

レトルトカレー

STQ-GC-B 1 法 (全自動固相抽出装置ST-L400)

前処理フロー

試料採取 1 g ※ ACN : アセトニトリル

— 添加 1 ppm 混合標準溶液 50 μL

— 添加 水 10 mL

— 添加 ACN 10 mL

振とう 15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

全自動固相抽出装置ST-L400

Smart-SPE C18-50mg : 精製

— 負荷[通液] ACN層抽出液0.5 mL 分取

— 通液 ACN-水(9/1) 0.4 mL

流出液

— 添加 10%(W/W)NaCl水溶液 約12 mL

Smart-SPE C18-50mg : 保持

— 洗浄 水 2 mL

固相乾燥 : 窒素ガス(2分)

Smart-SPE C18-50mg

Smart-SPE PSA-50mg : 精製

— 溶出 アセトン-ヘキサン(10/90) 1 mL

溶出液

— 添加 0.1%PEG300-1ppmフェナントレンd体
混合アセトン溶液 20 μL

定容 : 1 mL アセトン-ヘキサン(10/90)で調整

GC/MS/MS測定

(LVI-S250 25μL大量注入:試料 1.25 mg相当)

前処理ポイント

レトルトカレーには、牛肉、動物性油脂、野菜加工品、香辛料など様々な材料が使用されています。ここでは脂肪酸除去を目的としてPSA-50mgと、溶出溶媒にアセトン-ヘキサン(10/90)を使用しました。一部低回収率成分はこのアセトン比によるものです。必要に応じてアセトン-ヘキサン(15/85)で別分画に溶出することで回収率向上が見込めます。

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) : 0.05 ppm
- 最終バイアル中濃度 : 2.5 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d体/20ppmPEG /混合標準溶液(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(定量値補正なし)
- 化合物検索ソフト : WILEY REGISTRY 12thEdition/NIST2020 Mass SpectralLibrary(WILEY)
- 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)



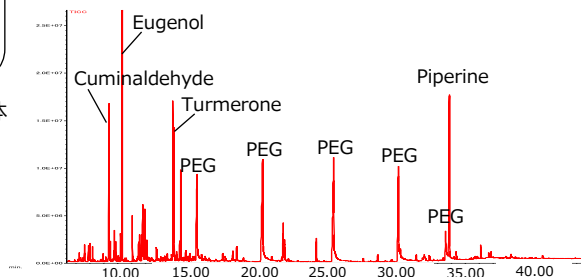
JMS-TQ4000GC (日本電子)



遠心分離後



精製後の固相



SCAN クロマトグラム

結果

対象成分326成分のうち概ね8割の成分で良好な回収率と再現性が得られました。



全自動固相抽出装置
ST-L400
For STQ Method

Sample



Information

第45回 農薬残留分析
研究会 講演要旨集
(p.161-170)

「STQ法による難試料中
残留農薬分析の検討」

島 三記絵¹⁾, 江 潤卿²⁾,
小西 賢治¹⁾, 川上 正美¹⁾,
松尾 俊介¹⁾, 斎藤 勲¹⁾

(¹⁾ 株式会社アイステイサイ
エンス, (²⁾ 日本電子株式
会社)

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-50
凍結粉碎機 フレ
スメント

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

