

GC/MSによる農薬等の一斉試験法(農産物)

穀類・豆类・種実類
試料 10g

果実・野菜・ハーブ
試料 20g

茶・ホップ
試料 5g

- 水 20mL 添加後、15分間放置
- アセトニトリル 50mL 添加

- 水 20mL 添加後、15分間放置
- アセトニトリル 50mL 添加

ホモジナイズ

ホモジナイズ

- 吸引る過後、残渣にもアセトニトリル 20mL 添加し、再度ホモジナイズ
- アセトニトリルで 100mL に定容

- 吸引る過後、残渣にもアセトニトリル 20mL 添加し、再度ホモジナイズ
- アセトニトリルで 100mL に定容

- 抽出液 20mL に NaCl 10g および 0.5mol/L リン酸緩衝液 (pH7.0) 20mL 添加

- 抽出液 20mL に NaCl 10g および 0.5mol/L リン酸緩衝液 (pH7.0) 20mL 添加

塩析

塩析

- 10分間振とうし静置後、水層は捨てる

- 10分間振とうし静置後、水層は捨てる

C18 ミニカラム (1,000mg)

- 1) コンディショニング…アセトニトリル 10mL
- 2) サンプルロード…上記アセトニトリル抽出層
- 3) 溶出…アセトニトリル 2mL

- 無水 Na_2SO_4 で脱水後、濾別し 40°C 以下で濃縮
- 残留物をアセトニトリル・トルエン (3:1) 2mL で溶解

ENVI-Carb/ NH_2 ミニカラム (500mg/500mg)

- 1) コンディショニング…アセトニトリル・トルエン (3:1) 10mL
- 2) サンプルロード…アセトニトリル溶解液 2mL
- 3) 溶出…アセトニトリル・トルエン (3:1) 20mL

- 40°C 以下で 1mL 以下に濃縮し、アセトン 10mL を添加

濃縮

- 再度アセトン 5mL を添加後、濃縮
- 残留物をアセトン・n-ヘキサン (1:1) 1mL で溶解

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