

# 玄米

## STQ-GC-B1法 (全自動固相抽出装置ST-L400)



全自動固相抽出装置  
**ST-L400**  
For STQ Method

### 前処理フロー

- 粉碎
  - 試料 5g 採取
    - 2ppm混合標準溶液 50 $\mu$ L
    - 水 10mL(膨潤 15分間)
    - アセトニトリル 10mL
  - ホモジナイズ(13,000rpm 1分間)
    - 塩化ナトリウム 1g
    - クエン酸3Na2水和物 1g
    - クエン酸水素2Na1.5水和物 0.5g
    - 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 (3,500rpm 5分間)
  - アセトニトリル層 (抽出液)
    - 試料瓶に分取 2mL (ST-L400にセット)

### ST-L400

約12分/検体

負荷 [通液] 抽出液① 0.5mL

Smart-SPE C18-50mg : 精製

通液 アセトニトリル-水 (9/1)

流出液

添加 10%塩化ナトリウム水溶液 約12mL

Smart-SPE C18-50mg : 保持

洗浄 水 2mL

乾燥 (窒素ガス 2分間)

Smart-SPE C18-50mg/PSA-30mg : 精製

溶出 アセトン-ヘキサン (15/85) 1mL

溶出液

1ppmフェナントレンド体+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)

### 前処理ポイント

玄米には脂肪酸が多く含まれますが、2段目のC18から目的成分を溶出する際にPSAを連結することによりこれらを除去します。

玄米は粉碎後、時間の経過とともに脂肪酸がメチル化されます。その結果PSAでの精製効率が低下しますのでご注意ください。

### 実験方法

- 粉碎方法 常温粉碎 (ミル使用)
- 添加濃度 (試料中) : **0.02 ppm**
- 最終バイアル中濃度 : **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 : 5ppb (PEG共注入標準溶液、直線検量線)  
・20ppbフェナントレンド体/20ppmPEG /混合標準溶液 (アセトン-ヘキサン)  
\*フェナントレンド体は装置の感度確認 (定量値補正せず)
- 使用機器 :



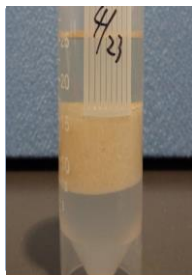
全自動固相抽出装置 ST-L400 (アイステイサイエンス)



大量注入装置 LVI-S250 (アイステイサイエンス)



GCMS-TQ8040 NX (島津製作所)

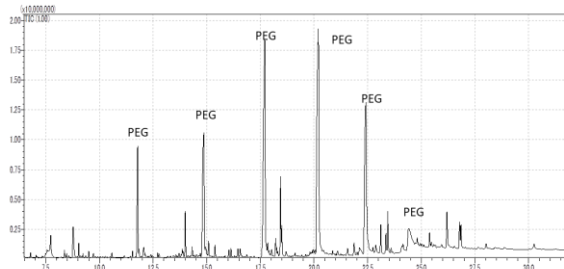


遠心分離後



C18 (1段目) C18 + PSA

精製後の固相



SCANトータルイオンクロマトグラム

### 結果と考察

解析に影響する夾雑ピークはなく、一部の成分を除いて概ね良好な回収率が得られました。

### Sample



### Information

水分 : 14.9%  
脂質 : 2.7%  
脂肪酸 : 2.35%  
たんぱく質 : 6.8%

玄米は、ミルで粉状に細かく粉碎。

### 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

Table with 12 columns: No., 化合物名, 回収率 (%), RSD (%), No., 化合物名, 回収率 (%), RSD (%), No., 化合物名, 回収率 (%), RSD (%), No., 化合物名, 回収率 (%), RSD (%). Rows list various chemical compounds and their analysis results.

\* 添加濃度：試料中0.02ppm
\* 添加回収率はn=5の平均値
\* PEG共注入標準溶液により絶対検量線を使用
1) LC対象化合物
\* 回収率により回収率算出不可
2) マトリクス中で分解の可能性あり
※1,1-ジ-400-2,2-ビス(4-1-フルエニル)エタン