赤ワイン

STQ-GC-B１法 （全自動固相抽出装置ST-L400）

前処理フロー

試料採取 10 g　※ ACN ：アセトニトリル

- 添加 2 ppm 混合標準溶液 100µL

混和

- 添加 アセトニトリル 10 mL

混和

- 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

繰り返し抽出定容法

ACN層①

残留物(試料層・水層)
- 添加 ACN 7.5 mL

振とう　1分

遠心分離　3,500 rpm, 5分

①②合算 ← ACN層②

定容：20 mL ACNで調整

ACN層抽出液

全自動固相抽出装置ST-L400

Smart-SPE C18-30mg：精製

- **負荷[通液]** **ACN層抽出液**0.5 mL 分取
- 通液 ACN-水(9/1) 0.4 mL

流出液

- 添加 10%(W/W)NaCl水溶液 約12 mL

Smart-SPE C18-50mg：保持

- 洗浄 水 2 mL

固相乾燥：窒素ガス(2分)

Smart-SPE C18-50mg

Smart-SPE PSA-30mg：精製

- 溶出 アセトン-ヘキサン(15/85) 1 mL

溶出液

- 添加 0.1%PEG300-1ppmフェナントレンd体 混合アセトン溶液 20 µL

定容：1 mL アセトン-ヘキサン(15/85)で調整

↓

GC/MS/MS測定
(LVI-S250 25µL大量注入:試料 6.25 mg相当)

実験方法

- ●添加濃度（試料中）：**0.02 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)

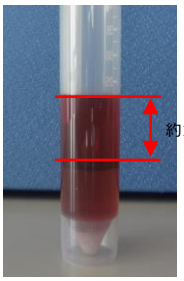
＊フェナントレンd体は装置の感度確認（定量値補正なし）

●使用機器：

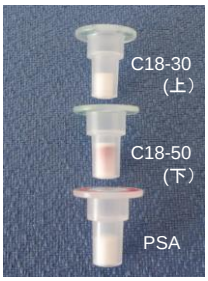
全自動固相抽出装置　ST-L400
(アイスティサイエンス)

大量注入口装置　LVI-S250
(アイスティサイエンス)

JMS-TQ4000GC
(日本電子)



遠心分離後



精製後の固相

前処理ポイント

試料を直接固相に負荷すると疎水性農薬の回収率が低下します。ACN抽出した場合、遠心後のACN層が10mLを超えるので繰り返し抽出定容法を行います。

結果

繰り返し抽出定容法により対象成分353成分のうち335成分で良好な回収率と再現性が得られました。

全自動固相抽出装置
ST-L400
For STQ Method

Sample

Information

主な原材料
濃縮還元ぶどう果汁
(外国産)
アルコール 11 %

水分含量　88.7%

【出典】
食品成分データベース
http://fooddb.mext.go.jp/

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 C18-30
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
お問い合わせ先
TEL. 073-475-0033
E-Mail; as@aisti.co.jp

No.	化合物名	回収率 (%)	RSD (%)
1	Acetochlor	86	3.3
2	Acrinathrin	67	3.1
3	Alachlor	87	4.4
4	Allethrin-1,2	83	3.6
5	Allethrin-3,4	77	4.7
6	Allidochlor	44	7.6
7	Ametryn	85	2.7
8	Anilofos	88	2.6
9	Atrazine	88	3.5
10	Azaconazole	77	2.5
11	Azamethiphos	75	7.6
12	Azinphos-Ethyl	84	2.7
13	Azinphos-Methyl	84	2.7
14	Benalaxyl	85	1.2
15	Benfluralin	75	3.2
16	Benfuresate	88	2.5
17	Benoxacor	86	2.8
18	Bhc(Alpha)	89	3.9
19	Bhc(Beta)	85	1.6
20	Bhc(Delta)	87	3.8
21	Bhc(Gamma)	87	0.4
22	Bifenazate	98	5.9
23	Bifenox	83	1.2
24	Bifenthrin	75	1.6
25	Biphenyl	75	4.6
26	Bitertanol-1	71	5.1
27	Bitertanol-2[3]	–	–
28	Bromobutide	84	3.6
29	Bromoconazole-1	80	1.6
30	Bromoconazole-2	85	3.6
31	Bromofos Methyl	86	2.4
32	Bromophos-Ethyl	77	5.0
33	Bromopropylate	79	1.7
34	Bupirimate	83	7.0
35	Buprofezin	91	2.8
36	Butachlor	81	2.0
37	Butafenacil	83	2.9
38	Butamifos	76	4.0
39	Butylate	76	4.2
40	Cadusafos	84	3.3
41	Cafenstrole	86	3.7
42	Cafentrazone Ethy	80	1.9
43	Captafol[1]	–	–
44	Captan[1]	–	–
45	Carbetamide	65	4.3
46	Carbofenotion	76	3.4
47	Carbofuran	86	2.7
48	Carboxine	83	1.3
49	Chinomethionate	74	3.3
50	Chlomethoxynil	77	2.3
51	Chlorbenside	77	4.4
52	Chlorbufam	85	1.4
53	Chlorethoxyphos	75	5.1
54	Chlorfenapyr	76	2.4
55	Chlorfenson	80	3.0
56	Chlorfenvinphos-E	84	2.5
57	Chlorfenvinphos-Z	88	4.9
58	Chlormefos	81	4.7
59	Chlornitrofen(CNP)	80	5.0
60	Chlorobenzilate	86	2.4
61	Chloroneb	82	4.4
62	Chloropropylate	78	4.7
63	Chlorothal-Dimethyl	82	0.6
64	Chlorothalonil[2]	37	分解
65	Chlorpropham	88	2.4
66	Chlorpyrifos	80	2.4
67	Chlorpyrifos-Methyl	82	5.2
68	Chlorthiophos-1	75	7.5
69	Chlorthiophos-2	76	0.7
70	Chlorthiophos-3	79	0.8
71	Chlozolinate	83	5.6
72	Cinidon-Ethyl	79	2.5
73	Cinmethylin	75	2.0
74	Clofentezine	81	0.8
75	Clomazone	86	1.3
76	Clomeprop	81	2.1
77	Crymidine	29	4.6
78	Cyanazine	80	4.0
79	Cyanophenphos	85	3.3
80	Cyanophos	86	2.5
81	Cyflufenamid	81	4.9
82	Cyfluthrin-1	70	0.7
83	Cyfluthrin-2	76	2.2
84	Cyfluthrin-3	71	3.0
85	Cyfluthrin-4	74	2.4
86	Cyhalofop-Butyl	79	1.7
87	Cyhalothrin-1	73	1.4
88	Cyhalothrin-2	73	2.6
89	Cypermethrin-1	75	2.7
90	Cypermethrin-2	81	3.3
91	Cypermethrin-3	76	2.9
92	Cypermethrin-4	76	1.1
93	Cyproconazole-1	86	1.8
94	Cyproconazole-2	79	1.9
95	Cyprodinil	84	0.9
96	DCIP	76	5.1
97	Deltamethrin	80	2.9
98	Demeton-S-Methyl	82	4.6
99	Dialifos	81	1.2
100	Di-Allate-1	82	3.7
101	Di-Allate-2	87	7.1
102	Diazinon	85	2.5
103	Dichlobenil	80	4.0
104	Dichlobutrazol	76	2.5
105	Dichlofenthion	79	1.5
106	Dichlofluanid[2]	64	分解
107	Dichlofluanid(Metabolite)	72	3.6
108	Dichloran	90	1.2
109	Dichlorvos	76	1.9
110	Diclocymet-1	86	5.3
111	Diclocymet-2	86	2.0
112	Diclofop-Methyl	81	2.3
113	Diethofencarb	84	2.0
114	Difenoconazole-1	77	2.7
115	Difenoconazole-2	77	1.5
116	Diflufenican	80	2.2
117	Dimepiperate	83	2.7
118	Dimethametryn	82	1.2
119	Dimethenamid	85	4.5
120	Dimethomorph-1	77	4.0
121	Dimethomorph-2	77	3.8
122	Dimethylvinphos-E	87	2.6
123	Dimethylvinphos-Z	90	3.0
124	Diniconazole	76	6.3
125	Dioxathion	79	2.0
126	Dioxathion(Decomposite)	82	4.1
127	Diphenamid	87	1.7
128	Diphenylamine	90	2.2
129	Disulfoton	80	2.6
130	Disulfoton Sulfone	80	2.5
131	Ditalimfos	83	2.5
132	Dithiopyr	77	3.1
133	Edifenphos	91	1.9
134	Endosulfan Sulfate	101	6.3
135	Endosulfan(Alpha)	83	4.9
136	Endosulfan(Beta)	81	6.9
137	EPN	79	2.6
138	Epoxiconazole	84	1.9
139	EPTC	75	5.4
140	Esfenvalerate	77	3.3
141	Esprocarb	79	0.3
142	Ethalfluralin	77	7.6
143	Ethion	75	4.0
144	Ethofumesate	90	2.8
145	Ethoprophos	86	2.1
146	Ethychlozate	55	4.7
147	Etobenzanid	86	4.1
148	Etofenprox	77	2.2
149	Etoxazole	76	2.5
150	Etoxazole(Metabolite)	78	1.6
151	Etridiazole	79	4.0
152	Etrimfos	83	2.8
153	Famoxadone	77	6.0
154	Fenamidone	83	3.2
155	Fenamiphos	83	1.1
156	Fenarimol	80	3.2
157	Fenbuconazole	72	2.2
158	Fenchlorphos	82	3.0
159	Fenitrothion	96	2.2
160	Fenothiocarb	85	3.2
161	Fenoxanil-1,2	86	3.6
162	Fenoxaprop-Ethyl	78	3.1
163	Fenoxycarb	76	7.1
164	Fenpropathrin	75	2.8
165	Fenpropimorph	82	1.0
166	Fensulfothion	88	5.2
167	Fenthion	84	0.9
168	Fenvalerate-1	77	3.3
169	Fenvalerate-2	77	3.3
170	Fipronil	83	1.8
171	Flamprop-Methyl	83	2.8
172	Fluacrypyrim	80	1.8
173	Flucythrinate-1	77	2.1
174	Flucythrinate-2	77	3.6
175	Fludioxonil	70	9.6
176	Flufenpyr-Ethyl	81	2.0
177	Flumiclorac-Pentyl	75	3.7
178	Flumioxazin	92	6.5
179	Fluquinconazole	82	0.8
180	Flusilazole	81	0.8
181	Fluthiacet-Methyl	68	4.5
182	Flutolanil	79	2.5
183	Flutriafol	58	4.8
184	Fluvalinate-1	82	3.0
185	Fluvalinate-2	78	5.1
186	Folpet[2]	60	分解
187	Fonofos	83	3.6
188	Formothion	61	3.6
189	Fosthiazate-1	83	3.4
190	Fosthiazate-2	81	3.3
191	Fthalide	87	3.3
192	Furametpyr	84	3.9
193	Furametpyr(Metabolite)	74	1.5
194	Furilazole	86	2.0
195	Halfenprox	70	1.3
196	Hexaconazole	81	1.8
197	Hexazione	67	2.7
198	Imibenconazole	73	2.3
199	Imzamethabenz-Methyl-1	75	2.8
200	Imzamethabenz-Methyl-2	76	0.5
201	Indanofan	85	2.5
202	Indoxacarb	74	0.3
203	Iprobenfos	83	1.1
204	Iprodione	87	3.4
205	Iprodione(Metabolite)	97	6.6
206	Isazophos	89	4.2
207	Isocarbophos	85	0.5
208	Isofenphos	82	0.8
209	Isofenphos Oxon	80	1.2
210	Isoprocarb	83	2.8
211	Isoprothiolane	86	3.0
212	Isoxadifen-Ethyl	87	3.2
213	Isoxathion	78	2.4
214	Kresoxim-Methyl	84	2.4
215	Lenacil	73	3.0
216	Leptophos	76	0.5
217	Malathion	80	0.1
218	Mcpa-Thioethyl	80	3.3
219	MCPB-ethyl	86	2.4
220	Mecarbam	77	4.6
221	Mefenacet	86	2.8
222	Mefenpyr-Diethyl	83	1.0
223	Mepronil	84	2.4
224	Metalaxyl	84	1.4
225	Methacrifos	84	3.4
226	Methidathion	86	1.5
227	Methoprene	82	2.9
228	Methoxychlor	77	2.2
229	Metolachlor	86	1.4
230	Metominostrobin-E	82	2.2
231	Metominostrobin-Z	85	2.1
232	Metribuzin	77	5.7
233	Molinate	80	6.2
234	Myclobutanil	81	1.8
235	Napropamide	87	0.8
236	Nitralin	89	3.9
237	Nitrofen	77	3.5
238	Nitrothal Isopropyl	81	5.3
239	Norflurazon	69	8.8
240	Orthophenyl phenol	76	3.5
241	Oxabetrinil	91	1.9
242	Oxadiazon	77	3.4
243	Oxadixyl	72	1.2
244	Oxpoconazole	78	1.2
245	Oxpoconazole-Formyl	84	3.9
246	Oxyfluorfen	77	3.4
247	Paclobutrazol	81	2.0
248	Parathion	79	1.3
249	Parathion-Methyl	91	0.5
250	Penconazole	84	2.5
251	Pendimethalin	80	2.8
252	Pentoxazone	79	1.0
253	Permethrin-1	78	2.4
254	Permethrin-2	77	2.2
255	Perthane	74	2.0
256	Phenothrin-1	73	7.7
257	Phenothrin-2	75	2.2
258	Phenthoate	81	2.0
259	Phorate	83	3.1
260	Phosalone	82	2.5
261	Phosmet	79	3.2
262	Phosphamidon1	81	3.4
263	Phosphamidon2	82	2.2
264	Picolinafen	77	2.7
265	Piperonyl Butoxide	82	2.8
266	Piperophos	81	1.6
267	Pirimiphos-Methyl	91	1.8
268	Pretilachlor	80	2.7
269	Procymidone	87	0.9
270	Profenofos	85	5.7
271	Prohydrojasmon-1	82	3.2
272	Prohydrojasmon-2	89	4.1
273	Prometryn	84	2.0
274	Propachlor	83	3.6
275	Propanil	83	9.9
276	Propaphos	87	3.3
277	Propargite-1,2	78	1.3
278	Propazine	89	1.4
279	Propiconazole-1	115	3.3
280	Propiconazole-2	84	4.5
281	Propoxur	81	2.4
282	Propyzamide	85	2.3
283	Prothiofos	68	3.4
284	Pyraclofos	88	6.1
285	Pyraclostrobine	81	5.2
286	Pyraflufen Ethyl	81	1.9
287	Pyrazophos	81	1.0
288	Pyrazoxyfen	80	2.7
289	Pyributicarb	77	2.4
290	Pyridaben	75	2.5
291	Pyridafenthion	87	4.9
292	Pyrifenox-E	80	2.2
293	Pyrifenox-Z	77	4.8
294	Pyrimethanil	85	4.6
295	Pyrimidifen	82	3.5
296	Pyriminobac-Methyl-E	83	0.6
297	Pyriminobac-Methyl-Z	83	4.6
298	Pyriproxyfen	80	2.4
299	Pyroquilon	71	4.1
300	Quinalphos	84	2.1
301	Quinoclamine	75	5.3
302	Quinoxyfen	85	2.0
303	Quintozene	79	3.1
304	Quizalofop-Ethyl	79	2.7
305	Resmethrin-1	74	3.6
306	Resmethrin-2	74	2.4
307	Salithion	87	3.2
308	Silafluofen	74	1.6
309	Simazine	80	1.3
310	Simeconazole	85	2.4
311	Simetryn	81	3.1
312	Spirodiclofen	94	1.4
313	Spiroxamine-1	71	5.3
314	Spiroxamine-2	77	4.9
315	Sulfotep	82	2.8
316	Sulprofos	79	3.1
317	Swep	88	7.7
318	TCMTB	66	0.7
319	Tebuconazole	87	3.8
320	Tebufenpyrad	77	3.8
321	Tebupirimfos	80	3.4
322	Tecnazene	77	2.5
323	Tefluthrin	75	2.5
324	Terbacil	72	0.4
325	Terbucarb	78	2.4
326	Terbufos	80	5.9
327	Terbutryn	89	1.9
328	Tetrachlorvinphos	87	5.1
329	Tetraconazole	81	3.6
330	Tetradifon	81	3.3
331	Tetramethrin-1	83	3.8
332	Tetramethrin-2	78	2.6
333	Thenylchlor	84	2.1
334	Thiobencarb	85	2.3
335	Thiometon	92	4.1
336	Tolclofos-Methyl	80	1.6
337	Tolfenpyrad	78	2.1
338	Tolylfluanid(Metabolite)	88	3.6
339	Tolylfluanid[2]	69	分解
340	Triadimefon	85	2.6
341	Triadimenol-1	85	12.4
342	Triadimenol-2	74	8.4
343	Triallat	79	2.6
344	Triazophos	85	5.2
345	Tribuhos(DEF)	77	3.6
346	Trifloxystrobin	77	1.4
347	Trifluralin	77	5.9
348	Uniconazole P	65	2.5
349	Vinclozolin	92	3.9
350	XMC	83	2.5
351	Xylylcarb	84	1.2
352	Zoxamide	81	3.5
353	Zoxamide (Decomposite)	90	5.3

＊添加濃度：試料中0.02ppm
＊添加回収率はn=3の平均値
＊RSD(%)はn=3のため参考値
＊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）st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
3）未知試料由来ピークにより回収率算出不可
（未知試料由来ピークは精査していません）