

キャッチャーズ
QuEChERS用 抽出・精製チューブ

SupelTM QuE



Quick/迅速 **E**asy/簡単 **C**heap/安価 **E**ffective/効果的 **R**ugged/堅牢 **S**afe/安全

QuEChERSで作業効率を大幅に向上



Supel™ QuE

「QuEChERS (キャッチャーズ)」とは？

QuEChERS 法は塩類や精製用の充填剤をサンプルと共に攪拌、遠心分離する分散固相抽出 (dSPE) による、**Quick** 迅速、**Easy** 簡単、**Cheap** 安価、**Effective** 効果的、**Rugged** 堅牢、**Safe** 安全、な前処理方法です。『AOAC 2007.01.1』および『EN15662:2008』^{1,2} で採用され、食品や農作物中の残留農薬分析において広く使われており、近年では、PAH、PCB、PBDE、難燃剤などの分析へ発展しています³。

- Quick** (迅速) : 前処理に必要な時間は約 10 分です。10 サンプルを同時に処理した場合 1 時間未満で処理できます。
- Easy** (簡単) : 複雑な操作はありません。
- Cheap** (安価) : 高額な機器は必要ありません。また使用する消耗品はいずれも安価です。
- Effective** (効果的) : 少量のサンプルで野菜から肉まで広範囲にわたり適用可能です。また、妨害を減少させ実験誤差を最小限に抑えるのに寄与します。
- Rugged** (堅牢) : 何百ものサンプルをこなすルーチン分析を行うのに十分に効率的な方法です。
- Safe** (安全) : 有害な化学物質や塩素系溶媒を使用しません。また、1 サンプルの溶媒の使用量は約 10 ~ 12mL と少量なため安全です。

手順は抽出と精製の 2 ステップで行います

1 抽出

- マトリックスからできるだけ多くの分析対象物質を回収できるようにデザインされています。
- 溶媒の選択は、干渉を少なくするために重要です。
- 分析対象物質は、アセトニトリルと塩類およびバッファでマトリックスから抽出されます。

2 精製

- 精製は、干渉を減らすのに必要です。
- 干渉は分析装置に損害を与えることがあり、また分析対象物質の定性や定量を難しくします。
- PSA、C18、GCB (グラファイトカーボンブラック) Z-Sep を使用することで、GC-MS/MS や LC-MS/MS の前に糖、脂質、ステロール、有機酸、タンパク質、カロチノイド、クロロフィルなどを除去します。

サンプルの調整

QuEChERS 法のオリジナルデザインは、弱酸性 (pH 5-6) の条件下で水分含有量の多い (>80%) 果物や野菜において証明されました¹⁻⁴。しかし、この条件に当てはまらない食品についても、サンプルを調整することで、使用できる範囲を拡大できます。

【水分含有量】

水分含有量の低いサンプルは、抽出効率を改善するために、抽出を行う前にサンプルへ水を添加します。
(下記の表をご覧ください)

試料の種類	試料重量	水添加量
果物、野菜 水分含有量 > 80%	10 g	—
果物、野菜 水分含有量 25-80%	10 g	x g
穀類	5 g	10 g
ドライフルーツ	5 g	7.5 g
はちみつ	5 g	10 g
香辛料	2 g	10 g

x = 10g - サンプル10g 中の水分量

【pH】

酸性の食品からの干渉を減少させるには⁵、pH の調整が必要です。

たとえば、EN メソッドではクエン酸を使用し、抽出液を pH 5-6 に調整することで、酸または塩基に不安定な農薬を安定化させます³。また、既存の方法では、低い pH (pH < 3) である柑橘類には適応することができませんが、このような場合も、EN の手法では、5N の水酸化ナトリウム溶液を塩混合物チューブへさらに添加、レモンやライムの場合には、この 5N の水酸化ナトリウムを 600 μ L 添加することが推奨されています³。さらに、ラズベリーのような作物は、抽出チューブに 200 μ L を添加する事が推奨されています。

このように、酸性の柑橘類でも pH を調整することで、一般的な非酸性の食品と同様に高品質のデータを得る事ができます。

QuEChERS のオフィシャルメソッド

EN 15662:2008

- EU メソッドは、極性干渉の制限や、塩基センシティブな化合物の保護のため、NaCl と複数のクエン酸ベースのバッファが含まれています。
- クエン酸塩ステップでの水酸化ナトリウムの使用は精製のステップにおいて使われる充填剤にダメージを与えるため、避けられなければなりません。

EN 15662:2008

試料の前処理 (均一化)

-20°Cで凍結させた試料を流動性粉末となるまでドライアイスと共にホモジナイズする

Step 1 - 抽出

試料 10 g を 50mL の遠沈管に測り取る

10mL のアセトニトリル + 100µL の内部標準物質を加える。
1 分間攪拌

Supel™ QuE Citrate Extraction Tube (55227-U) を加え、
1 分間攪拌した後、5 分間遠心分離 (3000 rpm/min) を行う

Step 2 - 精製 - QuEChERS Technique

アセトニトリル層 (上澄み) を分取し、dispersive cleanup tube へ移す。30 秒攪拌 (ENVI-Carb™を使用する場合は 2 分攪拌) した後、
5 分間遠心分離 (3000 rpm/min)

上澄みを分取し、5%ギ酸 / アセトニトリル溶液で pH を調整
上澄み 1mL に対し 10 µL 添加

AOAC 2007.01

- 塩に敏感な分析物を分解から保護するために、酢酸ナトリウムバッファと 1% 酢酸のアセトニトリル溶液を使用します。
- USDA は、他の QuEChERS 方法と比較して、この方法が pH に敏感な化合物に優れた回収率を提供することを証明しました。

AOAC 2007.01

試料の前処理 (均一化)

-20°Cで凍結させた試料を流動性粉末となるまでドライアイスと共にホモジナイズする

Step 1 - 抽出

10-15 g の均一化された試料を 50mL の PTFE 製遠沈管へ移す

15g の試料に対し、1% 酢酸 / アセトニトリル溶液を 15mL + Supel QuE Acetate (AC) Tube (55234-U) + 75 µL の内部標準物質を加える

1 分間攪拌し、その後 1 分間遠心分離 (1500 rpm/min) を行う

Step 2 - 精製 - QuEChERS Technique

アセトニトリル層 (上澄み) を分取し、dispersive cleanup tube へ移す。30 秒攪拌 (ENVI-Carb™を使用する場合は 2 分攪拌) した後、
1 分間遠心分離 (1500 U/min)

クロマトグラフィー分析の前に更なる処理が必要となる場合があります (ギ酸の追加、トルエンによる再構成など)

References

- Fast and Easy Multiresidue Method Employing Acetonitrile Extraction/Partitioning and "Dispersive Solid-Phase Extraction" for the Determination of Pesticide Residues in Produce. (M. Anastassiades, S.J. Lehotay, D. Stajnbaher, F.J. Schenck, J. AOAC International 86 (2003) 412).
- Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate. (AOAC Official Method 2007.01).
- Foods of Plant Origin—Determination of Pesticide Residues Using GC-MS and/or LC-MS/MS Following Acetonitrile Extraction/Partitioning and Clean-up by Dispersive SPE (QuEChERS-method). (EN 15662 Version 2008).
- Comparison of QuEChERS sample preparation methods for the analysis of pesticide residues in fruits and vegetables. (S. Lehotay, K. Son, H. Kwon, U. Koesukwiwat, W. Fu, K. Mastovska, E. Hoh, N. Leepipatpiboon, J. Chromatogr. A, 1217 (2010) 2548).
- The QuEChERS Method –Background Information and Recent Developments, Community Reference Laboratory Pesticide Residues using Single Residue Methods. (M. Anastassiades, 1st Joint CRL-Workshop –Stuttgart, presentation (2006)).

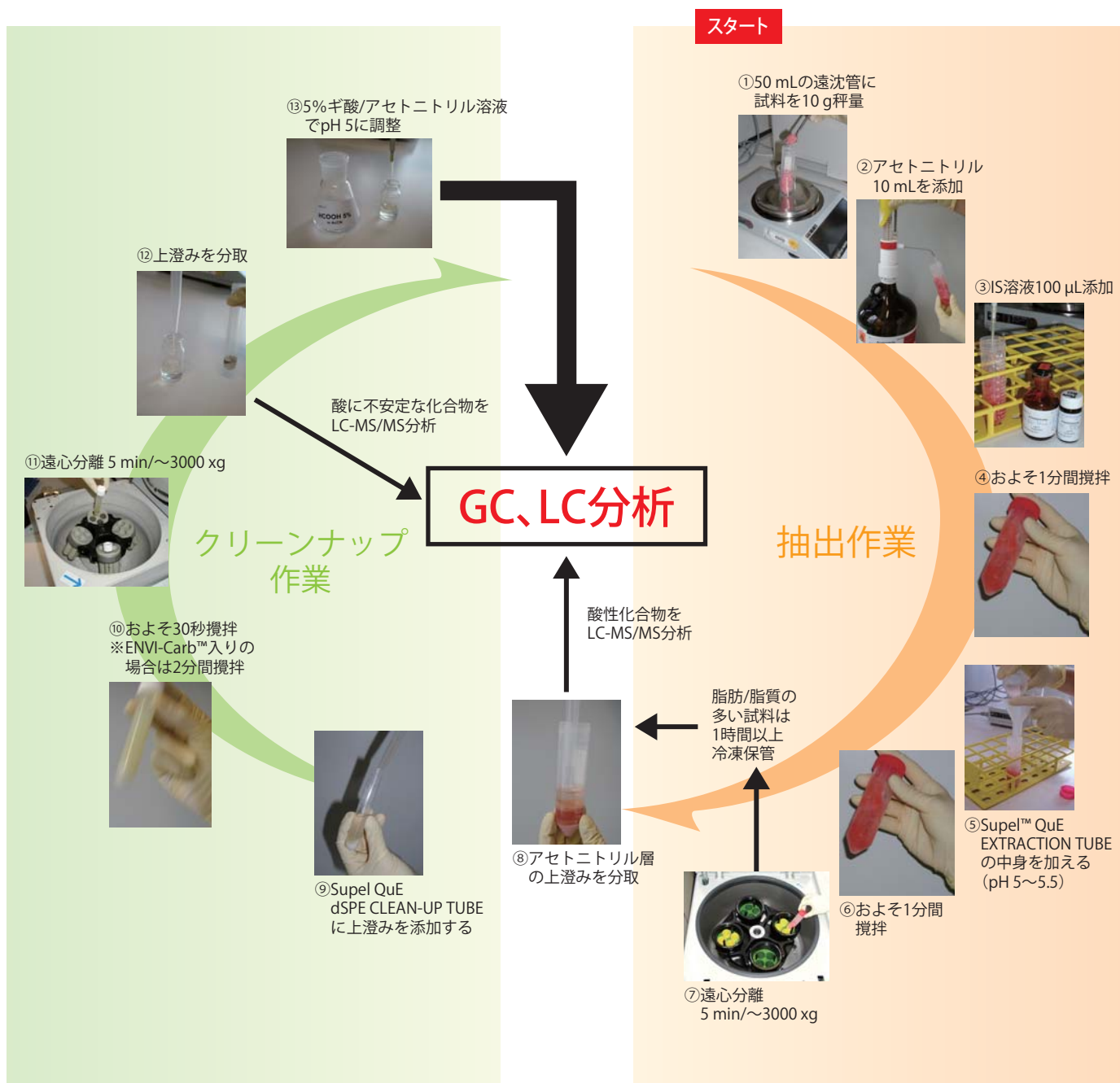
EN メソッド前処理例



試料を細かく刻み、
一晩凍らせる



ドライアイス
と混ぜ合わせ
ホモジナイズ



充填剤の選択ガイド

Supelco® は塩類と充填剤を遠心分離管とバルクでご提供しています。

遠心分離管には、今、最も使われている一般的なメソッドの構成の充填剤を予め計量し封入しています。

これにより、分析者が個々の材料を計量する時間と手間を軽減します。

抽出チューブの選択

水分の除去

MgSO₄ と NaCl は試料中の過剰な水分を除去します。

NaCl の代わりに酢酸ナトリウムを用いると、塩基に敏感な農薬の抽出にも用いることが可能です (CAT.NO.55234-U)。



バッファリング

クエン酸は、抽出液を pH 5.0 ~ 5.5 にバッファリングし、酸または塩基に不安定な農薬を安定化させます (CAT.NO.55227-U)。

さらに、炭酸水素ナトリウムを加えることにより、酸に不安定な農薬をより安定化させます (CAT.NO.55237-U)。

精製用充填剤の特長

ジルコニア修飾シリカゲル (Z-Sep, Z-Sep/C18, Z-Sep+)

- ジルコニア基とのルイス酸 - 塩基相互作用
- C18 との疎水性相互作用 (Z-Sep/C18, Z-Sep+)
- 脂質と色素を効果的に除去します。
- 問題のマトリックス干渉を除去することで、より堅牢な LC/MS、GC/MS メソッドを提供します。
- C18 と PSA の代替えとして使用できます。

一級／二級アミン (PSA)

- ポリマー結合したエチレンジアミン -N- プロピル相で、第一級と第二級の両方のアミンを含み、脂肪酸・有機酸およびある種の極性色素と糖に対する強い親和性と高い容量を持っています。
- 陰イオン交換 (pKa10.1,10.9)
- NH₂ と似ていますが、二級アミンを含むため、より高いイオン交換容量 (0.98-1.05meq/g)。
- 食品の GC 分析において、マトリックス - エンハンスメントを減らすことが可能です。
- キレートしやすい二配座配位子構造です。

ENVI-Carb

- グラファイトカーボンブラックは、非多孔質でマイクロポアが存在しないため、従来の活性炭（チャコール）と比較し、溶出が容易で、高い回収率が得られます。
- シリカゲルやポリマー系の充填剤と比較し、幅広い極性範囲の化合物を保持します。特に疎水性化合物を強く保持します。
- 平面構造を有する色素や PAH に対して強く保持します。

ジルコニア

- 脂質、脂肪、色素を除去します。
- 15%以下の脂質を含む場合は Z-Sep/C18、15%を超える脂質を含む場合は Z-Sep+、対象物質が疎水性の場合は Z-Sep を使用します。

PSA

- 糖、脂肪酸、有機酸、脂質と極性色素の除去において使われます。
- C18 と共に使用する場合、脂質とステロールも除去することができます。
- GCB と共に使用する場合、より多くの色素を除去することができます。

ENVI-Carb™ (GCB)

- 色素、ポリフェノールなどの極性化合物を強力に除去する充填剤です。

C18

- 脂質類や、ステロール、無極性の物質を取り除きます。

分析対象の分類（CEN ガイドラインより）

グループ	カテゴリ	代表的なサンプル
Group 1. 水分含有量が多い	仁果類	リンゴ、ナシ
	核果類	アブリコット、サクランボ、桃
	その他の果物	バナナ
	ネギ類	タマネギ、ニラネギ
	実がなる野菜 / ウリ科植物	トマト、トウガラシ、キュウリ、メロン
	アブラナ属の野菜	カリフラワー、芽キャベツ、キャベツ、ブロッコリー
	葉野菜と生ハーブ	レタス、ホウレンソウ、バジル
	茎の野菜	セロリ、アスパラガス
	飼料	生アルファルファ、飼料ソラマメ類、生テンサイ
	生の豆類	サヤエンドウ、エンドウ豆、そらまめ、ラナービーン、サヤインゲン
	根菜	テンサイと飼料ビート・トップ
	キノコ類	シャンピニオン、アンズタケ、シャントレル
	塊根の野菜または飼料	ニンジン、ジャガイモ、サツマイモ、シュガー・ビートと飼料ビート・ルーツ
Group 2. 酸性が高く、水分含有量が多い ¹	柑橘類の果物	レモン、マンダリン、タンジェリン、オレンジ
	小さい果物とベリー	イチゴ、ブルーベリー、キイチゴ、クロフサスグリ、アカフサスグリ、白スグリ、ブドウ
	その他	キウイフルーツ、パイナップル、ルバーブ
Group 3. 糖分が高く、水分含有量が低い ²	蜂蜜、ドライフルーツ	蜂蜜、レーズン、乾燥アプリコット、乾燥プラム、フルーツジャム
Group 4a. 油分が多く、水分含有量が極めて少ない	木の实	ウォールナッツ、ヘーゼルナッツ
	油糧種子	菜種、ヒマワリ、綿実、大豆、ピーナッツ、ゴマなど
	木の实と油種のペースト	ピーナッツバター、タヒニ、ヘイゼルナッツ・ペースト
	木の实、油種、油分の多い果物等の油	オリーブ油、菜種油、ヒマワリ油、カボチャの種油
Group 4b. 油分が多く、水分を含有している	油の多い果物と加工品	オリーブ、アボカドとそのペースト
Group 5. 澱粉やタンパク質を多く含む、水分含有量が低い、脂質を含む	乾燥した豆類	ソラマメ、乾燥ソラマメ、乾燥インゲンマメ（黄色、白 / 紺、茶、斑点）、レンズ豆
	穀物とその加工品	小麦、ライ麦、大麦、オート麦、トウモロコシ、米、全粒パン、白パン、クラッカー、朝食シリアル、パスタ
Group 6. 難しい作物、ユニークな作物	—	ホップ、カカオ豆とその加工品、コーヒー、お茶スパイス

¹ 抽出のステップにおいて pH を調整するためにバッファーを使用した場合、Group 2 は Group 1 となります。

² Group 3 の代表的なサンプルは、70%の水分含有量を達成するために、抽出の前に水を添加する場合には、Group 1 となります。RLs はより少量サンプルの場合を考慮して調整します（例：10g なら Group 1、5g なら Group 3。もし、Group 3 対象が最少レベルでうまくバリデーション出来ない場合を除いて、Group 3 の RL は Group 1 の RL の 2 倍にします。）。

抽出ステップの製品

メソッド／品名	内 容	入数	遠沈管 サイズ	CAT.NO.	価格
EN 15662:2008					
Supel™ QuE CITRATE (EN) TUBE	MgSO ₄ : 4 g、NaCl : 1 g、Na2H citrate · 1.5H ₂ O : 0.5 g、Na3 citrate · 2H ₂ O : 1 g	50	12 mL	55227-U	¥21,000
Supel QuE CITRATE/SODIUM Bicarbonate (オリジナル配合チューブ)	MgSO ₄ : 4 g、NaCl : 1 g、Na2H citrate · 1.5H ₂ O : 0.5 g、Na3 citrate · 2H ₂ O : 1 g、NaHCO ₃ : 5 g	50	12 mL	55237-U	¥23,500
AOAC 2007.01					
Supel QuE ACETATE (AC) TUBE	MgSO ₄ : 6 g、CH ₃ COONa : 1.5 g	50	12 mL	55234-U	¥20,000
バッファーなし					
Supel QuE NON-BUFFERED TUBE 1	MgSO ₄ : 4 g、NaCl : 1 g	50	12 mL	55294-U	¥21,700
Supel QuE NON-BUFFERED TUBE 2	MgSO ₄ : 6 g、NaCl : 1.5 g	50	12 mL	55295-U	¥21,700
抽出操作用 50 mL 遠心管					
50 mL サイズ 遠心分離用 空チューブ	* 抽出操作に使用できます。	50	50 mL	55248-U	¥7,000

精製ステップ (QuEChERS) の製品 * マトリックスの “Group” の分類は P.6 をご参考ください

EN15662:2008

マトリックス *	内 容	入数	遠沈管 サイズ	CAT.NO.	価格
Group 1, 2, 3	薄い色素を含む一般的な果物と野菜	MgSO ₄ : 150 mg、PSA : 25 mg	100	2mL	55172-U ¥17,700
		MgSO ₄ : 900 mg、PSA : 150 mg	50	12mL	55228-U ¥14,000
				15mL	55437-U ¥14,000
	中程度のカロチノイド、クロロフィルなどの色素を含む果物と野菜	MgSO ₄ : 150 mg、PSA : 25 mg、ENVI-Carb : 2.5 mg	100	2mL	55174-U ¥21,700
		MgSO ₄ : 900 mg、PSA : 150 mg、ENVI-Carb : 15 mg	50	12mL	55230-U ¥14,700
				15mL	55446-U ¥14,700
	高濃度のカロチノイド、クロロフィルなどを含む色素の濃い果物と野菜	MgSO ₄ : 150 mg、PSA : 25 mg、ENVI-Carb : 7.5 mg	100	2mL	55176-U ¥21,700
		MgSO ₄ : 900 mg、PSA : 150 mg、ENVI-Carb : 45 mg	50	12mL	55233-U ¥14,700
				15mL	55464-U ¥14,700
Group 4, 5, 6	高濃度の脂肪や蠟を含む色のある果物と野菜	MgSO ₄ : 150 mg、PSA : 25 mg、C18 : 25 mg	100	2mL	55173-U ¥17,700
		MgSO ₄ : 900 mg、PSA : 150 mg、C18 : 150 mg	50	12mL	55229-U ¥14,000
				15mL	55439-U ¥14,000

AOAC 2007.01

マトリックス *	内 容	入数	遠沈管 サイズ	CAT.NO.	価格
Group 1, 2, 3	薄い色素を含む一般的な果物と野菜	MgSO ₄ : 150 mg、PSA : 50 mg	100	2mL	55287-U ¥17,700
		MgSO ₄ : 1200 mg、PSA : 400 mg	50	12mL	55282-U ¥14,000
				15mL	55466-U ¥14,000
	中程度のカロチノイド、クロロフィルなどの色素を含む果物と野菜	MgSO ₄ : 150 mg、PSA : 50 mg、ENVI-Carb : 50 mg	-	問合せ	
	高濃度のカロチノイド、クロロフィルなどを含む色素の濃い果物と野菜	MgSO ₄ : 150 mg、PSA : 50 mg、C18 : 50 mg、ENVI-Carb : 50 mg	100	2mL	55289-U ¥26,000
		MgSO ₄ : 1200 mg、PSA : 400 mg、C18 : 150 mg、ENVI-Carb : 400 mg	50	12mL	55286-U ¥25,200
Group 4, 5, 6	高濃度の脂肪や蠟を含む色のある果物と野菜			15mL	55474-U ¥25,200
		MgSO ₄ : 150 mg、PSA : 50 mg、C18 : 50 mg	100	2mL	55288-U ¥17,700
		MgSO ₄ : 1200 mg、PSA : 400 mg、C18 : 150 mg	50	12mL	55283-U ¥14,700
				15mL	55470-U ¥14,700

その他のユニークな製品

マトリックス *	内 容	入数	遠沈管 サイズ	CAT.NO.	価格
Group 4, 5, 6	脂肪または色素を多く含むマトリックス 脂質含有量 15%以下	Z-Sep : 20 mg、C18 : 50 mg	100	2mL	55284-U ¥19,800
		Z-Sep : 120 mg、C18 : 300 mg	50	12mL	55401-U ¥19,800
				15mL	55506-U ¥19,800
	脂肪が多いマトリックス 中の疎水性物質が対象物質の場合	Z-Sep : 75 mg	100	2mL	55411-U ¥19,800
		Z-Sep : 500 mg	50	12mL	55403-U ¥19,800
				15mL	55491-U ¥19,800
		MgSO ₄ : 150 mg、Z-Sep : 50 mg	100	2mL	55417-U ¥19,800
		MgSO ₄ : 900 mg、Z-Sep : 300 mg	50	12mL	55407-U ¥19,800
				15mL	55503-U ¥19,800
	脂肪または色素を多く含むマトリックスの場合 脂質含有量 15%以上	Z-Sep+ : 75 mg	100	2mL	55408-U ¥19,800
		Z-Sep+ : 500 mg	50	12mL	55296-U ¥17,900
				15mL	55486-U ¥17,900
		MgSO ₄ : 150 mg、Z-Sep+ : 50 mg	100	2mL	55414-U ¥19,800
		MgSO ₄ : 900 mg、Z-Sep+ : 300 mg	50	12mL	55406-U ¥19,800
				15mL	55511-U ¥19,800
NEW	緑色のマトリックス中の平 面農業の回収を改善する	【Supel QuE Verde】MgSO ₄ : 10 mg、ENVI-Carb Y : 10 mg、PSA : 50 mg、Z-Sep+ : 60 mg	100	2mL	55447-U ¥24,800
		【Supel QuE Verde】MgSO ₄ : 1200 mg、ENVI-Carb Y : 80 mg、PSA : 400 mg、Z-Sep+ : 480 mg	50	15mL	55442-U ¥24,800

* マトリックスの “Group” の分類は P.6 をご参考ください

Supel™ QuE を選ぶメリット

QuEChERSのパイオニア

- 長年の経験に基づく技術と豊富な製品知識を持っています。
- 豊富なラインアップにより、充填剤の種類やチューブサイズの幅広い選択が可能です。

カスタム(特注)サービス

- お客様のご要望に沿って特注で製品をご提供いたします。
見積のご依頼はこちら sigma.com/cque-jp

ユニークで革新的な充填剤

- Z-Sep シリーズ：脂質の多い難しい食品の脂質や色素を効果的に除去します。
- Supel QuE Verde：緑色のマトリックス中の平面構造をもつ農薬の回収率を向上させます。

秤量不要のパッケージング

- AOAC や EN のメソッドに沿ったよく使用されている量の充填剤を予め遠心分離管に封入しているため、分析者が個々の材料を計量する時間と手間を軽減する事が可能です。
- 包装する前に MgSO_4 を 550°C まで加熱し、確実に乾燥させ出荷しています。

Supel QuE シリーズの無償サンプルを提供しております
お申し込みは sigma.com/dspe-req-jp

製品に関するお問い合わせは
TEL : 03-5796-7330 E-MAIL : sialjpsp@sial.com



©2016 Sigma-Aldrich Co. LLC. All rights reserved. SIGMA, SAFC, Supelco and SIGMA-ALDRICH are trademarks of Sigma-Aldrich Co. LLC, registered in the US and other countries. Supel is a trademark of Sigma-Aldrich Co. LLC. Sigma-Aldrich, Sigma and SAFC brand products are sold by affiliated Sigma-Aldrich distributors. Purchaser must determine the suitability of the product(s) for their particular use. Additional terms and conditions may apply. Please see product information on the Sigma-Aldrich website at www.sigmaaldrich.com.

本記載の製品および情報は 2016 年 8 月 1 日現在の情報であり、収載の品目、製品情報、価格等は予告なく変更される場合がございます。／最新の情報は、弊社 Web サイト (sigma-aldrich.com/japan) をご覧ください。／掲載価格は希望納入価格 (税別) です。詳細は販売代理店様へご確認ください。／弊社の試薬は試験研究用のみを目的として販売しております。医薬品原料並びに工業用原料等としてご購入の際は、こちらの Web サイト (sigma.com/safc-jp) をご覧ください。

SIGMA-ALDRICH®

シグマ アルドリッチ ジャパン

<http://www.sigma-aldrich.com/japan>

SAI2009 2016.08

SIGMA-ALDRICH®

