

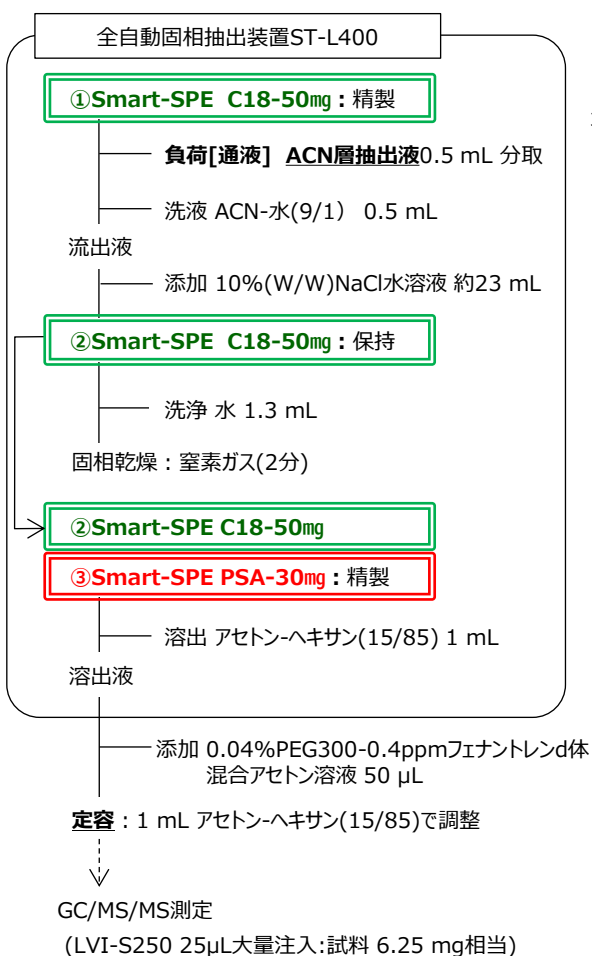
白菜塩漬

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** 5 g ※ ACN : アセトニトリル
- 添加 2 ppm 混合標準溶液 25 μ L
 - 添加 水 5 mL
 - 添加 ACN 10 mL
- ホモジナイズ 13,000 rpm, 1分
- 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

ACN層抽出液



結果

対象成分331成分のうち概ね9割以上の成分で良好な回収率と再現性が得られました。

実験方法

- 添加濃度 (試料中) : **0.01 ppm**
- 最終バイアル中濃度 : **2.5 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 : 2.5ppb(PEG共注入標準溶液、直線検量線)
 - ・20ppbフェナントレンド体/20ppmPEG /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確認 (定量値補正なし)
- 化合物検索ソフト : WILEY REGISTRY 12thEdition/NIST2020 Mass SpectralLibrary(WILEY)
- 使用機器 :



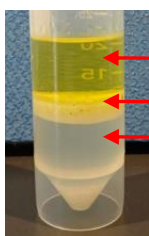
全自動固相抽出装置 ST-L400
(アイステイサイエンス)



大量注入装置 LVI-S250
(アイステイサイエンス)



JMS-TQ4000GC
(日本電子)



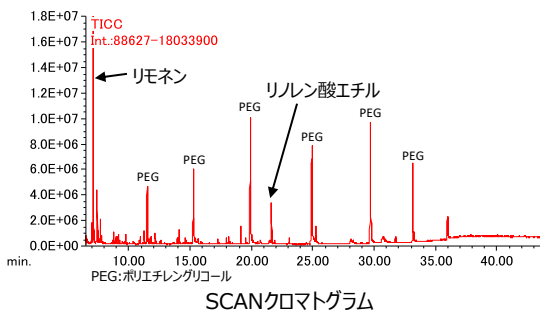
遠心分離後



精製後の固相

前処理ポイント

白菜塩漬は試料採取を5 gにすることでマトリックスを低減して分析しました。リモネンは原材料に含まれる柚子に由来すると推測されます。



全自動固相抽出装置 ST-L400 For STQ Method

Sample



Information

第47回 農薬残留分析研究会 講演要旨集 (p.215-224)

「STQ法による難試料中残留農薬分析の検討(3)」

島 三記絵¹⁾, 川上 正美¹⁾, 江 潤卿²⁾, 小西 賢治¹⁾, 松尾 俊介¹⁾, 斎藤 勲¹⁾
(¹⁾ 株式会社アイステイサイエンス, ²⁾ 日本電子株式会社)

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



株式会社アイステイサイエンス
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 ¹⁾ (%)	RSD (%)	No.	化合物名	回収率 ¹⁾ (%)	RSD (%)	No.	化合物名	回収率 ¹⁾ (%)	RSD (%)	No.	化合物名	回収率 ¹⁾ (%)	RSD (%)
1	2-Phenylphenol (OPP)	74	4.1	91	Di-Allate-1	91	2.8	181	Furilazole	91	6.2	271	Pyridaben	108	5.3
2	Acetochlor	95	5.8	92	Di-Allate-2	91	5.0	182	Halfenprox	93	2.3	272	Pyridafenthion	91	3.3
3	Acrinathrin	94	3.1	93	Diazinon	92	5.6	183	Hexaconazole	98	3.8	273	PyrifenoX-E	64	11.2
4	Alachlor	92	2.1	94	Dichlobenil	88	3.2	184	Hexazione	38	3.6	274	PyrifenoX-Z	77	12.4
5	Allidochlor	18	4.8	95	Dichlobutrazol	90	6.5	185	Imibenconazole	89	3.8	275	Pyrimethanil	74	5.1
6	Ametryn	70	6.3	96	Dichlofenthion	91	4.0	186	Indanofan	98	4.4	276	Pyrimidifen	76	3.6
7	Anilofos	89	3.5	97	Dichloran	91	4.5	187	Indoxacarb	87	3.1	277	Pyriminobac-Methyl-E	87	4.7
8	Atrazine	83	8.0	98	Dichlorvos	73	4.4	188	Iprobenfos	92	2.9	278	Pyriminobac-Methyl-Z	88	1.9
9	Azaconazole	76	4.7	99	Diclocymet-1	91	2.7	189	Iprodione	81	3.4	279	Pyriproxyfen	97	4.4
10	Azamethiphos	45	8.7	100	Diclocymet-2	91	5.0	190	Iprodione(Metabolite)	94	4.9	280	Pyroquilon	47	6.6
11	Azinphos-Ethyl	88	2.1	101	Diclofop-Methyl	93	4.1	191	Isazophos	85	3.3	281	Quinalphos	86	1.1
12	Azinphos-Methyl	102	4.9	102	Diethofencarb	100	5.2	192	Isocarboxphos	88	4.8	282	Quinoclamine	39	4.2
13	Azoxystrobin	91	6.2	103	Difenoconazole-1	87	0.9	193	Isocarbophos	91	2.5	283	Quinoxifen	81	2.7
14	Benalaxyl	99	3.6	104	Difenoconazole-2	88	1.1	194	Isufenphos Oxon	90	4.1	284	Quintozene	88	7.2
15	Benfluralin	84	8.6	105	Diiflufenican	92	3.2	195	Isoprocarb	84	3.6	285	Quizalofop-Ethyl	95	4.8
16	Benfuresate	90	4.6	106	Dimepiperate	83	3.6	196	Isoprotiholane	105	5.7	286	Resmethrin-1	91	14.2
17	Benoxacor	88	2.5	107	Dimethametryn	86	5.0	197	Isoxadifen-Ethyl	104	7.4	287	Resmethrin-2 (Bioresmethrin)	80	5.2
18	BHC(alpha)	87	3.6	108	Dimethenamid	92	2.3	198	Isioxathion	91	3.2	288	Salithion	89	3.0
19	BHC(beta)	87	5.7	109	Dimethomorph-1	87	3.8	199	Kresoxim-Methyl	92	4.1	289	Silafluofen	81	2.8
20	BHC(delta)	88	4.5	110	Dimethomorph-2	84	3.9	200	Lebacil	60	6.0	290	Simazine	48	7.4
21	BHC(gamma)	86	6.1	111	Dimethylvinphos-E	90	3.6	201	Leptophos	103	4.3	291	Simeconazole	83	6.3
22	Bifenazate	76	4.5	112	Dimethylvinphos-Z	88	6.9	202	Malathion	89	3.9	292	Simetryn	62	3.2
23	Bifenox	113	15.9	113	Diniconazole	81	5.2	203	Mcpa-Thioethyl	91	5.1	293	Spirodiclofen	73	5.2
24	Bifenthrin	88	3.1	114	Dioxathion	112	7.7	204	Mcpb-Ethyl	88	3.9	294	Spiroxamine-1	50	4.1
25	Biphenyl	89	2.6	115	Dioxathion(decomposit)	84	5.7	205	Mecarbam	88	7.8	295	Spiroxamine-2	55	4.9
26	Bitertanol-1	82	7.8	116	Diphenamid	92	2.8	206	Mefenacet	100	5.1	296	Sulfotep	90	5.3
27	Bitertanol-2	90	10.5	117	Diphenylamine	70	6.1	207	Mefenpyr-Diethyl	93	1.8	297	Sulprofos	82	3.6
28	Bromobutide	87	7.4	118	Disulfoton	85	5.9	208	Mepronil	95	4.5	298	Swep	95	3.3
29	Bromoconazole-1	86	4.4	119	Disulfoton Sulfone	82	3.1	209	Metalaxyl	87	3.7	299	TCMTB	8	9.5
30	Bromoconazole-2	90	5.5	120	Ditalimfos	85	2.2	210	Methacrifos	89	3.8	300	Tebuconazole	81	3.7
31	Bromofos Methyl	84	8.8	121	Dithiopyr	88	6.6	211	Methidathion	92	3.8	301	Tebufenpyrad	93	1.9
32	Bromophos-Ethyl	95	6.2	122	Edifenphos	90	2.6	212	Methoprene	83	5.9	302	Tebupirifos	87	1.7
33	Bromopropylate	88	4.6	123	Endosulfan Sulfate	105	9.1	213	Methoxychlor	93	1.9	303	Tecnazene	87	4.1
34	Bupirimate	85	5.2	124	Endosulfan(alpha)	78	12.1	214	Metolachlor	91	3.3	304	Tefluthrin	81	2.7
35	Buprofezin	82	8.4	125	Endosulfan(beta)	87	8.4	215	Metominostrobin-E	94	4.1	305	Terbacil	30	6.5
36	Butachlor	86	3.3	126	EPN	100	6.9	216	Metominostrobin-Z	82	4.0	306	Terbucarb	89	2.2
37	Butafenacil	106	5.1	127	Epoxiconazole	88	2.7	217	Metribuzin	31	17.7	307	Terbufos	89	2.6
38	Butamifos	95	3.8	128	EPTC	86	3.9	218	Molinate	95	3.2	308	Terbutryn	84	3.8
39	Butylate	85	3.1	129	Esprocarb	95	5.1	219	Myclobutanil	86	2.5	309	Tetrachlorvinphos	86	12.2
40	Cadusafos	88	3.5	130	Ethalfuralin	78	12.3	220	Napropamide	102	4.2	310	Tetraconazole	77	4.8
41	Cafenstrole	96	4.8	131	Ethion	87	3.1	221	Nitralin	86	6.1	311	Tetradifon	92	3.9
42	Cafentrazole Ethy	89	3.2	132	Ethofumesate	89	2.3	222	Nitrofen	91	4.5	312	Tetramethrin-1	90	2.8
43	Carbetamide	20	16.1	133	Ethoprophos	94	4.2	223	Nitrothol Isopropyl	94	5.4	313	Tetramethrin-2	97	2.9
44	Carbofenotion	92	5.8	134	Ethychlozate	50	9.6	224	Norflurazon	68	6.0	314	Thenylchlor	84	1.9
45	Carbofuran	67	5.6	135	Etobenzanid	105	3.4	225	Oxabetrinil	83	7.9	315	Thiobencarb	93	4.9
46	Carboxin	73	4.8	136	Etiofenprox	93	2.9	226	Oxadiazon	86	3.0	316	Thiometon	89	2.4
47	Chinomethionate	82	5.2	137	Etioazole	89	7.5	227	Oxadixyl	35	5.9	317	Tolclofos-Methyl	92	2.9
48	Chlorobenzoxinil	91	6.9	138	Etridiazole	91	3.5	228	Oxpoconazole	76	4.7	318	Tolfenpyrad	88	1.5
49	Chlorbenside	84	3.3	139	Etrifos	90	4.6	229	Oxpoconazole-Formyl	99	7.1	319	Triadimefon	82	1.4
50	Chlorbufam	88	4.9	140	Famoxadone	77	7.4	230	Oxyfluorfen	84	8.9	320	Triadimenol-1	71	9.0
51	Chlorothoxyphos	87	2.2	141	Fenamidone	87	4.6	231	Paclobutrazol	78	3.8	321	Triadimenol-2	72	8.2
52	Chlorfenapyr	104	6.8	142	Fenamiphos	77	4.1	232	Parathion	87	6.3	322	Triallat	86	3.7
53	Chlorfenson	98	2.9	143	Fenarimol	93	6.0	233	Parathion-Methyl	97	5.4	323	Triazophos	96	4.4
54	Chlorfenvinphos-E	105	3.5	144	Fenbuconazole	84	5.3	234	Penconazole	86	3.7	324	Tribuohs(DEF)	97	7.8
55	Chlorfenvinphos-Z	88	4.0	145	Fenchlorphos	86	2.3	235	Pendimethalin	107	4.6	325	Trifloxystrobin	91	5.0
56	Chlormefos	93	3.2	146	Fenitrothion	84	5.4	236	Pentoxazone	115	9.8	326	Trifluralin	95	4.0
57	Chlornitrofen(CNP)	102	3.4	147	Fenothiocarb	93	4.7	237	Permethrin-1	105	5.4	327	Uniconazole-P	80	5.2
58	Chlorobenzilate ²⁾	86	2.2	148	Fenoxanil-1,2	91	9.4	238	Permethrin-2	104	5.2	328	Vinclozolin	91	3.5
59	Chloroneb	90	2.6	149	Fenoxaprop-Ethyl	89	3.2	239	Perthane	87	4.4	329	XMC	81	3.1
60	Chloropropylate ²⁾	87	2.9	150	Fenoxycarb	87	6.8	240	Phenothrin-1	102	6.7	330	Xylcarb	79	1.9
61	Chlorothal-Dimethyl	95	2.5	151	Fenpropathrin	94	3.5	241	Phenothrin-2	101	5.2	331	Zoxamide	49	2.3
62	Chlorpropham	89	4.6	152	Fenpropimorph	76	3.9	242	Phenothoate	118	3.7				
63	Chlorpyrifos	90	3.7	153	Fensulfthion	78	2.1	243	Phorate	86	3.1				
64	Chlorpyrifos-Methyl	93	6.4	154	Fenthion	85	5.1	244	Phosalone	108	4.2				
65	Chlozolinate	89	7.1	155	Fenvalerate-1	85	3.7	245	Phosmet	92	4.7				
66	Cinidon-Ethyl	96	2.6	156	Fenvalerate-2(Esfenvalerate)	90	3.2	246	Phosphamidon-1	55	5.0				
67	Cinmethylin	105	4.0	157	Fipronil	96	6.7	247	Phosphamidon-2	63	4.6				
68	Cimazone	96	3.2	158	Flamprop-Methyl	94	4.9	248	Picolinafen	93	4.0				
69	Cloprop	109	7.6	159	Fluacrypyrim	91	4.3	249	Piperonyl Butoxide	91	2.8				
70	Cyme	18	6.9	160	Flucythrinate-1	92	5.4	250	Piperophos	91	6.5				
71	Cyanazine	48	6.6	161	Flucythrinate-2	91	2.8	251	Pirimiphos-Methyl	85	4.5				
72	Cyanophenphos	91	3.2	162	Fludioxonil	42	12.4	252	Pretilachlor	89	2.7				
73	Cyanophos	88	2.9	163	Flufenpyr-Ethyl	86	3.3	253	Procymidone	93	3.8				
74	Cyflufenamid	103	7.5	164	Flumiclorac-Pentyl	101	5.4	254	Profenofos	98	8.9				
75	Cyfluthrin-1	109	9.7	165	Flumioxazin	86	3.2	255	Prometryn	81	3.5				
76	Cyfluthrin-2	107	5.7	166	Fluquinconazole	97	5.1	256	Propachlor	78	6.5				
77	Cyfluthrin-3	97	8.5	167	Fluridon	53	6.7	257	Propanil	91	4.5				
78	Cyfluthrin-4	93	4.9	168	Flusilazole	83	5.1	258	Propaphos	85	3.8				
79	Cyhalofop-Butyl	98	2.2	169	Flusilazole(Metabolite)	90	8.0	259	Propargite-1,2	88	3.2				
80	Cyhalothrin-1	106	3.9	170	Fluthiacet-Methyl	103	9.7	260	Propazine	79	6.1				
81	Cyhalothrin-2	98	2.7	171	Flutolanil	85	3.2	261	Propiconazole-1	88	7.7				
82	Cypermethrin-1	93	5.0	172	Flutriafol	45	11.2	262	Propiconazole-2	87	2.8				
83	Cypermethrin-2	101	4.7	173	Fluvalinate-1	84	3.8	263	Propoxur	58	3.6				
84	Cypermethrin-3	101	5.5	174	Fluvalinate-2	91	4.2	264	Propyzamide	86	3.3				
85	Cypermethrin-4	95	5.1	175	Fonofos	86	2.7	265	Prothiofos	99	4.0				
86	Cyproconazole-1,2	83	3.5	176	Formothion	31	14.6	266	Pyraclafos	89	3.4				
87	Cyprodinil	88	3.4	177	Fosthiazate-1	93	8.4	267	Pyraclostrobin	106	3.8				
88	DCIP	78	3.0	178	Fosthiazate-2	63	13.9	268	Pyraflufen Ethyl	89	6.4				
89	Demeton-S-Methyl	67	4.0	179	Fthalide	103	4.1	269	Pyrazophos	106	4.0				
90	Dialifos	94	1.7	180	Furametpyr	104	5.0	270	Pyributicarb	93	2.8				

* 添加濃度：試料中0.01ppm

* 添加回収率はn=5の平均値

* RSD(%)はn=5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)フェナトリンド体による回収率の補正は行っていない

2)ChlorobenzilateとChloropropylateは分離不可のため合算