

残留農薬の迅速前処理

QuEChERS法

昭和電工株式会社

<http://www.autoprep.jp>

残留農薬の迅速前処理

QuEChERS法＋多機能カラム

- ①測定原理
- ②プロトコル
- ③応用例
- ④製品仕様

①測定原理

全体の流れ

0分
↓
30分
↓
40分
↓
60分

抽出

コンディショニングなし↓

多機能カラムによるク
リーンアップ

分取

トルエン転溶

GC/MS測定

SIM

QuEChERS法

農薬の分解抑制
+
脱水

クリーンアップ

多機能
カラム

抽出液

クリーンアップ

分析へ

①測定原理

QuEChERS法

Autoprep[®]

Qu (速い) **E** (簡単) **Ch** (廉価) **E** (効果的) **R** (堅牢) **S** (安全) 法



すばやく振とう



遠心



上澄を採る

10 g 食品サンプル
10 mL 抽出溶媒
4 g MgSO₄
+ クリーンアップを助けるための各種充填材

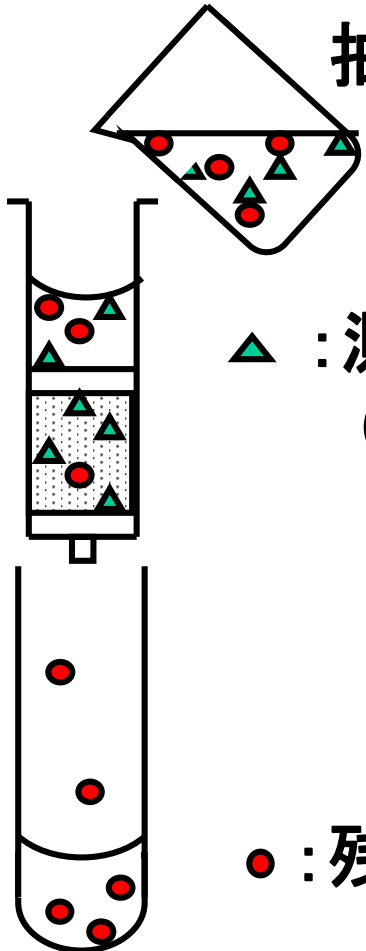
妨害成分の少ないサンプルでは
上澄をそのまま
機器分析可能

①測定原理

多機能カラムによるクリーンアップ



抽出： 野菜, 果物 / アセトニトリル溶媒



▲ : 測定妨害成分を**多機能カラム**で捕集
(カラムはコンディショニングなし)

脂肪酸.....アミノゲルによる捕集

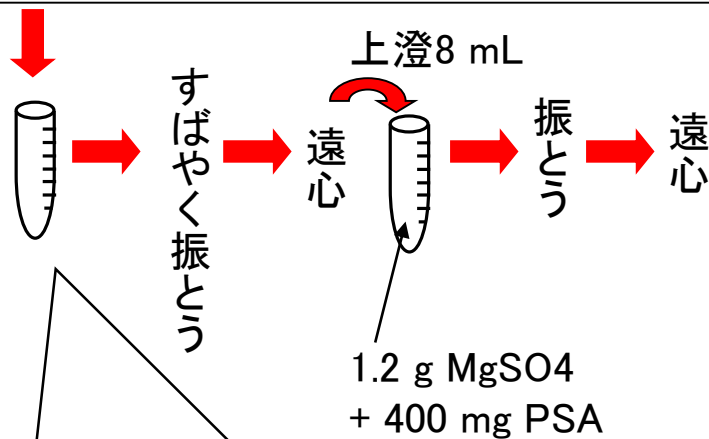
イオン性物質の捕集.....イオン交換

色素の捕集.....イオン交換、分配吸着

● : 残留農薬

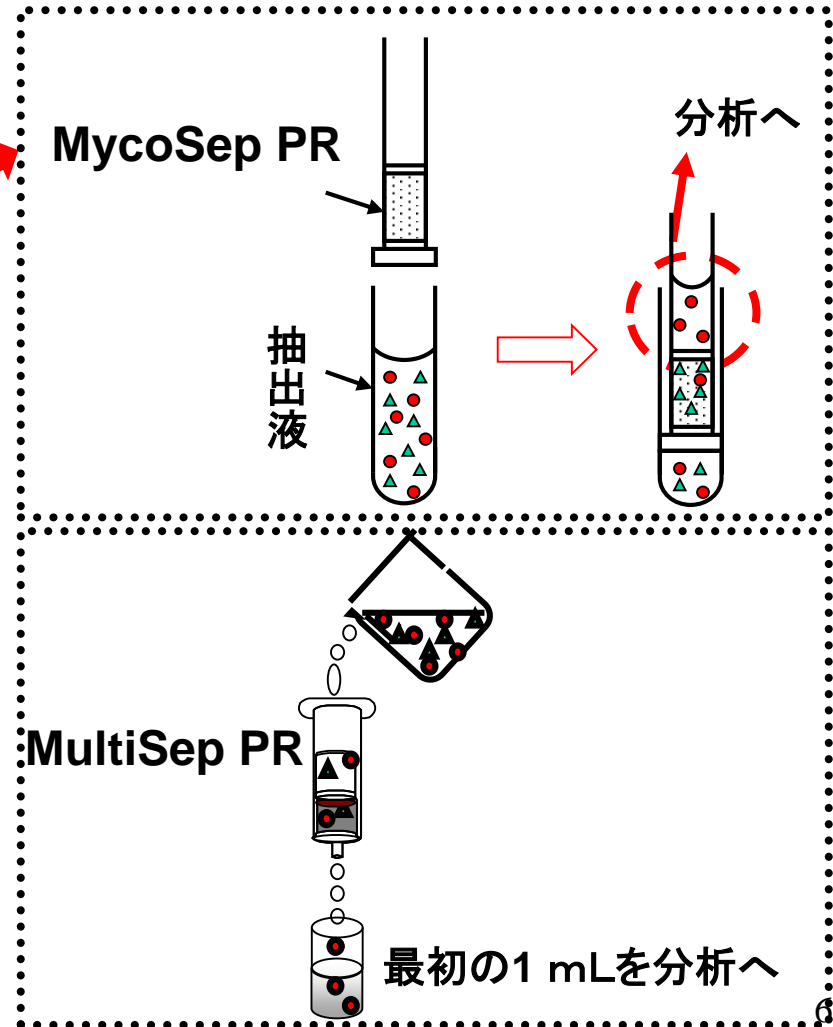
QuEChERS法 と 多機能カラムの組み合わせ

10 g サンプル
10 mL 溶媒 (99/1 = アセトニトリル/酢酸)
4 g MgSO₄ + 1.66 g 酢酸ナトリウム



アルカリ性で分解しやすい農薬¹⁾:
分解を防ぐために、レタスのような非酸性サンプルの場合には、抽出時の酢酸および酢酸アンモニウム添加が有効。
1) キャプタン、ホルペット、クロロタロニル、ジクロロフルアニドなど

多機能カラムによるクリーンアップ



100農薬の添加回収試験



レタス
粗抽出液



MultiSep
処理後



ENVI-Carb
処理後

洋ナシ、レタス、オレンジに100農薬を添加 n=5
(各添加量 0.05 mg/kg)

QuEChERS法で
得られた上澄

多機能カラム

MycoSep® PR

コンディショニング
不要

最初の1 mL分取

農薬はカラムを
素通りする

トルエン転溶

GC/MS測定

グラファイトカーボン

ENVI-Carb (500 mg/6mL)

コンディショニング有り

溶出

カラムに保持された農薬を溶出する。
溶出溶媒：
アセトニトリル:トルエン=3:1
溶出容量: 5 mL

トルエン転溶

GC/MS測定

③応用例

GC/MS測定例(2/5)

		回収率：120%以上				回収率：80%以下				RSD：20%以上			
添加 (n=5) 各0.05mg/kg		洋ナシ				レタス				オレンジ			
		MycoSep PR		EnviCar b		MycoSep PR		EnviCar b		MycoSep PR		EnviCar b	
		回収率%	RSD (%)	回収率%	RSD (%)	回収率%	RSD (%)	回収率%	RSD (%)	回収率%	RSD (%)	回収率%	RSD (%)
1	2-phenylphenol	89	4	133	8	82	6	113	5	87	19	85	15
2	atrazine	94	4	118	4	88	5	111	5	82	13	89	12
3	azinphos-methyl	106	4	61	96	98	8	103	30	84	10	83	11
4	azoxystrobin	113	6	111	5	104	1	112	1	97	11	92	11
5	bendiocarb	97	4	88	28	82	3	109	12	70	32	89	11
6	bifenthrin	82	4	117	3	78	5	108	2	78	11	93	11
7	biphenyl	75	31	125	14	66	46	129	10	49	75	74	21
8	bromopropylate	94	3	120	5	87	4	112	2	86	10	92	11
9	bupirimate	103	2	120	6	96	2	109	2	90	12	90	10
10	buprofezin	91	2	120	5	88	3	110	3	85	11	92	9
11	captan	105	3	93	22	101	3	112	7	89	12	89	11
12	chlorfenvinphos sum	101	2	119	2	95	2	109	4	91	11	95	10
13	chlorpropham	89	3	127	6	84	4	112	6	85	15	88	14
14	chlorpyrifos	80	5	116	2	77	7	109	6	80	13	91	15
15	chlorpyrifos-methyl	96	3	117	5	89	8	115	4	85	17	88	10
16	chlozolate	109	2	96	25	101	1	109	3	95	11	93	11
17	cyfluthrin sum	89	5	81	46	80	5	99	5	90	12	91	10
18	cyhalothrin-lambda	102	6	83	43	94	1	115	13	84	11	98	11
19	cypermethrin sum	75	23	105	22	96	1	106	4	84	18	93	10
20	DDD-pp + DDT-op''	91	3	101	16	84	1	106	3	82	9	92	10
21	DDE-pp	79	3	138	20	72	4	107	10	72	14	82	10
22	DDT-pp	89	3	88	29	80	5	116	5	78	9	97	12
23	deltamethrin	94	5	74	63	88	2	127	12	82	15	96	17
24	diazinon	89	3	123	8	88	2	111	5	82	15	90	14
25	dichlofluanid	141	4	88	83	108	6	93	19	59	71	71	45

③ 応用例

GC/MS測定例(3/5)

Autoprep®

		回収率：120%以上				回収率：80%以下				RSD：20%以上			
添加 (n=5) 各0.05mg/kg		洋ナシ				レタス				オレンジ			
		MycoSep PR		EnviCar b		MycoSep PR		EnviCar b		MycoSep PR		EnviCar b	
		回収率%	RSD (%)	回収率%	RSD (%)	回収率%	RSD (%)	回収率%	RSD (%)	回収率%	RSD (%)	回収率%	RSD (%)
26	dichlorvos	92	15	135	14	65	18	118	16	70	49	72	20
27	dicloran	87	4	126	5	82	4	111	10	79	14	85	18
28	dimethoate	99	6	87	34	98	4	106	20	87	13	83	7
29	e-chlorfenvinphos	95	4	120	3	95	4	113	2	90	11	92	9
30	endosulfan (I)	91	3	119	2	83	6	Poor peak	/	82	14	89	12
31	endosulfan (II)	98	3	99	18	94	2	112	4	91	13	93	11
32	endosulfan-sulfate	106	3	72	86	101	3	128	24	89	18	95	12
33	ethion	87	6	109	6	87	4	109	2	90	9	94	10
34	ethofumesate	109	2	123	5	103	2	113	6	97	12	89	9
35	ethoprophos	92	2	125	7	86	10	117	5	79	20	81	11
36	etrimfos	89	3	122	3	89	3	110	4	88	14	91	14
37	fenarimol	84	3	119	5	81	5	106	2	82	13	88	11
38	fenitrothion	99	4	108	16	96	7	119	5	95	15	86	10
39	fenpropathrin	96	4	116	1	92	4	117	5	87	10	92	10
40	fenvalerate sum	105	4	90	34	93	1	111	5	85	8	89	11
41	flucythrinate sum	99	4	87	39	97	3	114	5	96	11	93	10
42	flurochloridone trans	101	2	85	38	97	5	112	11	93	11	90	11
43	flusilazole	99	2	119	4	90	6	111	3	86	11	90	10
44	fonofos	88	3	124	7	86	5	108	5	82	16	88	15
45	gamma-HCH'	102	4	117	4	88	10	119	6	88	17	87	11
46	heptenophos	102	3	126	6	89	8	118	5	84	21	82	12
47	hexachlorobenzene	53	6	1	48	41	11	13	64	46	28	6	69
48	iprodione	98	4	68	66	90	2	116	14	64	61	93	11
49	isofenphos	97	2	118	4	93	3	112	4	89	9	92	13
50	kresoxim-methyl	95	3	117	4	95	6	111	2	94	11	92	11

③応用例

GC/MS測定例(4/5)

		回収率：120%以上				回収率：80%以下				RSD：20%以上			
添加 (n=5) 各0.05mg/kg		洋ナシ				レタス				オレンジ			
		MycoSep PR		EnviCar b		MycoSep PR		EnviCar b		MycoSep PR		EnviCar b	
		回収率%	RSD (%)	回収率%	RSD (%)	回収率%	RSD (%)	回収率%	RSD (%)	回収率%	RSD (%)	回収率%	RSD (%)
51	malaoxon	102	4	84	38	102	5	115	12	93	12	92	12
52	malathion	99	2	99	21	98	5	113	9	95	14	84	8
53	metalaxyl	102	2	118	4	95	4	113	2	86	11	90	12
54	methacrifos	102	6	125	11	87	16	123	5	82	28	76	18
55	methidathion	105	2	85	37	99	3	112	14	94	12	90	9
56	methiocarb	106	3	64	73	88	4	123	14	63	79	89	12
57	metoxuron	109	3	102	20	94	4	111	4	86	12	89	11
58	metribuzin	96	3	118	0	92	4	101	10	92	12	86	15
59	myclobutanil	89	5	117	4	90	10	110	2	93	13	90	12
60	napropamide	97	3	119	5	95	2	112	4	90	11	91	10
61	nitrothal-isopropyl	96	2	113	7	92	4	122	5	91	13	87	9
62	ofurace	106	4	85	36	99	4	113	9	96	12	89	12
63	oxadixyl	102	2	111	2	96	3	111	2	91	11	88	11
64	paclobutrazole	90	6	118	5	82	9	112	2	87	13	90	11
65	parathion-ethyl	96	2	115	7	94	5	120	6	94	13	85	9
66	parathion-methyl	97	2	107	19	94	10	121	4	93	16	85	10
67	penconazole	82	3	119	6	77	4	114	4	77	11	89	10
68	pendimethalin	79	2	116	3	79	6	112	7	85	12	92	17
69	pentachloroaniline	70	5	92	7	65	3	84	6	72	13	74	17
70	permethrin sum	92	4	120	4	85	5	109	3	82	8	92	10
71	phenthoate	106	3	101	16	96	1	107	5	89	9	93	12
72	phosalone	99	3	78	49	96	5	115	13	94	11	97	11
73	phosmet	105	2	59	98	101	5	120	23	93	12	93	12
74	phosphamidon sum	98	2	102	18	97	5	112	8	89	12	93	10
75	pirimicarb	94	2	122	5	91	6	111	6	86	17	85	9

③ 応用例

GC/MS測定例(5/5)

添加 (n=5) 各0.05mg/kg	回収率 : 120%以上				回収率 : 80%以下				RSD : 20%以上				
	洋ナシ				レタス				オレンジ				
	MycoSep PR		EnviCar b		MycoSep PR		EnviCar b		MycoSep PR		EnviCar b		
	回収率%	RSD (%)	回収率%	RSD (%)	回収率%	RSD (%)	回収率%	RSD (%)	回収率%	RSD (%)	回収率%	RSD (%)	
76	pirimiphos-ethyl	90	2	123	5	86	6	113	6	85	15	86	9
77	pirimiphos-methyl	87	4	118	2	84	4	109	6	83	13	90	14
78	profenofos	69	3	106	6	84	6	94	14	85	19	108	45
79	prometryn	95	1	121	5	91	5	109	4	88	14	86	9
80	propanil	100	2	121	5	95	3	114	4	88	12	90	11
81	propargite	65	4	109	4	78	16	119	3	94	17	95	17
82	propham	96	7	138	11	81	9	112	7	84	21	81	16
83	propiconazole sum	83	3	119	4	80	7	112	9	79	12	92	11
84	propoxur	97	4	113	11	90	11	118	7	90	21	79	9
85	propyzamide	99	2	125	5	95	7	117	6	92	14	88	10
86	prothiofos	77	3	114	2	73	4	107	4	75	8	92	12
87	pyradaphenthion	89	4	88	35	96	7	108	14	91	11	95	12
88	pyrazaphos	98	7	77	22	92	4	93	9	94	15	84	14
89	pyrimethanil	86	3	121	5	85	8	113	7	80	18	81	10
90	quinalphos	100	2	112	4	91	2	109	5	87	9	90	12
91	quintozene	83	2	120	4	73	8	117	4	74	19	84	12
92	simazine	99	4	120	4	91	3	122	5	82	12	90	11
93	tebuconazole	74	4	139	14	68	9	112	4	81	14	92	10
94	tecnazene	81	7	135	10	72	7	107	8	72	26	81	17
95	tetrachlorvinphos	106	2	88	34	100	2	108	11	87	11	90	11
96	tetradifon	101	4	114	3	91	2	110	2	87	10	90	10
97	tolclofos-methyl	90	4	117	2	87	3	108	5	85	13	89	14
98	tolyfluanid	115	6	99	52	106	3	140	8	94	16	96	9
99	triazaphos	99	1	94	21	95	7	106	7	93	10	93	12
100	trifluralin	100	3	122	7	88	11	121	7	86	19	87	11
101	vinclozolin	97	5	124	4	91	3	110	6	91	13	90	12

④製品仕様

多機能カラム

Autoprep®

*別途、消費税を申し受けます。

品名	本数/箱	カートリッジ形状	希望小売価格*	カタログナンバー
MycoSep® PR	25	マイコセップ型	42,000	R905 0300
MultiSep™ PR	25	シリンジ型	42,000	R905 9300

充填材: 多機能充填材

MycoSep®はRomer Labs社の登録商標です。

