

にんにく

L-GCB1

前処理フロー

(試料をビーカーに入れてラップで蓋をし、電子レンジで加熱) **※注1**

試料 10g採取 (+添加 2ppm混合標準溶液 50μL)

水 3.5mL

アセトニトリル 10mL

ホモジナイズ

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

MgSO₄ (無水硫酸マグネシウム) 4g

撹拌 (手で振とう 1分間)

遠心分離 (3000rpm 5分間)

アセトニトリル層

分取2mL

アセトニトリル-水 (1:1) 2mL

試料瓶 (自動前処理装置にセット)

分取 1 mL

自動前処理装置 STQ-L200

固相 C18-30 mg : 精製

洗液 アセトニトリル-水 (4:1) 1mL

流出液

10%食塩水 20mL

固相 C18-50mg : 保持

乾燥 (窒素ガス 2分)

連結固相 PSA-30 mg : 精製

溶出 アセトン-ヘキサン (15/85) 1mL

溶出液

1ppmフェナントレンド体+0.1%PEG (300) /アセトン 20μL

定容 (1 mL, アセトン/ヘキサン (15/85) で調製)

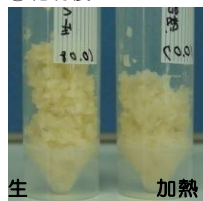
GC/MS (LVI-S200 大量注入25 μL : 試料12.5mg相当)

目的/実験方法

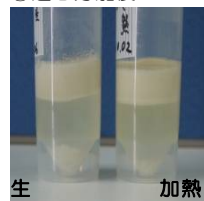
自動前処理装置STQ-L200を用いた
添加回収試験(GC-B1法)

- 添加濃度(試料中): 10ppb
- 最終バイアル中濃度: 5ppb
- 農薬: 関東MIX-22, 31, 34, 48, 51
- 検量線:
 - ・PEG共注入標準溶液、絶対、直線検量線
 - ・1点: 5ppb
 - ・20ppbフェナントレンド体+20ppmPEG
+農薬混合標準溶液(アセトン-ヘキサン)
 - *フェナントレンド体は装置の感度評価の目安として使用。
- 測定: 1 Injection によるSCAN測定
- 測定条件: 参考資料に従う。

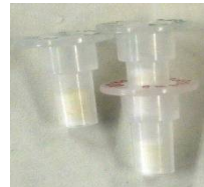
①細切後



②遠心分離後



③C18-30、C18-50+PSA30 (加熱) ④C18-30、C18-50+PSA30 (生)



考察

やや低いものもあるが、概ね良好な回収率を得ることができた。

試料細切の際に、酵素反応により分析妨害成分が生成されるので、これを抑制するため、細切前に電子レンジで熱処理を行い酵素を失活させた。クロマトグラム上では、レンジ効果がはっきりと表れている。

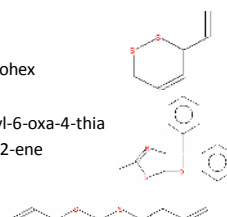
加熱処理有と無を比べると、玉ねぎの場合と異なり、加熱無の方が回収率は全体的にやや高いが、夾雑ピークも多く、マトリックス効果を受けているものと思われる。(結果表で、加熱有の方が大幅に回収率が高くなったものは緑、逆に低くなったものは薄いオレンジで記した。)

【参考文献】

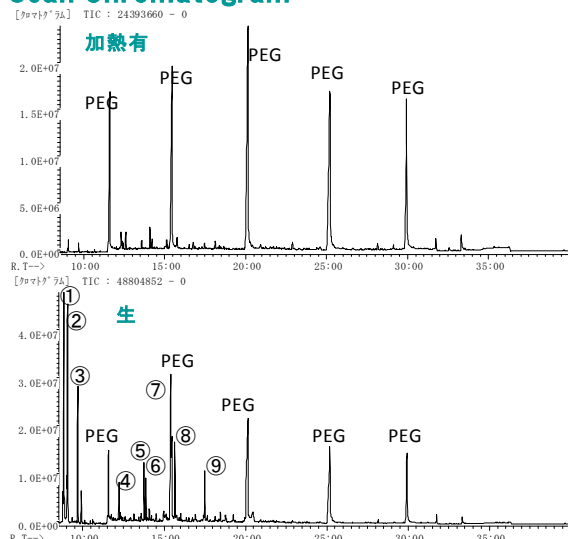
起橋ら.食衛誌vol.37.43-47 タマネギなどの
残留農薬分析における電子レンジの利用

【夾雑成分】

- ①、② 3-Vinyl-1,2-dithiacyclohex-4-ene
- ③ 1,3-Dimethyl-7,7-diphenyl-6-oxa-4-thia-2-azabicyclo[3.2.0]hept-2-ene
- ④ Diallyl tetrasulphide
- ⑤、⑥、⑨ 同一スペクトルであるが、不明
- ⑦、⑧ 同一スペクトルであるが、不明



Scan Chromatogram



STQ-L200
For STQ Method

Sample



Information

水分: 65.1% (生)
脂質: 1.3% (生)
脂肪酸: 0.64% (生)

水分量が少ないため抽出時に水3.5mLを添加。

※注1

レンジ加熱処理有と、無の場合で比較した。加熱は500Wレンジ、100gで90秒がめやす。

にんにくは外皮、ひげ根を除去し、フードプロセッサで細切。

加熱処理有の場合は、外皮、ひげ根を除去し、適当な分量をレンジで加熱した後、細切。

AISTI SCIENCE

Product

LVI-S200
STQ-L200
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

〒640-8341
和歌山市黒田120-6アソート黒田2F
TEL. 073-475-0033
FAX. 073-497-5011
www.aisti.co.jp

No.	農薬名	回収率 (%) 加熱	回収率 (%) 生	No.	農薬名	回収率 (%) 加熱	回収率 (%) 生	No.	農薬名	回収率 (%) 加熱	回収率 (%) 生	No.	農薬名	回収率 (%) 加熱	回収率 (%) 生
1	1-Naphthylacetamide	ND	ND	76	Cypermethrin-4	73.6	87.2	151	Flutolanil	92.7	100.2	226	Prohydrojasmon-1	79.2	59.1
2	3-Hydroxycarbofuran	ND	ND	77	Cyproconazole-1	159.1	147.9	152	Flutriafol	88.4	100.9	227	Prohydrojasmon-2	St-	St-
3	4'-4-Dichlorobenzophenone	71.2	90.9	78	Cyproconazole-2	129.9	125.7	153	Fluvalinate-1	65.4	86.4	228	Prometryn	82.9	95.4
4	Acephate	ND	ND	79	DEF(tribufos)	71.0	97.5	154	Fluvalinate-2	66.7	91.1	229	Propachlor	78.2	94.7
5	Acetamipride	ND	ND	80	Deltamethrin	86.3	112.0	155	Formothion	ND	33.9	230	Propanil	78.1	115.8
6	Acetochlor	85.7	88.5	81	Demeton-S-methyl	ND	56.5	156	Fosthiazate-1	67.6	95.8	231	Propaphos	103.8	101.6
7	Acrinathrin	70.3	107.7	82	Diallate-1	73.0	99.2	157	Fosthiazate-2	74.2	97.6	232	Propargite(BPPS)	76.6	79.1
8	Alachlor	82.9	96.6	83	Diallate-2	73.7	90.3	158	Halfenprox	83.8	76.5	233	Propazine	84.3	96.8
9	Allethrin-1,2	St-	St-	84	Diazinone	78.2	97.2	159	Hexaconazole	113.3	124.2	234	Propiconazole-1	160.4	127.7
10	Allethrin-3,4	77.9	87.4	85	Dichlofenthion	71.0	94.0	160	Hexazinone	ND	ND	235	Propiconazole-2	129.6	105.1
11	Ametryn	84.1	99.8	86	Dichlofluanid	St-	St-	161	Imazamethabenz methyl	ND	44.7	236	Propoxur	ND	92.8
12	Anilofos	106.7	99.9	87	Dichlorvos	ND	ND	162	Imibenconazole	106.8	102.9	237	Propyzamide	89.9	96.7
13	Aramite-3	87.1	97.3	88	Diclocymet-1	98.5	93.7	163	Imibenconazole-des-benzyl	St-	St-	238	Prothiophos	65.3	91.1
14	Aramite-4	50.5	73.8	89	Diclocymet-2	99.1	100.3	164	Iprobenfos	104.8	113.9	239	Pyraclafos	93.8	95.2
15	Atrazine	61.5	91.4	90	Diclofop-methyl	76.0	86.2	165	Iprodione	72.3	114.1	240	Pyraflufen-ethyl	87.9	93.5
16	Azaconazole	112.1	111.6	91	Dicloran	50.6	113.2	166	Isazophos	91.0	102.6	241	Pyrazophos	109.0	102.7
17	Azinphos-Methyl	134.1	78.0	92	Dicrotofos	ND	ND	167	Isofenphos	88.4	119.1	242	Pyributicarb	71.2	104.1
18	Benalaxyl	87.9	87.2	93	Diethofencarb	93.7	103.0	168	Isofenphos P=O	99.8	113.5	243	Pyridaben	89.0	89.8
19	Bendiocarb	ND	56.0	94	Difenoconazole-1	224.3	115.5	169	Isoprocarbe	67.3	89.5	244	Pyridafenthion	105.8	117.1
20	Benfluranlin	67.7	135.1	95	Difenoconazole-2	162.2	111.3	170	Isoprothiolane	90.8	99.8	245	Pyrifeno-1	101.7	88.1
21	Benfuresate	94.4	97.1	96	Diflufenican	81.3	92.1	171	Isoxathion	111.0	114.2	246	Pyrifeno-2	109.3	94.6
22	Benoxacor	98.0	107.7	97	Dimepiperate	129.3	134.4	172	Isoxathion-ox	108.2	108.5	247	Pyrimethalin	81.1	89.0
23	BHC-alpha	77.1	93.9	98	Dimethametryn	83.1	104.4	173	Kresoxim-methyl	88.8	98.4	248	Pyrimidifen	80.6	86.2
24	BHC-beta-gamma	76.0	78.7	99	Dimethenamid	88.8	102.3	174	Lenacil	39.2	65.9	249	Pyriminobac-methyl-1	99.4	108.3
25	BHC-delta	78.7	112.2	100	Dimethipin	69.9	68.0	175	Malathion	97.9	115.8	250	Pyriminobac-methyl-2	96.3	96.7
26	Bifenox	73.1	117.4	101	Dimethoate	ND	ND	176	Mecarbam	111.9	120.2	251	Pyriproxyfen	73.6	86.4
27	Bifenthrin	72.0	75.7	102	Dimethylvinphos-z	93.7	98.1	177	Mefenacet	94.1	97.8	252	Pyroquilon	ND	ND
28	Bitertanol-1	118.2	99.1	103	Dioxathion	38.3	48.1	178	Mefenpyr-diethyl	89.6	97.3	253	Quinoclamine	ND	ND
29	Bitertanol-2	119.0	100.1	104	Diphenamide	86.5	93.4	179	Mepronil	89.9	98.4	254	Quinolphos	80.1	97.2
30	Bromacil	ND	ND	105	Disulfoton	93.0	126.8	180	Metaxalyl	89.2	98.6	255	Quinomethionate	53.4	73.5
31	Bromobutide	99.9	76.9	106	Disulfoton sulfone	86.4	113.4	181	Methamidophos	ND	ND	256	Quinoxifen	65.6	79.5
32	Bromofos methyl	69.5	96.8	107	Edifenphos	98.1	110.5	182	Methidathion	113.2	108.9	257	Quintozen	56.4	98.8
33	Bromophos-ethyl	67.2	89.0	108	Endosulfan	57.0	82.1	183	Methiocarb	67.3	128.4	258	Resmethrin-1	St-	St-
34	Bromopropylate	75.2	95.2	109	Endosulfan II	73.3	89.0	184	Methoprene-1	86.9	106.4	259	Resmethrin-2	77.2	81.8
35	Bupimate	92.8	98.4	110	Endosulfan sulfate	87.9	92.2	185	Methoprene-2	65.9	68.1	260	Silaflofen	53.7	63.8
36	Buprofezin	90.6	92.6	111	EPN	71.9	124.8	186	Methoxychlor	85.7	82.0	261	Simazin	ND	ND
37	Butachlor	76.5	89.4	112	Epoxiconazole	125.0	118.2	187	Metolachlor	89.4	99.0	262	Simetryn	54.8	84.6
38	Butamifos	90.2	130.3	113	EPTC	76.8	82.6	188	Metominostrobin-e	90.6	104.5	263	Spirodiclofen	62.2	72.2
39	Butylate	67.3	85.9	114	Esprocarb	75.1	91.1	189	Metominostrobin-z	90.7	102.7	264	Spiroxamine-1	81.5	70.9
40	Cadusafos	88.5	105.8	115	Ethalfuralin	71.6	135.2	190	Mevinphos	ND	ND	265	Spiroxamine-2	79.8	85.4
41	Cafenstrole	75.5	98.6	116	Ethiofencarb	53.3	138.2	191	Monocrotophos	ND	ND	266	TCMTB	80.9	ND
42	Captafol	St-	St-	117	Ethion	91.2	116.7	192	Myclobutanil	106.5	104.8	267	Tebuconazole	130.1	114.6
43	Captan	St-	St-	118	Ethofumesate	90.5	99.1	193	Napropamide	92.1	99.3	268	Tebufenpyrad	77.3	90.0
44	Carbaril	36.2	116.3	119	Ethoprophos	86.2	100.1	194	Nitrothal-isopropyl	70.9	121.9	269	Tecnazene	70.4	96.4
45	Carbofuran	ND	52.7	120	Etofenprox	71.9	78.8	195	Norflurazon	85.3	104.4	270	Tefluthrine	63.5	74.6
46	Carboxin	50.9	86.4	121	Etoxazole	75.1	87.7	196	Oryzalin	St-	St-	271	Terbacil	ND	ND
47	Carfentrazone ethyl	101.9	99.1	122	Etrimfos	85.4	103.3	197	Oxadiazon	75.1	87.7	272	Terbufos	80.3	110.9
48	Chlorbenside	72.7	87.5	123	Fenamidone	97.6	103.1	198	Oxadixyl	ND	ND	273	Terbutryn	87.5	102.9
49	Chlorbufam	95.9	149.5	124	Fenamiphos	104.8	106.3	199	Oxyfluorfen	71.0	124.4	274	Tetrachlorvinphos	92.7	90.5
50	Chloretoxyphos	68.8	98.4	125	Fenarimol	108.4	106.7	200	p,p'-DDD	64.9	85.7	275	Tetraconazole	114.1	118.6
51	Chlorfenapyr	68.7	79.2	126	Fenbuconazole	138.4	112.1	201	p,p'-DDE	57.3	68.7	276	Tetradifon	70.5	83.5
52	Chlorfenson	74.2	84.8	127	Fenchlorphos	71.6	99.4	202	Paclobutrazol	108.8	109.1	277	Thenylchlor	97.5	88.6
53	Chlorfenvinphos-1	102.0	112.9	128	Fenitrothion	90.2	135.1	203	Parathion	77.3	142.0	278	Thiobencarb	81.0	97.6
54	Chlorfenvinphos-2	93.2	95.6	129	Fenobucarb	90.3	99.6	204	Parathion-methyl	91.0	150.3	279	Thiometon	101.0	130.5
55	Chlorobenzilate	83.6	98.5	130	Fenothiocarb	80.4	85.9	205	Penconazole	132.4	140.6	280	Tolclofos-methyl	77.3	98.9
56	Chloroneb	79.0	84.0	131	Fenoxanil	84.9	94.1	206	Pendimethalin	64.7	134.6	281	Tolfenpyrad	74.6	85.9
57	Chlorpropham	82.0	101.4	132	Fenpropathrin	57.3	72.1	207	Permethrin-cis	71.1	78.1	282	Toridimefon	101.7	117.6
58	Chlorpyrifos	70.3	113.1	133	Fenpropemorph	80.5	96.6	208	Permethrin-trans	70.5	78.7	283	Triadimenol-1	108.7	122.6
59	Chlorpyrifos-methyl	75.1	99.6	134	Fensulfthion	100.1	129.2	209	Perthane	70.8	81.9	284	Triadimenol-2	116.2	119.9
60	Chlorthal-dimethyl	80.7	87.8	135	Fenthion	92.1	111.5	210	Phenothrin-1	68.3	75.5	285	Triallate	70.3	95.4
61	Chlozolinate	80.5	95.9	136	Fenvalerate-1	70.6	80.8	211	Phenothrin-2	73.6	77.4	286	Triazophos	114.6	136.7
62	Cinidon-ethyl	76.5	96.7	137	Fenvalerate-2	74.5	72.8	212	Phenthoate	111.4	112.1	287	Tricyclazole	ND	ND
63	Clomazone	83.7	95.6	138	FIPRONIL	99.0	105.2	213	Phorate	97.9	116.4	288	Trifloxystrobin	89.5	105.0
64	Cyanazine	ND	39.7	139	Flamprop-methyl	88.5	92.2	214	Phosalone	103.1	107.6	289	Trifluralin	67.2	132.9
65	Cyanophos	90.0	92.4	140	Fluacrypyrim	96.6	103.9	215	Phosmet	98.0	99.6	290	Thifluzamide	61.0	72.0
66	Cyfluthrin-1	ND	34.4	141	Flucythrinate-1	72.6	81.9	216	Phosphamidon	ND	47.4	291	Uniconazole	104.1	109.0
67	Cyfluthrin-2	71.2	92.6	142	Flucythrinate-2	75.2	80.3	217	Phthalide	86.4	95.8	292	Vinclozoline	84.8	92.7
68	Cyfluthrin-3	70.8	80.6	143	Fludioxonil	73.6	76.4	218	Picolinafen	72.5	91.4	293	XMC	41.5	74.2
69	Cyfluthrin-4	70.7	66.9	144	Flufenpyl-ethyl	82.9	103.0	219	Piperonyl butoxide	89.7	92.2	294	Zoxamide	82.5	ND
70	Cyhalofop-butyl	84.3	91.6	145	Flumiclorac-pentyl	79.9	98.3	220	Piperophos	109.0	129.5				
71	Cyhalothrin-1	70.1	90.9	146	Flumioxazin	102.4	75.8	221	Pirimicarb	54.9	53.7				
72	Cyhalothrin-2	75.0	80.1	147	Fluquinazone	96.1	107.0	222	Pirimiphos methyl	81.9	106.9				
73	Cypermethrin-1	71.6	79.6	148	Fluridone	86.2	86.2	223	Prinlacchlor	89.8	92.5				
74	Cypermethrin-2	70.1	92.5	149	Flusilazole	124.8	118.8	224	Procymidone	88.3	95.4				
75	Cypermethrin-3	63.1	60.3	150	Fluthiacet-methyl	80.2	99.2	225	Profenofos	86.1	101.6				

*PEG共注入標準溶液による絶対検量線を使用

回収率30%未満は ND

スタンダードNDは St-