

STQ-LC積層法 大豆

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。

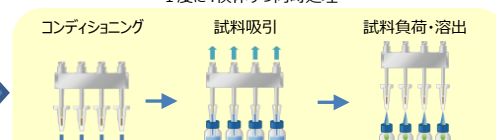
ST-R100のシステム概要

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



固相カートリッジ Smash-SPE 約1.5 cm

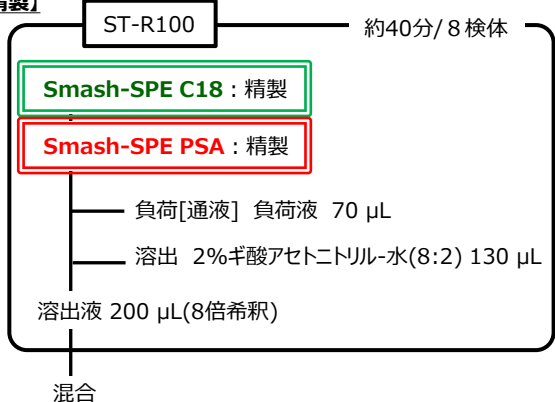
※本アプリケーションではスルーモードを使用していますが目的成分を固相に保持、夾雑成分をスルー除去する保持モードも搭載しています。

前処理フロー

【抽出】 試料採取 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 セラミックホモジナイザー 2個
- 添加 NaCl 2 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 15秒
- 添加 無水硫酸マグネシウム 4 g
- 振とう 2分
- 静置 5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

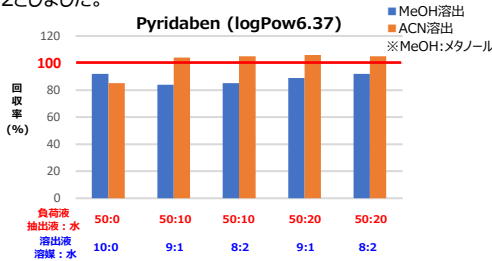
【精製】



精製工程の検討

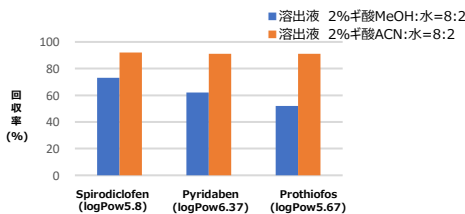
【精製後添加における負荷液と溶出液の比較】

ほとんどの成分で測定時にマトリックスの影響を受けていませんでした。そこでC18の精製効果が高めるため、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が高めるため、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⁾、佐々野僚一¹⁾

(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 4 columns of pesticide data (No., 化合物名, 0.01ppm, 0.1ppm) and 4 columns of recovery rates (回収率, 回収率, RSD, 回収率) for each concentration level. Includes a detailed list of pesticides and their corresponding recovery percentages and standard deviations.

1) 追加サンプル+溶媒 std × 100
2) 追加サンプル+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Meyhomyへの変換の可能性あり