

# 甘夏

## STQ-GC-B1法（全自動固相抽出装置ST-L400）

### 前処理フロー

試料 10g 採取

—2ppm混合標準溶液 50 $\mu$ L

—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3Na2水和物 1g

クエン酸水素2Na1.5水和物 0.5g

MgSO<sub>4</sub>（無水硫酸マグネシウム）4g

撈拌（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GCK-20mg+PSA-30mg：精製

—溶出 トルエン-アセトン-ヘキサン  
（5/15/80）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,トルエン-アセトン-ヘキサン  
（5/15/85）で調整）

GC-MS/MS

（LVI-S250大量注入25 $\mu$ L：試料12.5mg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）：0.01ppm
- 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（トルエン-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.×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 : 88.6%  
脂質 : 0.1%  
脂肪酸 : 0%  
たんぱく質 : 0.9%

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

