

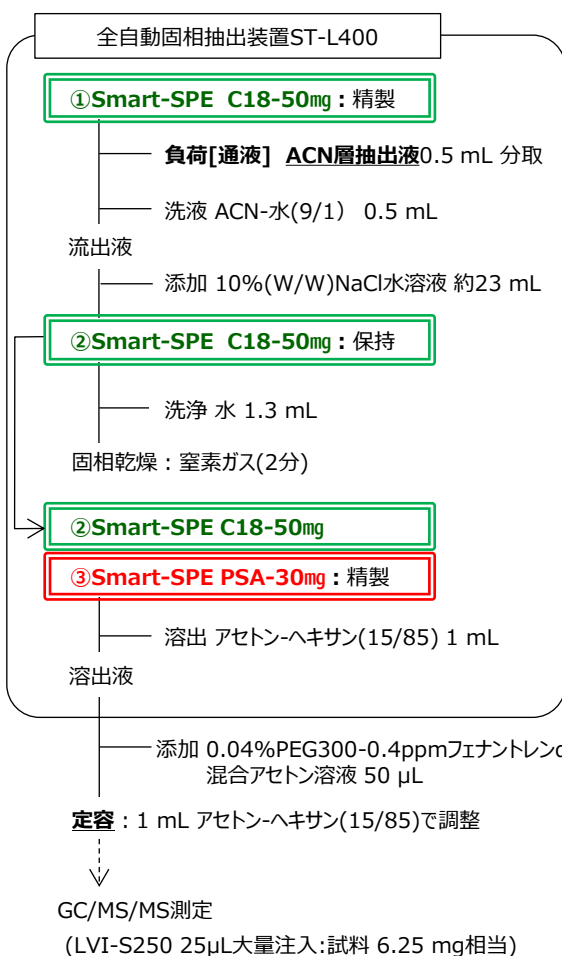
大根塩漬

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：



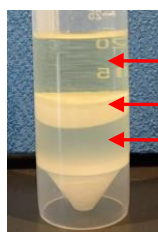
全自動固相抽出装置 ST-L400
(アイステイサイエンス)



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

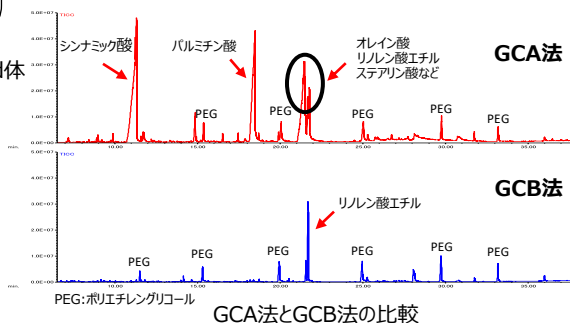


精製後の固相

前処理ポイント

大根塩漬では幅広い極性の成分を対象としたGCA法※と主に中極性から低極性の成分を対象としたGCB法で精製効果が大きく異なるという経緯があったため本アプリケーションではGCB法を採用しました。

※GCA法の詳細は弊社HP [STQ法ガイドブック](#) p.82をご覧ください。



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)	72	5.5	91	Di-Allate-1	83	4.4	181	Furilazole	88	4.6	271	Pyridaben	106	3.0
2	Acetochlor	79	8.5	92	Di-Allate-2	86	3.7	182	Halfenprox	104	2.1	272	Pyridafenthion	116	5.1
3	Acrinathrin	98	4.9	93	Diazinon	73	3.4	183	Hexaconazole	92	4.5	273	PyrifenoX-E	56	10.1
4	Alachlor	84	2.1	94	Dichlobenil	80	3.3	184	Hexazione	37	5.6	274	PyrifenoX-Z	62	11.6
5	Allidochlor	18	6.3	95	Dichlobutrazol	81	5.9	185	Imibiconazole	85	2.5	275	Pyrimethanil	69	7.6
6	Ametryn	69	7.2	96	Dichlofenthion	88	3.9	186	Indanofan	104	4.2	276	Pyrimidifen	71	4.1
7	Anilofos	100	4.1	97	Dichloran	90	4.1	187	Indoxacarb	81	3.4	277	Pyriminobac-Methyl-E	82	5.6
8	Atrazine	75	4.9	98	Dichlorvos	62	4.8	188	Iprobenfos	82	4.0	278	Pyriminobac-Methyl-Z	81	2.6
9	Azaconazole	67	2.6	99	Diclocymet-1	80	4.4	189	Iprodione	100	6.9	279	Pyriproxyfen	97	2.2
10	Azamethiphos	52	7.6	100	Diclocymet-2	90	7.6	190	Iprodione(Metabolite)	80	9.3	280	Pyroquilon	45	5.0
11	Azinphos-Ethyl	83	3.9	101	Diclofop-Methyl	88	3.8	191	Isazophos	79	6.9	281	Quinalphos	83	3.5
12	Azinphos-Methyl	117	6.6	102	Diethofencarb	75	4.6	192	Isocarboxphos	80	3.6	282	Quinoclamine	36	10.7
13	Azoxystrobin	88	4.8	103	Difenoconazole-1	85	4.0	193	Isofenphos	80	5.6	283	Quinoxifen	79	2.3
14	Benalaxyl	85	4.8	104	Difenoconazole-2	87	2.4	194	Isofenphos Oxon	85	4.1	284	Quintozene	77	12.7
15	Benfluralin	82	7.7	105	Diflufenican	91	4.0	195	Isoprocab	79	2.9	285	Quazalofop-Ethyl	95	1.8
16	Benfuresate	84	5.4	106	Dimepiperate	84	2.7	196	Isoprothiolane	97	9.0	286	Resmethrin-1	93	6.0
17	Benoxacor	84	6.4	107	Dimethametryn	71	6.6	197	Isoxadifen-Ethyl	95	9.0	287	Resmethrin-2 (Bioresmethrin)	94	2.2
18	BHC(alpha)	87	5.0	108	Dimethenamid	82	5.7	198	Isoxathion	82	4.8	288	Salithion	81	2.4
19	BHC(beta)	85	4.8	109	Dimethomorph-1	83	5.2	199	Kresoxim-Methyl	86	2.4	289	Silafluofen	79	4.8
20	BHC(delta)	87	3.4	110	Dimethomorph-2	78	5.1	200	Lenacil	59	5.7	290	Simazine	54	2.8
21	BHC(gamma)	84	3.5	111	Dimethylvinphos-E	88	6.6	201	Leptophos	103	3.6	291	Simeconazole	75	3.3
22	Bifenazate	78	14.1	112	Dimethylvinphos-Z	85	5.2	202	Malathion	86	4.9	292	Simetryn	57	6.4
23	Bifenox	122	6.0	113	Diniconazole	84	7.2	203	Mcpa-Thioethyl	84	5.0	293	Spirodiclofen	89	17.2
24	Bifenthrin	98	4.0	114	Dioxathion	120	6.7	204	Mcpb-Ethyl	83	5.2	294	Spiroxamine-1	47	4.0
25	Biphenyl	76	4.6	115	Dioxathion(decomposit)	80	7.0	205	Mecarbam	74	10.6	295	Spiroxamine-2	52	4.4
26	Bitertanol-1	88	7.2	116	Diphenamid	85	4.7	206	Mefenacet	106	4.0	296	Sulfotep	83	3.6
27	Bitertanol-2	94	10.9	117	Diphenylamine	79	3.0	207	Mefenpyr-Diethyl	97	2.7	297	Sulprofos	83	5.8
28	Bromobutide	90	7.9	118	Disulfoton	81	2.8	208	Mepronil	88	5.0	298	Swep	85	4.8
29	Bromoconazole-1	95	3.6	119	Disulfoton Sulfone	81	4.3	209	Metalaxyl	74	4.3	299	TCMTB	85	6.5
30	Bromoconazole-2	98	6.2	120	Ditalimfos	80	3.6	210	Methacrifos	82	4.3	300	Tebuconazole	74	2.9
31	Bromofos Methyl	94	9.2	121	Dithiopyr	84	9.0	211	Methidathion	89	3.8	301	Tebufenpyrad	96	5.0
32	Bromophos-Ethyl	88	2.5	122	Edifenphos	83	4.0	212	Methoprene	73	7.3	302	Tebupirifos	78	3.4
33	Bromopropylate	101	4.5	123	Endosulfan Sulfate	78	6.9	213	Methoxychlor	91	3.8	303	Tecnazene	83	7.1
34	Bupirimate	79	2.9	124	Endosulfan(alpha)	77	16.7	214	Metolachlor	89	3.5	304	Tefluthrin	77	3.5
35	Buprofezin	77	16.4	125	Endosulfan(beta)	94	2.9	215	Metominostrobin-E	89	6.1	305	Terbacil	27	9.5
36	Butachlor	81	5.6	126	EPN	104	7.8	216	Metominostrobin-Z	75	5.7	306	Terbucarb	83	5.1
37	Butafenacil	106	3.3	127	Epoiconazole	87	3.2	217	Metribuzin	24	3.1	307	Terbufos	82	5.1
38	Butamifos	87	4.0	128	EPTC	80	3.0	218	Molinate	84	5.4	308	Terbutryn	79	6.6
39	Butylate	78	2.4	129	Espocarb	90	2.6	219	Myclobutanil	80	3.8	309	Tetrachlorvinphos	82	15.1
40	Cadusafos	87	2.6	130	Ethalfuralin	97	17.6	220	Napropamide	92	4.7	310	Tetraconazole	87	3.9
41	Cafenstrole	94	3.5	131	Ethion	82	4.5	221	Nitralin	91	6.5	311	Tetradifon	97	2.4
42	Cafentrazone Ethy	84	3.2	132	Ethofumesate	84	4.0	222	Nitrofen	87	3.3	312	Tetramethrin-1	115	2.5
43	Carbetamide	23	12.7	133	Ethoprophos	83	3.4	223	Nitrothol Isopropyl	85	7.8	313	Tetramethrin-2	103	5.6
44	Carbofenotion	91	4.4	134	Ethychlozate	55	15.7	224	Norflurazon	65	5.9	314	Thenylchlor	82	5.6
45	Carbofuran	64	5.3	135	Etobenzanid	105	3.2	225	Oxabetrinil	75	9.1	315	Thiobencarb	85	3.4
46	Carboxine	76	5.8	136	Etofenprox	91	1.5	226	Oxadiazon	78	3.8	316	Thiometon	81	1.6
47	Chinomethionate	83	4.3	137	Ettoxazole	105	2.6	227	Oxadixyl	36	7.0	317	Tolclofos-Methyl	85	4.5
48	Chlormethoxyinil	101	5.3	138	Etridiazole	83	2.0	228	Oxpoconazole	67	9.0	318	Tolfenpyrad	84	5.4
49	Chlorbenside	84	3.0	139	Etrimfos	83	4.1	229	Oxpoconazole-Formyl	86	8.0	319	Triadimefon	81	3.4
50	Chlorbufam	85	6.0	140	Famoxadone	79	4.6	230	Oxyfluorfen	79	8.4	320	Triadimenol-1	68	3.2
51	Chlorethoxyphos	81	3.9	141	Fenamidone	91	8.7	231	Paclobutrazol	78	5.3	321	Triadimenol-2	74	8.3
52	Chlorfenapyr	76	6.0	142	Fenamiphos	82	5.6	232	Parathion	85	2.1	322	Triallat	88	4.8
53	Chlorfenson	94	2.6	143	Fenarimol	98	6.3	233	Parathion-Methyl	87	4.9	323	Triazophos	87	4.5
54	Chlorfenvinphos-E	84	1.9	144	Fenbuconazole	83	4.0	234	Penconazole	78	4.4	324	Tribuhos(DEF)	74	9.6
55	Chlorfenvinphos-Z	83	4.8	145	Fenchlorphos	83	0.4	235	Pendimethalin	89	6.1	325	Trifloxystrobin	80	4.4
56	Chlormefos	88	2.1	146	Fenitrothion	89	4.4	236	Pentoxazone	100	9.9	326	Trifluralin	86	3.7
57	Chlornitrofen(CNP)	90	5.7	147	Fenothiocarb	88	3.0	237	Permethrin-1	102	10.3	327	Uniconazole-P	79	6.0
58	Chlorobenzilate ²⁾	81	3.5	148	Fenoxanil-1,2	84	6.7	238	Permethrin-2	99	8.0	328	Vinclozolin	87	4.0
59	Chloroneb	85	1.6	149	Fenoxaprop-Ethyl	88	2.3	239	Perthane	83	5.1	329	XMC	77	3.2
60	Chloropropylate ²⁾	81	3.8	150	Fenoxycarb	65	5.9	240	Phenothrin-1	143	6.2	330	Xylcarb	75	3.8
61	Chlorothal-Dimethyl	85	7.8	151	Fenpropathrin	99	2.3	241	Phenothrin-2	113	4.4	331	Zoxamide	94	2.5
62	Chlorophoram	84	4.1	152	Fenpropimorph	72	4.1	242	Phenthoate	77	3.4				
63	Chlorpyrifos	84	4.6	153	Fensulfothion	75	3.1	243	Phorate	82	5.2				
64	Chlorpyrifos-Methyl	93	11.0	154	Fenthion	77	6.5	244	Phosalone	122	3.9				
65	Chlozolinate	83	6.3	155	Fenvalerate-1	80	3.1	245	Phosmet	114	3.6				
66	Cinidon-Ethyl	88	1.3	156	Fenvalerate-2(Esfenvalerate)	87	3.6	246	Phosphamidon-1	51	8.5				
67	Cinmethylin	99	14.8	157	Fipronil	82	5.7	247	Phosphamidon-2	68	11.7				
68	Clomazone	87	4.9	158	Flamprop-Methyl	89	3.6	248	Piclorafen	97	3.8				
69	Clomeprop	119	7.9	159	Fluacrypyrim	90	4.2	249	Piperonyl Butoxide	88	3.1				
70	Crymidine	17	2.2	160	Flucythrinate-1	93	1.8	250	Piperophos	115	4.7				
71	Cyanazine	52	8.9	161	Flucythrinate-2	93	2.7	251	Pirimiphos-Methyl	84	2.7				
72	Cyanophenphos	89	4.4	162	Fludioxonil	49	18.4	252	Pretlalachlor	87	5.3				
73	Cyanophos	82	4.6	163	Flufenpyr-Ethyl	91	4.1	253	Procyimidone	97	13.8				
74	Cyflufenamid	79	5.4	164	Flumidorac-Pentyl	78	4.0	254	Profenofos	91	9.1				
75	Cyfluthrin-1	93	4.0	165	Flumioxazin	84	4.4	255	Prometryn	76	3.7				
76	Cyfluthrin-2	99	5.4	166	Fluquinconazole	101	2.6	256	Propachlor	85	7.3				
77	Cyfluthrin-3	109	6.9	167	Fluridon	56	11.1	257	Propanil	82	5.1				
78	Cyfluthrin-4	97	4.1	168	Flusilazole	83	4.6	258	Propaphos	85	3.1				
79	Cyhalofop-Butyl	104	2.1	169	Flusilazole(Metabolite)	74	4.3	259	Propargite-1,2	91	8.4				
80	Cyhalothrin-1	113	3.6	170	Fluthiacet-Methyl	77	10.2	260	Propazine	83	4.4				
81	Cyhalothrin-2	102	3.9	171	Flutolanil	91	5.2	261	Propiconazole-1	77	6.1				
82	Cypermethrin-1	101	2.7	172	Flutriafol	49	11.4	262	Propiconazole-2	82	4.2				
83	Cypermethrin-2	105	2.5	173	Fluvalinate-1	84	5.0	263	Propoxur	53	4.7				
84	Cypermethrin-3	95	4.1	174	Fluvalinate-2	89	3.9	264	Propyzamide	81	1.8				
85	Cypermethrin-4	93	3.4	175	Fonofos	83	2.6	265	Prothiofos	99	8.0				
86	Cyproconazole-1,2	74	4.5	176	Formothion	35	11.5	266	Pyraclofos	86	3.5				
87	Cyprodinil	77	7.2	177	Fosthiazate-1	72	12.2	267	Pyraclostrobine	75	5.3				
88	DCIP	72	3.2	178	Fosthiazate-2	75	13.1	268	Pyraflufen Ethyl	80	5.3				
89	Demeton-S-Methyl	67	6.3	179	Fthalide	98	9.4	269	Pyrazophos	107	6.6				
90	Dialifos	87	4.6	180	Furametpyr	115	3.2	270	Pyributicarb	102	2.7				

* 添加濃度：試料中0.01ppm

* 添加回収率(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)フエントレンゲイ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