

きゅうりしょうゆ漬

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

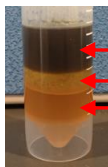
振とう溶解 10秒

— 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



遠心分離後

全自動固相抽出装置ST-L400

①Smart-SPE C18-50mg : 精製

— 負荷[通液] ACN層抽出液0.5 mL 分取

— 洗液 ACN-水(3/1) 0.5 mL

流出液

— 添加 10%(W/W)NaCl水溶液 約23 mL

②Smart-SPE C18-50mg : 保持

— 洗浄 水 1.3 mL

固相乾燥 : 窒素ガス(2分)



精製後の固相

②Smart-SPE C18-50mg

③Smart-SPE PSA-30mg : 精製

— 溶出 アセトン-ヘキサン(15/85) 1 mL

溶出液

— 添加 0.04%PEG300-0.4ppmフェナントレンD体
混合アセトン溶液 50 μ L

定容 : 1 mL アセトン-ヘキサン(15/85)で調整

GC/MS/MS測定

(LVI-S250 25 μ L大量注入:試料 6.25 mg相当)

結果

対象成分331成分のうち概ね9割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)

●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
(アイスティサイエンス)



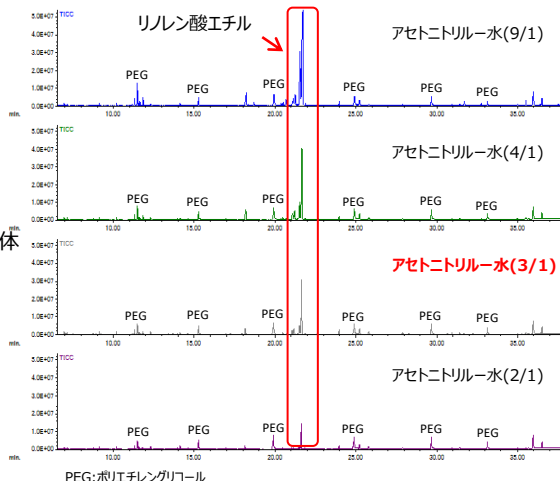
大量注入装置 LVI-S250
(アイスティサイエンス)



JMS-TQ4000GC
(日本電子)

前処理ポイント

きゅうりしょうゆ漬ではリノレン酸エチルが多く検出されました。これは原材料のしょうゆに由来すると推測されます。洗液のアセトニトリル比率を下げるによりその影響を低減することができました。しかしフルバリネートなど一部の成分で回収率がやや低くなる傾向がみられたため、精製効果と回収率のバランスからアセトニトリル-水(3/1)を選択しました。ただし極性の低いシラフルオフェンはこの条件でも回収率は42%となりました。これはC18-50(①)から十分に溶出されなかったからと考えられます。



洗液の溶媒比較 SCAN クロマトグラム



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⁾ 株式会社アイスティサイエンス, 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 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)	77	8.2	91	Di-Allate-1	94	4.6	181	Furilazole	78	8.5	271	Pyridaben	101	4.8
2	Acetochlor	91	4.0	92	Di-Allate-2	92	8.2	182	Halfenprox	69	8.8	272	Pyridafenthion	117	6.0
3	Acrinathrin	84	6.2	93	Diazinon	84	4.1	183	Hexaconazole	88	5.4	273	PyrifenoX-E	77	8.1
4	Alachlor	103	4.6	94	Dichlobenil	90	3.9	184	Hexazione	64	4.4	274	PyrifenoX-Z	76	11.5
5	Allidochlor	31	6.5	95	Dichlobutrazol	102	9.1	185	Imibenconazole	104	5.4	275	Pyrimethanil	73	4.7
6	Ametryn	84	4.4	96	Dichlofenthion	97	6.1	186	Indanofan	109	7.1	276	Pyrimidifen	76	2.9
7	Anilofos	116	4.3	97	Dichloran	89	4.7	187	Indoxacarb	104	4.4	277	Pyriminobac-Methyl-E	99	4.6
8	Atrazine	89	5.3	98	Dichlorvos	68	5.3	188	Iprobenfos	98	5.0	278	Pyriminobac-Methyl-Z	89	5.1
9	Azaconazole	80	3.0	99	Diclocymet-1	93	7.1	189	Iprodione	101	5.1	279	Pyriproxyfen	96	5.1
10	Azamectiphos	80	6.6	100	Diclocymet-2	95	7.8	190	Iprodione(Metabolite)	81	5.7	280	Pyroquilon	61	6.1
11	Azinphos-Ethyl	92	5.7	101	Diclofop-Methyl	98	5.1	191	Isazophos	80	11.7	281	Quinalphos	91	5.1
12	Azinphos-Methyl	115	3.4	102	Diethofencarb	93	8.5	192	Isocarboxphos	96	6.7	282	Quinoclamine	60	7.6
13	Azoxystrobin	98	3.8	103	Difenoconazole-1	95	4.7	193	Isophenphos	86	5.6	283	Quinoxifen	81	3.8
14	Benalaxyl	111	4.2	104	Difenoconazole-2	91	5.1	194	Isufenphos Oxon	106	6.7	284	Quintozene	98	4.6
15	Benfluralin	93	8.3	105	Diflufenican	107	4.7	195	Isoprocarb	87	5.2	285	Quizalofop-Ethyl	95	6.8
16	Benfuresate	94	4.0	106	Dimelipiperate	90	5.9	196	Isoprotiolane	98	4.7	286	Resmethrin-1	137	11.9
17	Benoxacor	87	5.8	107	Dimethametryn	82	6.1	197	Isoxadifen-Ethyl	124	7.6	287	Resmethrin-2 (Bioresmethrin)	60	8.5
18	BHC(alpha)	88	4.4	108	Dimethenamid	99	6.9	198	Isoxathion	102	4.9	288	Salithion	87	4.9
19	BHC(beta)	89	5.2	109	Dimethomorph-1	101	6.9	199	Kresoxim-Methyl	103	6.6	289	Silafluofen	42	4.8
20	BHC(delta)	98	3.8	110	Dimethomorph-2	101	5.7	200	Lenacil	75	5.1	290	Simazine	72	6.0
21	BHC(gamma)	92	8.9	111	Dimethylvinphos-E	99	3.5	201	Leptophos	87	5.3	291	Simeconazole	96	5.0
22	Bifenazate	125	7.0	112	Dimethylvinphos-Z	107	9.2	202	Malathion	102	6.0	292	Simetryn	76	4.0
23	Bifenox	126	11.8	113	Diniconazole	110	8.2	203	Mcpa-Thioethyl	97	4.5	293	Spirodiclofen	84	4.3
24	Bifenthrin	71	4.5	114	Dioxathion	109	7.2	204	Mcpb-Ethyl	92	8.0	294	Spiroxamine-1	67	3.8
25	Biphenyl	89	3.6	115	Dioxathion(decomposit)	79	4.2	205	Mecarbam	85	3.6	295	Spiroxamine-2	69	6.2
26	Bitertanol-1	89	5.3	116	Diphenamid	97	4.3	206	Mefenacet	104	5.9	296	Sulfotep	95	5.2
27	Bitertanol-2	93	8.9	117	Diphenylamine	99	7.1	207	Mefenpyr-Diethyl	106	3.8	297	Sulprofos	99	6.1
28	Bromobutide	102	7.2	118	Disulfoton	81	5.0	208	Mepronil	121	3.5	298	Swep	88	6.7
29	Bromoconazole-1	97	8.0	119	Disulfoton Sulfone	107	3.7	209	Metalaxyl	95	11.0	299	TCMTB	98	6.8
30	Bromoconazole-2	108	3.3	120	Ditalimfos	99	5.6	210	Methacrifos	91	4.9	300	Tebuconazole	89	4.7
31	Bromofos Methyl	102	5.5	121	Dithiopyr	90	9.5	211	Methidathion	98	4.3	301	Tebufenpyrad	112	3.8
32	Bromophos-Ethyl	88	6.8	122	Edifenphos	99	4.6	212	Methoprene	72	7.7	302	Tebupirimfos	92	6.6
33	Bromopropylate	98	5.9	123	Endosulfan Sulfate	77	10.7	213	Methoxychlor	101	10.7	303	Tecnazene	92	6.9
34	Bupirimate	91	6.1	124	Endosulfan(alpha)	96	12.8	214	Metolachlor	101	5.4	304	Tefluthrin	76	5.6
35	Buprofezin	104	11.1	125	Endosulfan(beta)	88	12.4	215	Metomastrobin-E	87	5.0	305	Terbacil	52	7.3
36	Butachlor	92	5.2	126	EPN	110	6.0	216	Metominostrobin-Z	94	7.8	306	Terbucarb	96	5.2
37	Butafenacil	109	4.7	127	Epoxiconazole	100	4.1	217	Metribuzin	55	21.6	307	Terbufos	82	4.3
38	Butamifos	112	6.5	128	EPTC	87	5.8	218	Molinate	90	2.8	308	Terbutryn	95	7.4
39	Butylate	84	7.3	129	Esprocarb	97	6.0	219	Myclobutanil	96	4.3	309	Tetrachlorvinphos	98	3.3
40	Cadusafos	94	4.8	130	Ethalfuralin	126	7.3	220	Napropamide	103	6.5	310	Tetraconazole	90	3.5
41	Cafenstrole	108	3.3	131	Ethion	101	6.8	221	Nitralin	100	8.8	311	Tetradifon	100	5.5
42	Cafentrazone Ethyl	108	7.7	132	Ethofumesate	95	3.9	222	Nitrofen	100	5.0	312	Tetramethrin-1	105	13.2
43	Carbetamide	33	10.7	133	Ethoprophos	99	5.5	223	Nitrothol Isopropyl	95	6.7	313	Tetramethrin-2	113	3.8
44	Carbofenotion	116	4.1	134	Ethychlozate	60	9.5	224	Norflurazon	78	4.2	314	Thenylchlor	93	4.7
45	Carbofuran	87	6.5	135	Etobenzanid	123	5.3	225	Oxabetrinil	71	10.0	315	Thiobencarb	101	4.9
46	Carboxine	75	7.4	136	Etofenprox	78	4.1	226	Oxadiazon	86	8.0	316	Thiometon	93	1.7
47	Chinomethionate	87	5.4	137	Ettoxazole	103	4.8	227	Oxodixyl	69	8.2	317	Tolclofos-Methyl	90	4.8
48	Chinomethoxyinil	111	8.6	138	Etridiazole	87	3.5	228	Oxopconazole	70	5.8	318	Tolifenpyrad	95	4.9
49	Chlorbenside	87	4.5	139	Etrifos	91	5.2	229	Oxopconazole-Formyl	100	6.9	319	Triadimefon	100	5.9
50	Chlorbufam	93	6.3	140	Famoxadone	88	8.1	230	Oxyfluorfen	102	11.4	320	Triadimenol-1	101	9.7
51	Chlorethoxyphos	89	5.5	141	Fenamidone	107	7.4	231	Propiconazol	94	5.1	321	Triadimenol-2	87	11.6
52	Chlorfenapyr	95	7.9	142	Fenamiphos	108	2.9	232	Parathion	99	7.4	322	Triallat	78	4.7
53	Chlorfenson	87	5.1	143	Fenarimol	109	6.0	233	Parathion-Methyl	102	4.0	323	Triazophos	105	5.9
54	Chlorfenvinphos-E	105	5.7	144	Fenbuconazole	94	5.5	234	Penconazole	83	3.5	324	Tribuhos(DEF)	82	6.4
55	Chlorfenvinphos-Z	95	4.6	145	Fenchlorphos	93	3.9	235	Pendimethalin	91	6.7	325	Trifloxystrobin	85	4.3
56	Chlormefos	92	4.3	146	Fenitrothion	102	4.8	236	Pentoxazone	99	13.1	326	Trifluralin	87	8.6
57	Chlorintofen(CNP)	107	4.6	147	Fenothiocarb	108	3.7	237	Permethrin-1	82	5.9	327	Uniconazole-P	103	6.3
58	Chlorobenzilate ²⁾	94	5.0	148	Fenoxanil-1,2	109	8.5	238	Permethrin-2	95	4.5	328	Vinclozolin	100	4.8
59	Chloroneb	89	4.5	149	Fenoxaprop-Ethyl	93	7.3	239	Perthane	86	5.2	329	XMC	87	5.6
60	Chloropropylate ²⁾	101	5.6	150	Fenoxycarb	55	10.4	240	Phenothrin-1	91	3.0	330	Xylylcarb	87	5.4
61	Chlorothal-Dimethyl	92	2.7	151	Fenpropathrin	94	5.7	241	Phenothrin-2	86	3.5	331	Zoxamide	108	4.6
62	Chlorpropham	94	5.2	152	Fenpropimorph	82	4.2	242	Penthothate	117	28.2				
63	Chlorpyrifos	93	7.5	153	Fensulfothion	92	5.6	243	Phorate	91	4.9				
64	Chlorpyrifos-Methyl	101	6.5	154	Fenthion	94	10.2	244	Phosalone	119	5.4				
65	Chlorzolinate	78	4.0	155	Fenvalerate-1	87	5.3	245	Phosmet	103	5.3				
66	Cinidon-Ethyl	100	4.3	156	Fenvalerate-2(Esfenvalerate)	81	5.7	246	Phosphamidon-1	77	10.0				
67	Cinmethylin	93	5.0	157	Fipronil	83	9.6	247	Phosphamidon-2	97	6.1				
68	Clomazone	87	3.9	158	Flamprop-Methyl	98	7.0	248	Picolinafen	109	5.2				
69	Cloprop	107	5.4	159	Fluacrypyrim	122	8.3	249	Piperonyl Butoxide	100	6.3				
70	Cymepride	25	6.0	160	Flucythrinate-1	95	4.7	250	Piperophos	121	5.2				
71	Cyanazine	70	9.4	161	Flucythrinate-2	97	3.7	251	Pirimiphos-Methyl	93	4.0				
72	Cyanophenphos	110	5.0	162	Fludioxonil	51	18.6	252	Pretilachlor	92	13.2				
73	Cyanophos	87	5.0	163	Flufenpyr-Ethyl	101	2.8	253	Procymidone	72	24.7				
74	Cyflufenamid	75	14.3	164	Flumiclorac-Pentyl	116	7.6	254	Profenofos	111	6.7				
75	Cyfluthrin-1	105	6.7	165	Flumioxazin	93	4.0	255	Prometryn	93	4.7				
76	Cyfluthrin-2	109	5.4	166	Fluquinconazole	108	6.3	256	Propachlor	110	15.9				
77	Cyfluthrin-3	101	10.0	167	Fluridon	61	9.4	257	Propanil	94	7.5				
78	Cyfluthrin-4	105	7.5	168	Flusilazole	97	3.2	258	Propaphos	93	5.8				
79	Cyhalofop-Butyl	107	3.5	169	Flusilazole(Metabolite)	90	12.2	259	Propargite-1,2	83	19.6				
80	Cyhalothrin-1	101	7.2	170	Fluthiacet-Methyl	110	8.8	260	Propazine	94	5.3				
81	Cyhalothrin-2	121	7.0	171	Flutolanil	95	3.5	261	Propiconazole-1	84	6.4				
82	Cypermethrin-1	105	6.1	172	Flutriafol	69	11.3	262	Propiconazole-2	87	7.2				
83	Cypermethrin-2	110	4.5	173	Fluvalinate-1	78	5.5	263	Propoxur	76	7.2				
84	Cypermethrin-3	105	13.0	174	Fluvalinate-2	83	6.2	264	Propyzamide	84	4.4				
85	Cypermethrin-4	90	7.4	175	Fonofos	90	6.0	265	Prothiofos	80	8.4				
86	Cyproconazole-1,2	106	4.1	176	Formothion	59	12.8	266	Pyraclofos	91	4.9				
87	Cyprodinil	84	6.6	177	Fosthiazate-1	90	9.6	267	Pyraclostrobine	111	8.7				
88	DCIP	84	3.7	178	Fosthiazate-2	129	4.9	268	Pyraflufen Ethyl	86	4.3				
89	Demeton-S-Methyl	78	7.0	179	Fthalide	101	5.5	269	Szaphos	116	4.3				
90	Dialifos	92	7.2	180	Furametpyr	107	3.6	270	Pyributicarb	107	5.3				

* 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)フェナントリン-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