

多段階添加回収試験

AU-B1

株式会社アイスティサイエンス
技術営業部

STQ-GC法 添加試験(前処理前添加)

試料 10g ← ① 前処理前添加 混合標準溶液 2ppm 50uL 添加後30分放置

— * 添加 水(10 -含水量)mL 全体を湿らせた後30分放置

— アセトニトリル 10mL

ホモジナイズ 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
— MgSO4(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(3000rpm 5分間)

アセトニトリル層

1mL 分取

— 添加 ACN-水(1/1) 1mL

最終検液(2 mL)

《自動前処理装置》

分取 1 mL (試料 0.05 g 相当)

固相 C18-30 mg: 精製

— 洗液 ACN-水(4/1) 1mL

流出液

— 10%食塩水 20mL

固相 C18-50 mg: 保持

乾燥(窒素ガス 3分)

連結固相 PSA-30 mg: 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 + 0.1%PEG(300) 20uL

定容(1 mL: アセトン/ヘキサン(15/85)で調製)

STQ-GC法 抽出後添加試験

試料 10g

- * 添加 水(10 -含水量)mL 全体を湿らせた後30分放置
- アセトニトリル 10mL

ホモジナイズ 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
- MgSO4(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(3000rpm 5分間)

アセトニトリル層

5 mL 分取

- ← ② 抽出後添加 混合標準溶液 2ppm 25uL
- 添加 ACN-水(1/1) 5mL

最終検液(10 mL)

《自動前処理装置》

分取 1 mL (試料 0.05 g 相当)

固相 C18-30 mg:精製

洗液 ACN-水(4/1) 1mL

流出液

10%食塩水 20mL

固相 C18-50 mg:保持

乾燥(窒素ガス 3分)

連結固相 PSA-30 mg: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 + 0.1%PEG(300) 20uL

定容(1 mL: アセトン/ヘキサン(15/85)で調製)

STQ-GC法 前処理後添加試験

試料 10g

— * 添加 水(10 -含水量)mL 全体を湿らせた後30分放置

— アセトニトリル 10mL

ホモジナイズ 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
— MgSO4(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(3000rpm 5分間)

アセトニトリル層

1mL 分取

— 添加 ACN-水(1/1) 1mL

定容(2 mL)

《自動前処理装置》

分取 1 mL (試料 0.05 g 相当)

固相 C18-30 mg: 精製

— 洗液 ACN-水(4/1) 1mL

流出液

— 10%食塩水 20mL

固相 C18-50 mg: 保持

乾燥(窒素ガス 3分)

連結固相 PSA-30 mg: 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 + 0.1%PEG(300) 20uL

← ③ 前処理後添加 混合標準溶液 0.1ppm 50uL

定容(1 mL: アセトン/ヘキサン(15/85)で調製)

スタンダードの作成と使用方法 (STQ-GC法)

□ 混合標準溶液

◎ 混合標準溶液 2ppm

<原液が10ppm の場合>

・10mLのメスフラスコに各原液を2mLずつ注入し、アセトンで10mLにメス調整する。

<原液が20ppm の場合>

・10mLのメスフラスコに各原液を1mLずつ注入し、アセトンで10mLにメス調整する。

◎ 混合標準溶液 0.1ppm

・1mLのメス試験管に混合標準溶液 2ppmを50uL注入し、アセトンで1mLにメス調整する。

□ 添加方法 (試料中濃度:0.01ppmの場合)

◎ 前処理前に添加 (添加試験)

・試料10g (5g, 2g.)に混合標準溶液2ppmを50uL添加する。

◎ 抽出後に添加

・抽出液5mLに混合標準溶液2ppmを25uL添加する。

◎ 前処理後に添加

・最終検液に混合標準溶液0.1ppmを50uL添加し、1mLにメス調整する。

□ 各濃度の検量線用混合標準溶液

<5ppb>

・1mLのメス試験管に混合標準溶液0.1ppmを50uL注入し、アセヘキで1mLにメス調整する。

<2.5ppb>

・2mLのメス試験管に混合標準溶液0.1ppmを50uL注入し、アセヘキで2mLにメス調整する。

<7.5ppb>

・1mLのメス試験管に混合標準溶液0.1ppmを75uL注入し、アセヘキで1mLにメス調整する。

<10ppb>

・1mLのメス試験管に混合標準溶液0.1ppmを100uL注入し、アセヘキで1mLにメス調整する。

* 溶媒アセヘキは前処理の最終検液の溶媒と同じにする。