

GC/MSによる農薬等の一斉試験法(畜水産物)^{注)その1}

肝臓・腎臓 試料 20g

筋肉・脂肪・魚介類 試料 20g (脂肪は5g)

水 20mL 添加

ホモジナイズ

アセトン・n-ヘキサン(1:2) 100mL

ホモジナイズ

2,500rpm × 5分間遠心し、有機層を分取
 残留物に n-ヘキサン 50mL 添加

ホモジナイズ

2,500rpm × 5分間遠心し有機層を分取
 有機層を無水 Na₂SO₄ で脱水後、濾別
 40°C以下で濃縮し、残留物の重量を抽出脂肪量とする
 GPCへの負荷量が試料 5g 相当量になるよう
 アセトン・シクロヘキサン(1:4)で溶解
 ※但し試料 5g 中の抽出脂肪量が 0.5g を超える場合、
 カラムへの負荷量は抽出脂肪 0.5g 相当量になるよう
 にする
 3,000rpm × 5分間遠心し、上澄 5mL 分取

ゲル浸透クロマトグラフィー

画分 II

アセトン・シクロヘキサン (1:4)でアクリナトリン終了
 ~トリシクラゾールまで
 分取

画分 I

アセトン・シクロヘキサン(1:4)
 でアクリナトリンまで分取

アセトン・シクロヘキサン(1:4)で
 アクリナトリン~トリシクラゾール
 まで分取
 40°C以下で濃縮後、残留物を
 アセトン・n-ヘキサン(1:1)
 2mLで溶解

PSA ミニカラム (500mg)

1) コンディショニング
 アセトン・シクロヘキサン (1:4) 10mL
 2) サンプルロード
 上記溶出液
 3) 溶出
 アセトン・シクロヘキサン (1:4) 5mL
 40°C以下で濃縮
 残留物を n-ヘキサン 1mLで溶解

1) コンディショニング
 アセトン・n-ヘキサン (1:1) 10mL
 2) サンプルロード
 上記溶解液 2mL
 3) 溶出
 アセトン・n-ヘキサン (1:1) 20mL

シリカゲルミニカラム (690mg)

1)コンディショニング…n-ヘキサン 10mL
 2)サンプルロード…上記溶解液 1mL
 3)洗浄…n-ヘキサン 10mL
 4)溶出…エーテル・n-ヘキサン(1:19) 15mL
 40°C以下で濃縮
 残留物をアセトン・n-ヘキサン(1:1)
 1mLに溶解

40°C以下で濃縮
 残留物をアセトン・n-ヘキサン
 (1:1)1mLに溶解
 (脂肪の場合は 0.5mL)

使用カラム:
 5% フェニル-メチルシリコン
 内径 0.25mm、長さ 30m、
 膜厚 0.25 μm

GC/MS測定

GC/MSによる農薬等の一斉試験法(畜水産物)^{注)その2}

乳・卵 試料 20g

はちみつ 試料 20g

- はちみつの場合のみ水 20mL 添加
- アセトニトリル 100mL 添加

ホモジナイズ

- 2,500rpm × 5分間遠心し、有機層を分取
- 残留物にアセトニトリル 50mL 添加

ホモジナイズ

- 2,500rpm × 5分間遠心し有機層を分取

塩析

- NaCl 10g を添加し振とう後、静置、水層を捨てる
- アセトニトリル層にNa₂SO₄ を添加し脱水後、濾別
- 40°C以下で濃縮

ゲル浸透クロマトグラフィー

- GPCへの負荷量が試料 5g 相当量になるようアセトン・シクロヘキサン(1:4)で溶解

残留物をアセトン・n-ヘキサン(1:1)10mLに定容

- アセトン・シクロヘキサン(1:4)でアクリナトリン～トリシクラゾールまで分取

- 40°C以下で濃縮後、残留物をアセトン・n-ヘキサン(1:1) 2mLで溶解

PSA ミニカラム (500mg)

- 1) コンディショニング…アセトン・n-ヘキサン (1:1) 10mL
 - 2) サンプルロード…
 - 乳・卵の場合…上記溶解液 2mL
 - はちみつの場合…上記溶解液の 2.5mL分
 - 3) 溶出…アセトン・n-ヘキサン (1:1) 20mL
- 40°C以下で濃縮
 - 残留物をアセトン・n-ヘキサン(1:1) 1mLに溶解

GC/MS測定

使用カラム:
5% フェニル-メチルシリコン
内径 0.25mm、長さ 30m、
膜厚 0.25 μm