

STQ-LC積層法 ほうれん草

多検体自動固相抽出装置 ST-R100

はじめに

本アプリケーションでは従来のSTQ法を基に更に小スケール化を行った方法をご紹介します。充填量数mgの小型固相Smash-SPEを用いて4検体同時に処理が可能な多検体自動固相抽出装置ST-R100により多検体を短時間で効率的に精製することができます。

ST-R100のシステム概要

多検体自動固相抽出装置 ST-R100

①抽出液をバイアルにセット

②固相抽出 スルーモード※

③測定



※本アプリケーションではスルーモードを使用していますが目的成分を固相に保持、夾雑成分をスルー除去する保持モードも搭載しています。

前処理フロー

【抽出】 試料採取 10 g

- 添加 標準溶液
- 含浸 30分
- 添加 ACN 10 mL
- ホモジナイズ 13,000rpm 1分
- 添加 NaCl 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

抽出液(ACN層)

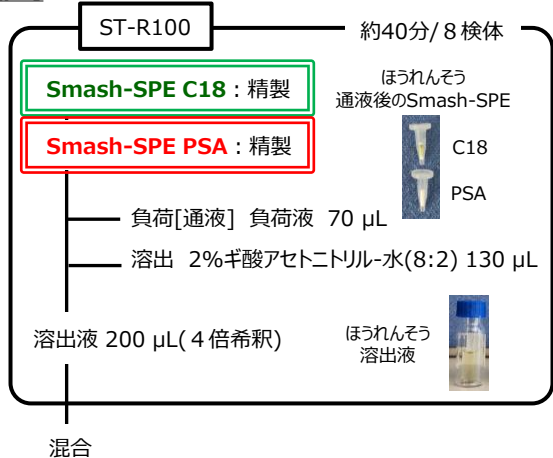
抽出液(ACN層) 2 mL

— 添加 水 0.8 mL

負荷液 (抽出液 : 水 = 50 : 20)

※ACN:アセトニトリル

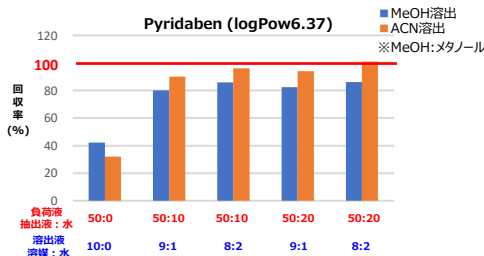
【精製】



精製工程の検討

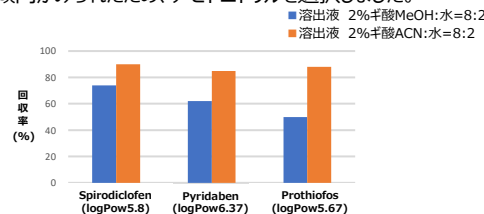
【精製後添加における負荷液と溶出液の比較】

一部の成分で負荷液・溶出液の水の比率が低い場合にイオン化阻害の傾向がみられたため、C18の精製効果をも高める目的で負荷液は抽出液 : 水 = 50 : 20、溶出液は溶媒 : 水 = 8 : 2としました。



【抽出後添加における溶出液の比較】

溶出液の溶媒 : 水が同じ比率の場合、一部の成分ではアセトニトリルの方がメタノールより良好な回収率になる傾向がみられたため、アセトニトリルを選択しました。



前処理ポイント

- 本方法ではSTQ-LC法に比べ使用固相が2個と一つ少なくなります。そこでC18の無極性相互作用による精製効果をも高めるため、負荷液と溶出液に水を添加しました。検討の結果、負荷液は抽出液 : 水 = 50 : 20、溶出液はアセトニトリル : 水 = 8 : 2としました。
- 本方法は固相への負荷量が数十 μ Lと小スケール化となっていますが最終検液の希釈倍率はSTQ-LC法と同様になります。

結果

対象成分362成分のうち概ね9割弱の成分で良好な回収率と再現性が得られました。



多検体自動固相抽出装置

ST-R100

For Smash SPE

Sample



Information

第48回 農業残留分析研究会 講演要旨集 (p.154-163)

「多検体自動固相抽出装置を用いた残留農業薬簡易・迅速分析法の検討」

島三記¹⁾、西岡紀子²⁾、川上正美¹⁾、小西賢治¹⁾、黒田愛子²⁾、松尾俊介¹⁾、森口仁文²⁾、斎藤勲¹⁾、佐々野俊一¹⁾

(¹⁾株式会社アイステイサイエンス、(²⁾和歌山県農業協同組合)

Key Word

残留農業分析
自動前処理装置
固相抽出

AiSTI SCIENCE

Product

ST-R100
Smash-SPE C18
Smash-SPE PSA
凍結粉碎機フレステント FST-4000



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 4 main sections, each containing columns for No., 化合物名, and RSD values for 0.01ppm. Includes a detailed list of chemical compounds and their associated RSD percentages.

1)添加サンプル+溶媒std x100
2)添加サンプル+マトリクスstd x100
3)Smart-SPEを使用したSTQ-LC法の回収率
4)データなし
5)未知試料からピークが検出されたため評価不可
6)ThiodicarbからMeyhomyhlへの分解の可能性あり