

サンドイッチ (妥当性評価)

STQ-GC-B1法 (全自動固相抽出装置ST-L400)

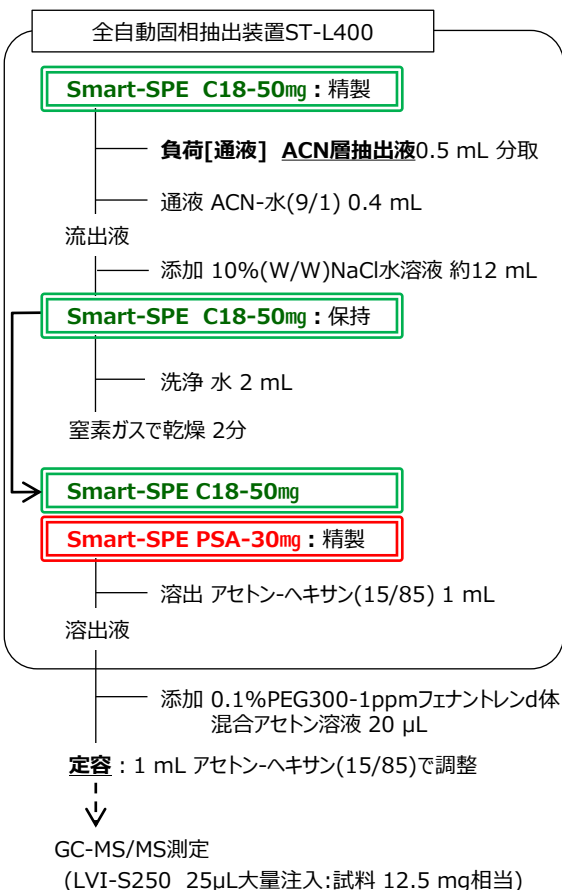
はじめに

本アプリケーションでは加工食品におけるSTQ法の分析適合性の検討として一律基準値(0.01ppm)濃度での添加回収試験を行い、厚生労働省の「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインについて」を参考に真度(回収率)、併行精度、室内精度を評価しました。

前処理フロー

- 試料採取** 10 g ※ ACN : アセトニトリル
- 添加 2 ppm 混合標準溶液 50 μL
 - 添加 水 4 mL (膨潤 15分)
 - 添加 ACN 10 mL
- ホモジナイズ 13,000 rpm, 1分
- 添加 塩化ナトリウム 1 g
 - 添加 クエン酸3Na2水和物 1 g
 - 添加 クエン酸水素2Na1.5水和物 0.5 g
- 振とう溶解 10秒
- 添加 無水硫酸マグネシウム 4 g
- 振とう 1分
- 遠心分離 3,500 rpm, 5分

ACN層抽出液



実験方法

- 粉碎方法 予冷式ドライアイス凍結粉碎法
- 添加濃度 (試料中) : **0.01 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フェナントレン体/20ppmPEG /混合標準溶液 (アセトン-ヘキサン)
 - * フェナントレン体は装置の感度確認 (定量値補正なし)
- 枝分かれ実験 : 分析者3名が同一の添加試料を1日2回、2日間分析 (n=12)
- 使用機器 :



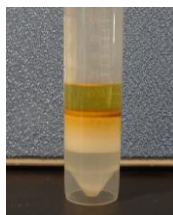
全自動固相抽出装置 ST-L400 (アイステイサイエンス)



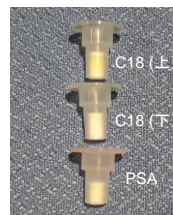
大量注入口装置 LVI-S250 (アイステイサイエンス)



GCMS-TQ8040 (島津製作所)



遠心分離後



精製後の固相

前処理ポイント

様々な原材料を含む試料を予冷式ドライアイス凍結粉碎することで均一化し、サンプリング誤差を低減しました。



結果と考察

評価対象とした325成分のうち307成分でガイドラインの目標値を満たすことができました。



全自動固相抽出装置
ST-L400
For STQ Method

Sample



Information

主な原材料
パン、トマト、タマゴ、ポテトサラダ、きゅうり、レタス、チーズ、ハム、など
水分含量 約60% (弊社調べ)

学会
第43回農薬残留分析研究会講演要旨集 (P173-182)

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
予冷式ドライアイス凍結粉碎キット

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

