

STQ-LC積層法 玄米

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

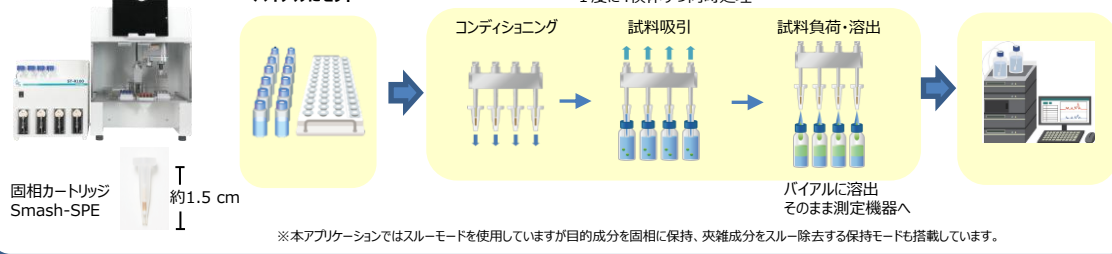
多検体自動固相抽出装置 ST-R100

①抽出液をバイアルにセット

②固相抽出 スルーモード※

1度に4検体ずつ同時処理

③測定



前処理フロー

【抽出】 試料採取 5 g

- 添加 標準溶液
- 含浸 30分
- 添加 水 10 mL
- 膨潤 15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)

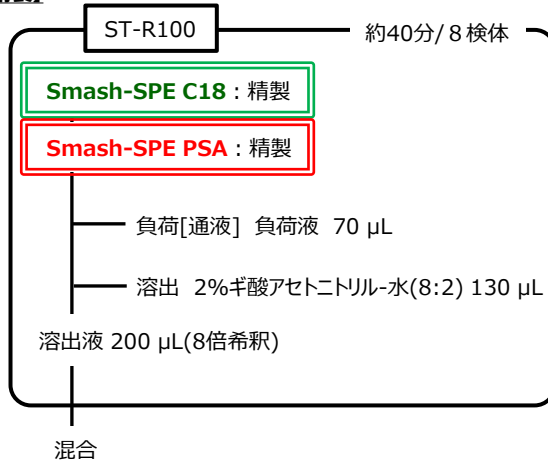
抽出液(ACN層) 2 mL

- 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】



実験方法

- 添加濃度 (試料中) : 0.01 ppm
- 最終バイアル中濃度 : 1.25 ppb
- 標準溶液 : PL2005農薬 LC/MS MIX-4~14、STQ-LC法用農薬混合標準溶液(林純薬工業製)、および個別の標準品を混合した混合標準溶液

測定条件

- ※和歌山県農業協同組合様にて測定
- 装置 : ACQUITY UPLC H-Class PLUS System (Waters社)
Xevo TQ-S micro System(Waters社)
- カラム : ACQUITY UPLC HSS T3 (2.1 mm i.d×100 mm、粒子径1.8 μm) (Waters社製)
- カラム温度 : 40℃
注入量 : 2.5 μL
移動相 : A液(0.5 mM酢酸アンモニウム・20%メタノール水)
B液(0.5 mM酢酸アンモニウム・メタノール)
グラジエント条件 : B液(%) : 0%→10% (2.5 min)→100% (15-17 min)→0% (17.5-22.5 min)
- 流量 : 0.4 mL/min
測定モード : SRM

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μL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 農薬残留分析研究会 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薬簡易・迅速分析法の検討」

島三記絵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⁾、佐々野僚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

残留農薬分析
自動前処理装置
固相抽出

AiSTI SCIENCE

Product

ST-R100
Smash-SPE C18
Smash-SPE PSA
凍結粉砕機フレステント 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 columns for compound name, recovery rate, RSD, and STQ-LC value. It lists various chemical compounds and their corresponding analytical results across multiple columns.

1)添加サンプル+溶媒std×100
2)添加サンプル+マトリクスstd×100
3)Smart-SPEを使用したSTQ-LC法の回収率
4)データなし
5)ThiodicarbからMeyhomyhlへの分解の可能性あり