

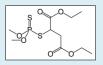
全自動固相抽出装置 ST-L300

Sample



Information

Malathion



分子量:330.3 分子式:C₁₀H₁₉O₆PS₂ LogPow:2.75

沸点:

156-157℃/0.7mmHg

STQ法:

method

Solid phase extraction
Tequnich with
QuEChERS

AISTI SCIENCE

Product

Smart-SPE LVI-S200 ST-L300 凍結粉砕キット

分析者

小西賢治

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

はじめに

2013年12月に冷凍食品中から高濃度のマラチオンが検出され、全国的な問題となりました。弊社製品の大量注入口装置LVI-S200と全自動固相抽出装置ST-L300を組み合わせることにより加工食品中の残留農薬の迅速分析が可能です。さらに、ドライアイス凍結粉砕と組み合わせることで、良好な均一化が得られ、少量試料のサンプリングが可能となります。

残留農薬迅速一斉分析法STQ法をマラチオン分析用にアレンジし、脂分が多く含まれる加工食品からの抽出効率の向上を目的として抽出溶媒にアセトンを使用しています。

前処理フロー

クエン酸3Na2水和物 1g クエン酸水素2Na1.5水和物 0.5g MgSO₄(無水硫酸マグキシウム)4g

撹拌 (手で振とう 1分間)

遠心分離 (3500rpm 5分間)

アセトン層(冷凍1時間)

分取1mL

— アセトニトリル-水(1/1) 1mL

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 ST-L300** =

固相 C18-30 mg : 精製

─ 洗液 アセトニトリル-水(1/1)1mL

流出液 **─水20mL**

| |固相 C18-50mg : 保持

| 乾燥(窒素ガス 3分)

連結固相 SAX-30mg+PSA-30mg :精製

一溶出 アセトン-ヘキサン(1/9)1mL

溶出液

─1ppmフェナントレンd体+0.1%PEG(300)/アセトン 20uL

定容(1 mL, アセトン/ヘキサンで調製)

GC/MS(LVI-S200 大量注入25 uL: 試料6.25mg相当)

分析条件

試料:冷凍カニクリームコロッケ

添加濃度:0.01ppm

固相:Smart-SPE(AiSTI製)

自動前処理装置:ST-L300(AiSTI製)

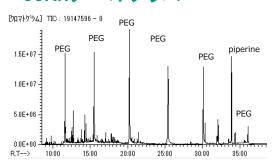
GC大量注入口装置:LVI-S200(AiSTI製)

GC:Agilent 6890N(Agilent製)

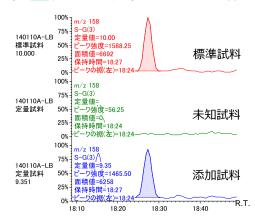
MS: Q1000GC(JEOL製)

Column: BPX5, 0.25mm i.d.x30m, df; 0.25um

SCANクロマトグラム



定量クロマトグラム(試料中 0.01ppm)



結果

冷凍クリームコロッケの添加回収試験における 回収率は94%程度で、夾雑成分による妨害も見られま せんでした。胡椒由来と思われるpiperineのピークが検 出されましたが、定量を妨害するものではありませんで した。