

緑茶

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 2g 採取
 - 2ppm混合標準溶液 50 μ 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 μ 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 μ L : 試料2.5mg相当)

前処理ポイント

カフェインの大部分は2段目のC18に保持されずルーします。カフェインを完全に除去したい場合はSIをPSAの上に連結してご使用ください。ただしSIを使用すると一部の極性農薬の回収率が低下しますのでご注意ください。

溶出の際はSIを使用した場合でもアセトン-ヘキサン溶液のアセトンの比率が多くなるとカフェインが溶出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) : **0.05 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)



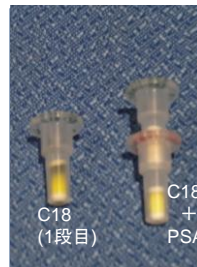
大量注入装置 LVI-S250 (アイステイサイエンス)



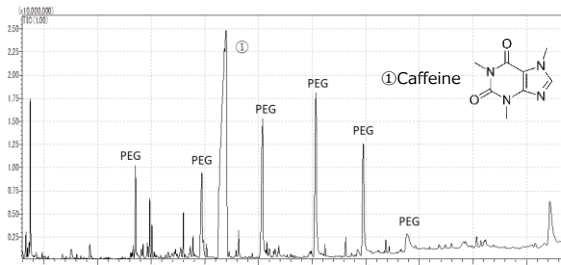
GCMS-TQ8040 NX (島津製作所)



遠心分離後



精製後の固相



SCANT-タリオンクロマトグラム

結果と考察

SIを使用していないのでカフェインが若干検出されていますが解析への影響はありませんでした。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 : 3.1%
脂質 : 4.1%
脂肪酸 : 0%
たんぱく質 : 29.1%

緑茶は、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

株式会社アイステイサイエンス
www.aisti.co.jp
お問い合わせ先
TEL. 073-475-0033
E-Mail; as@aisti.co.jp

Table with 5 columns: No., 化合物名, 回収率 (%), RSD (%). It lists 180 chemical compounds and their corresponding recovery rates and RSD values. The table is organized into three main sections of 60 rows each.

* 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
* LC対象化合物
1) st分解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
3) 疑似ピークにより回収率算出不可
(疑似ピークは精査しております)