

# 冷凍お好み焼き

## STQ-GC-B1法（全自動固相抽出装置ST-L400）

### 前処理フロー

試料 5g 採取

—2ppm混合標準溶液 50 $\mu$ L

—水 7mL(膨潤 15分間)

—アセトニトリル 10mL

ホモジナイズ(13000rpm 1分間)

—NaCl(食塩) 1g

クエン酸3Na<sub>2</sub>水和物 1g

クエン酸水素2Na<sub>1.5</sub>水和物 0.5g

MgSO<sub>4</sub>(無水硫酸マグネシウム) 4g

攪拌(手で振とう 1分間)

遠心分離(3500rpm 5分間)

アセトニトリル層

分取 2mL

試料瓶(自動前処理装置にセット)

分取 0.5mL = 自動前処理装置 ST-L400

約12分/検体

Smart-SPE C18-50mg : 精製

—洗液 アセトニトリル-水(9/1) 0.4mL

流出液

—10%食塩水 12mL

Smart-SPE C18-50mg : 保持

水洗浄 2mL

乾燥(窒素ガス 2分間)

Smart-SPE 連結PSA-30mg : 精製

—溶出 アセトン-ヘキサン(15/85) 1mL

溶出液

—1ppmフェナントレンd体+0.1%PEG300  
/アセトン 20 $\mu$ L

定容

(1mL,アセトン-ヘキサン(15/85)で調整)

GC-MS/MS

(LVI-S250大量注入25 $\mu$ L:試料6.25mg相当)

### 実験方法

- 粉砕方法 予冷式ドライアイス凍結粉砕法
- 添加濃度(試料中): 0.02ppm
- 最終バイアル中濃度: 5ppb
- 標準溶液: \*いずれも林純薬工業製
  - PL2005農薬GC/MS MIX-  
No. I, II, III, IV, V, VI, 7
- 検量線:
  - PEG共注入標準溶液、直線検量線
  - 1点: 5ppb
  - 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  
(定量値補正せず)
- 測定条件:
- 使用機器:



GCMS-TQ8040(島津製作所)

- 注入口: LVI-S250  
(アイスティサイエンス)
- 注入口昇温条件  
70 $^{\circ}$ C (0.16min)  $\rightarrow$  120 $^{\circ}$ C/min  $\rightarrow$  240 $^{\circ}$ C  
(0min)  $\rightarrow$  50 $^{\circ}$ C/min  $\rightarrow$  290 $^{\circ}$ C (26min)
- 注入量: 25  $\mu$ L
- カラム: Rxi-5Sil MS  
0.25 mm I.D.  $\times$  30 m df; 0.25  $\mu$ m
- GC昇温条件:  
60 $^{\circ}$ C (4min)  $\rightarrow$  25 $^{\circ}$ C/min  $\rightarrow$  125 (0min)  
 $\rightarrow$  10 $^{\circ}$ C/min  $\rightarrow$  310 $^{\circ}$ C (8min)
- 注入モード: 大量注入法
- 溶媒排出流量: 150 mL/min
- 溶媒排出圧力: 70 kPa
- 溶媒排出総時間: 0.16 min
- イオン源温度: 250 $^{\circ}$ C
- GCITF温度: 290 $^{\circ}$ C
- MS条件: MRM
- GC/MS残留農薬分析用データベース  
Smart Pesticides Database



ST-L400

For STQ Method

### Sample



### Information

水分 : 55%

試料を予冷式ドライ  
アイス凍結粉砕法  
にて粉砕

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

〒640-8390  
和歌山市有本18-3  
TEL. 073-475-0033  
FAX. 073-497-5011

www.aisti.co.jp

Table with 4 columns: No., 化合物名, 回収率 (%), RSD (%). Contains multiple rows of chemical analysis data for various compounds.

\*PEG共注入標準溶液による絶対検量線を使用
\*添加回収率はn=5の平均値

\*LC: LC対象化合物
\*添加濃度: 試料中0.02ppm

※1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4-エチルフェニル)エタ