリニル	95	2.4
63	オキサトリニル	70	8.3
64	オキサトリニル	99	2.7
65	オキサトリニル	103	1.6
66	オキサトリニル	0	分解
67	オキサトリニル	103	1.5
68	オキサトリニル	74	20.4
69	オキサトリニル	106	3.2
70	オキサトリニル	79	2.7
71	オキサトリニル	105	3.6
72	オキサトリニル	94	2.4
73	オキサトリニル	99	2.1
74	オキサトリニル	95	1.8
75	オキサトリニル	70	1.0
76	オキサトリニル	76	3.5
77	オキサトリニル	45	35.3
78	オキサトリニル	0	分解
79	オキサトリニル	66	1.7
80	オキサトリニル	61	4.3
81	オキサトリニル	99	0.9
82	オキサトリニル	99	4.1
83	オキサトリニル	48	3.3
84	オキサトリニル	102	2.3
85	オキサトリニル	93	2.6
86	オキサトリニル	89	2.4
87	オキサトリニル	88	1.3
88	オキサトリニル	92	1.7

No.	化合物名	回収率 (%)	RSD (%)
89	クロロチオホス-1	79	2.4
90	クロロチオホス-2	78	3.6
91	クロロチオホス-3	83	3.0
92	クロロチオホス-4	79	2.5
93	クロロチオホス-5	82	2.3
94	クロロチオホス-6	90	2.5
95	クロロチオホス-7	92	7.3
96	クロロチオホス-8	90	2.2
97	クロロチオホス-9	103	1.8
98	クロロチオホス-10	100	2.1
99	クロロチオホス-11	103	2.5
100	クロロチオホス-12	97	2.1
101	クロロチオホス-13	62	3.7
102	クロロチオホス-14	91	2.0
103	クロロチオホス-15	92	2.8
104	クロロチオホス-16	0	分解
105	クロロチオホス-17	92	1.3
106	クロロチオホス-18	91	1.9
107	クロロチオホス-19	98	2.4
108	クロロチオホス-20	96	1.5
109	クロロチオホス-21	101	1.0
110	クロロチオホス-22	96	1.9
111	クロロチオホス-23	104	2.5
112	クロロチオホス-24	99	2.9
113	クロロチオホス-25	97	7.7
114	クロロチオホス-26	99	1.7
115	クロロチオホス-27	97	2.7
116	クロロチオホス-28	100	1.8
117	クロロチオホス-29	83	1.9
118	クロロチオホス-30	97	2.7
119	クロロチオホス-31	0	分解
120	クロロチオホス-32	123	2.0
121	クロロチオホス-33	90	2.1
122	クロロチオホス-34	90	1.3
123	クロロチオホス-35	95	2.3
124	クロロチオホス-36	21	LC
125	クロロチオホス-37	90	2.0
126	クロロチオホス-38	106	1.6
127	クロロチオホス-39	69	28.6
128	クロロチオホス-40	100	3.2
129	クロロチオホス-41	92	1.4
130	クロロチオホス-42	100	3.0
131	クロロチオホス-43	98	5.9
132	クロロチオホス-44	86	2.4
133	クロロチオホス-45	100	2.7
134	クロロチオホス-46	104	1.1
135	クロロチオホス-47	83	2.0
136	クロロチオホス-48	79	3.8
137	クロロチオホス-49	92	2.8
138	クロロチオホス-50	95	2.6
139	クロロチオホス-51	88	1.9
140	クロロチオホス-52	89	3.6
141	クロロチオホス-53	90	4.8
142	クロロチオホス-54	89	4.5
143	クロロチオホス-55	106	3.9
144	クロロチオホス-56	93	3.2
145	クロロチオホス-57	98	1.7
146	クロロチオホス-58	88	1.2
147	クロロチオホス-59	83	3.3
148	クロロチオホス-60	87	2.4
149	クロロチオホス-61	82	3.0
150	クロロチオホス-62	88	3.3
151	クロロチオホス-63	99	2.0
152	クロロチオホス-64	100	1.1
153	クロロチオホス-65	94	1.3
154	クロロチオホス-66	99	2.9
155	クロロチオホス-67	100	2.9
156	クロロチオホス-68	99	1.8
157	クロロチオホス-69	80	14.5
158	クロロチオホス-70	72	15.9
159	クロロチオホス-71	96	0.9
160	クロロチオホス-72	89	1.8
161	クロロチオホス-73	56	4.2
162	クロロチオホス-74	88	1.4
163	クロロチオホス-75	96	2.3
164	クロロチオホス-76	81	12.3
165	クロロチオホス-77	87	11.5
166	クロロチオホス-78	81	4.6
167	クロロチオホス-79	83	3.0
168	クロロチオホス-80	102	2.6
169	クロロチオホス-81	81	4.3
170	クロロチオホス-82	80	3.2
171	クロロチオホス-83	91	1.6
172	クロロチオホス-84	93	2.2
173	クロロチオホス-85	88	2.4
174	クロロチオホス-86	88	1.4
175	クロロチオホス-87	92	1.5
176	クロロチオホス-88	93	2.7

No.	化合物名	回収率 (%)	RSD (%)
177	クロロチオホス-89	76	2.3
178	クロロチオホス-90	26	13.8
179	クロロチオホス-91	99	2.1
180	クロロチオホス-92	102	2.2
181	クロロチオホス-93	80	1.2
182	クロロチオホス-94	102	2.6
183	クロロチオホス-95	98	2.0
184	クロロチオホス-96	95	2.2
185	クロロチオホス-97	96	1.2
186	クロロチオホス-98	90	2.2
187	クロロチオホス-99	91	2.2
188	クロロチオホス-100	84	2.3
189	クロロチオホス-101	101	3.8
190	クロロチオホス-102	106	8.8
191	クロロチオホス-103	80	3.4
192	クロロチオホス-104	99	2.1
193	クロロチオホス-105	94	2.5
194	クロロチオホス-106	89	1.7
195	クロロチオホス-107	95	4.5
196	クロロチオホス-108	91	3.8
197	クロロチオホス-109	103	2.2
198	クロロチオホス-110	105	1.7
199	クロロチオホス-111	74	1.4
200	クロロチオホス-112	83	1.3
201	クロロチオホス-113	91	3.1
202	クロロチオホス-114	103	3.0
203	クロロチオホス-115	0	分解
204	クロロチオホス-116	135	3.7
205	クロロチオホス-117	89	3.0
206	クロロチオホス-118	91	2.4
207	クロロチオホス-119	102	1.8
208	クロロチオホス-120	111	2.4
209	クロロチオホス-121	100	3.2
210	クロロチオホス-122	83	2.4
211	クロロチオホス-123	79	7.3
212	クロロチオホス-124	99	2.0
213	クロロチオホス-125	105	2.6
214	クロロチオホス-126	104	3.1
215	クロロチオホス-127	64	3.6
216	クロロチオホス-128	93	2.0
217	クロロチオホス-129	81	6.6
218	クロロチオホス-130	28	1.8
219	クロロチオホス-131	97	3.6
220	クロロチオホス-132	71	2.5
221	クロロチオホス-133	96	2.1
222	クロロチオホス-134	101	2.5
223	クロロチオホス-135	122	LC
224	クロロチオホス-136	100	3.3
225	クロロチオホス-137	102	1.8
226	クロロチオホス-138	95	1.9
227	クロロチオホス-139	105	2.5
228	クロロチオホス-140	79	2.1
229	クロロチオホス-141	90	2.2
230	クロロチオホス-142	89	3.0
231	クロロチオホス-143	91	2.5
232	クロロチオホス-144	84	1.5
233	クロロチオホス-145	83	2.7
234	クロロチオホス-146	102	0.5
235	クロロチオホス-147	104	0.8
236	クロロチオホス-148	95	3.1
237	クロロチオホス-149	90	1.6
238	クロロチオホス-150	84	2.9
239	クロロチオホス-151	96	3.1
240	クロロチオホス-152	82	12.2
241	クロロチオホス-153	98	1.6
242	クロロチオホス-154	104	2.3
243	クロロチオホス-155	85	3.8
244	クロロチオホス-156	105	3.7
245	クロロチオホス-157	107	2.4
246	クロロチオホス-158	95	2.1
247	クロロチオホス-159	113	2.3
248	クロロチオホス-160	97	2.2
249	クロロチオホス-161	76	6.7
250	クロロチオホス-162	73	2.1
251	クロロチオホス-163	88	10.0
252	クロロチオホス-164	93	1.8
253	クロロチオホス-165	82	1.8
254	クロロチオホス-166	106	4.0
255	クロロチオホス-167	94	1.2
256	クロロチオホス-168	93	3.1
257	クロロチオホス-169	87	4.1
258	クロロチオホス-170	80	3.6
259	クロロチオホス-171	84	6.6
260	クロロチオホス-172	85	2.8
261	クロロチオホス-173	96	2.4
262	クロロチオホス-174	12	26.0
263	クロロチオホス-175	88	1.5
264	クロロチオホス-176	88	1.9

No.	化合物名	回収率 (%)	RSD (%)
265	クロロチオホス-177	106	2.3
266	クロロチオホス-178	100	2.3
267	クロロチオホス-179	85	2.0
268	クロロチオホス-180	98	4.3
269	クロロチオホス-181	83	1.6
270	クロロチオホス-182	101	2.1
271	クロロチオホス-183	99	1.6
272	クロロチオホス-184	65	8.3
273	クロロチオホス-185	101	2.5
274	クロロチオホス-186	101	2.8
275	クロロチオホス-187	92	2.0
276	クロロチオホス-188	24	21.2
277	クロロチオホス-189	95	2.0
278	クロロチオホス-190	97	2.3
279	クロロチオホス-191	99	1.1
280	クロロチオホス-192	101	4.6
281	クロロチオホス-193	93	4.9
282	クロロチオホス-194	103	1.3
283	クロロチオホス-195	49	LC
284	クロロチオホス-196	84	3.9
285	クロロチオホス-197	83	3.1
286	クロロチオホス-198	110	2.3
287	クロロチオホス-199	94	7.8
288	クロロチオホス-200	106	3.6
289	クロロチオホス-201	91	3.4
290	クロロチオホス-202	-	検出限界未満
291	クロロチオホス-203	69	1.7
292	クロロチオホス-204	95	1.9
293	クロロチオホス-205	99	2.6
294	クロロチオホス-206	96	1.5
295	クロロチオホス-207	102	1.6
296	クロロチオホス-208	92	2.8
297	クロロチオホス-209	96	2.7
298	クロロチオホス-210	94	0.4
299	クロロチオホス-211	99	4.0
300	クロロチオホス-212	94	3.6
301	クロロチオホス-213	101	2.