

LC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅱ（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 0.01mol/L 塩酸 20mL 添加

- 抽出液 20mL に NaCl 10g および 0.01mol/L 塩酸 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 Na₂SO₄ で脱水後、濾別し 40°C 以下で濃縮
- 残留物をアセトン・トリエチルアミン・n-ヘキサン (20:0.5:80) 2mL で溶解

シリカゲルミニカラム (500mg)

- 1) コンディショニング…メタノール 5mL、アセトン 5mL、n-ヘキサン 10mL の順に流す
- 2) サンプルロード…上記溶解液 2mL
- 3) 洗浄…アセトン・トリエチルアミン・n-ヘキサン (20:0.5:80) 10mL
- 4) 容器洗浄…上記溶解液の入っていた容器をアセトン・メタノール(1:1)2mLで洗いシリカゲルミニカラムに注入
- 5) 溶出…アセトン・メタノール(1:1) 18mL

濃縮

- 40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去
- 残留物をメタノール 4mL で溶解

LC/MS測定

使用カラム: オクタデシル化シリカゲルカラム
粒径 3~3.5 μm、内径 2~2.1mm、長さ 150mm