

# 大豆

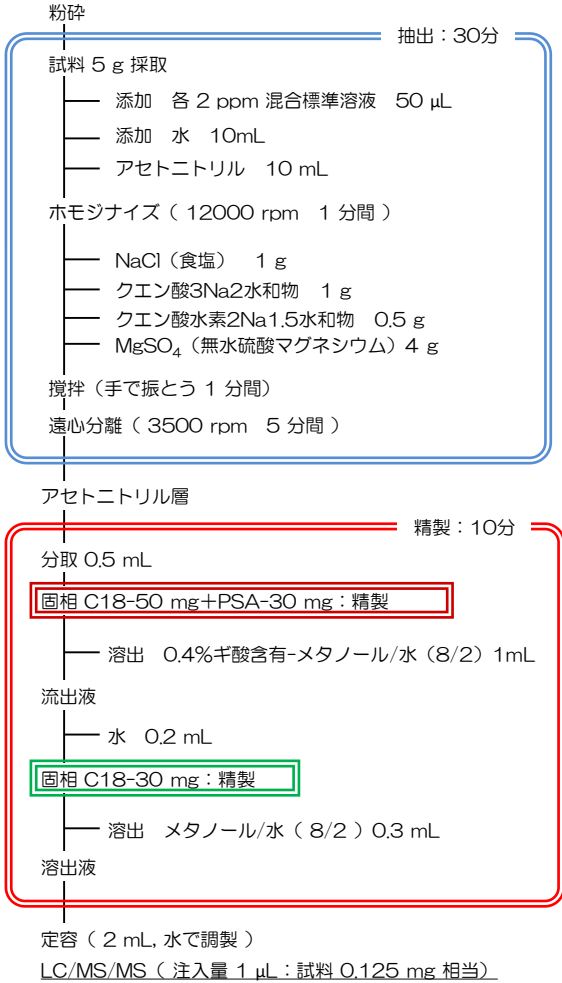
## STQ-LC法（全自動固相抽出装置ST-L300）



ST-L300

For STQ Method

### 前処理フロー



### 【添加回収試験】

- 粉砕方法  
常温粉砕（ミル）
- 添加濃度  
試料中0.02ppm（測定濃度 2.5 ppb）
- 標準溶液  
PL2005 MIX-4, 5, 6, 7, 8, 9, 10  
STQ法用農業混合標準溶液（極性 53 種類混合）  
いずれも林純薬工業製
- 検量線  
絶対検量線、一点検量線（2.5 ppb）
- 検量線希釈溶媒  
下記①：②：③：④の混合液（5：10：3：2）  
①アセトニトリル  
②0.4%ギ酸含有メタノール・水（8/2）  
③メタノール・水（8/2）  
④水
- 自動処理時間  
約10分

### Sample



### Information

水分：12.4%  
脂質：19.7%  
脂肪酸：17.78%  
タンパク質：33.8%

水分量が少ないため抽出時に水10mLを添加した。

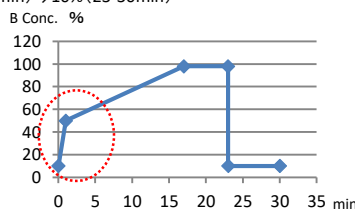
大豆はミルで粉状に細かく粉砕

### LC/MS/MS分析条件

装置	MS: QTRAP® 4500 LC/MS/MSシステム (SCIEX) LC: ExionLC™ (SCIEX)
分析カラム	L-column2 ODS 2.1mm I.D. × 150mm L. 粒子径 3.0 $\mu$ m (化学物質評価研究機構)
移動相	A: 0.5mM 酢酸アンモニウム水溶液 B: 0.5mM 酢酸アンモニウム含有メタノール
グラジエント条件	B conc. (%) 10%→50%(0-1min)→98%(1-17min)→98%(17-23min)→10%(23-30min)
分析時間	30min (Pos/Negスイッチング)
流速	0.2mL/min
注入量	1 $\mu$ L
イオン化モード	ESI Positive/Negative
イオンスプレー電圧	4500V/-4500V
イオンソース温度	350°C
測定モード	sMRM (scheduled Multiple Reaction Monitoring)



QTRAP® 4500LC/MS/MSシステム, ExionLC™ AD



\*グラジエント:アセフェートなどの高極性農薬のピーク形状が改善

### 結果

添加回収試験結果は裏面参照。

AiSTI SCIENCE

### Product

試験管ラック  
Smart-SPE C18-50  
Smart-SPE C18-30  
Smart-SPE PSA-30

株式会社アイスティサイエンス

〒640-8341  
和歌山市黒田120-6 アソト黒田2F  
TEL. 073-475-0033  
FAX. 073-497-5011

www.aisti.co.jp

No.	Sample Name	絶対	マトリクス	No.	Sample Name	絶対	マトリクス	No.	Sample Name	絶対	マトリクス
		検量線	検量線			検量線	検量線			検量線	検量線
		回収率(%)	回収率(%)			回収率(%)	回収率(%)			回収率(%)	回収率(%)
1	1-Naphthylacetamide	79	101	75	Fenpyroximate Z	65	78	149	Propaquizafop	79	94
2	3-OH-carbofuran	103	113	76	Fensulfothion	100	109	150	Propoxur	92	102
3	Abamectin	62	67	77	Ferimzone EandZ	96	97	151	Propoxycarbazone	72	95
4	Acephate	75	92	78	Flazasulfuron	73	111	152	Prosulfuron	68	134
5	Acetamidiprid	87	108	79	Florasulam	70	93	153	Pyraclostrobin	99	106
6	Acibenzolar-S-methyl	84	95	80	Fluazifop	113	106	154	Pyrazolynate	91	97
7	Aldicarb	101	112	81	Flufenacet	100	120	155	Pyrazosulfuron-ethyl	103	108
8	Aldoxycarb	94	104	82	Flufenoxuron	81	93	156	Pyriftalid	100	112
9	Anilofos	94	104	83	Flumetsulam	60	105	157	Pyroquilon	95	104
10	Aramite	89	93	84	Fluridone	96	109	158	Quinoclamine	86	89
11	Atrazine	76	92	85	Flusilazole	85	104	159	Quizalofop-ethyl	90	95
12	Azafenidin	94	107	86	Flutriafol	74	109	160	Simazine	95	106
13	Azamethiphos	84	107	87	Foramsulfuron	127	95	161	Simeconazole	101	114
14	Azimsulfuron	97	103	88	Forchlorfenuron	55	101	162	Simetryn	97	112
15	Azinphos-methyl	91	107	89	Fosthiazate1and2	97	114	163	Spinosyn A	91	101
16	Azoxystrobin	102	107	90	Furametpyr	105	110	164	Spinosyn D	88	94
17	Bendiocarb	99	104	91	Furathiocarb	81	97	165	Spiroxamine-AandB	96	107
18	Bensulfuron-methyl	106	116	92	Halosulfuron-methyl	103	97	166	Sulfentrazone	100	113
19	Benzenefenap	100	103	93	Haloxifop	95	107	167	Sulfosulfuron	119	117
20	Bitertanol	95	101	94	Hexaconazole	92	107	168	TCMTB	33	37
21	Boscalid	92	104	95	Hexaflumuron	115	126	169	Tebufenozide	95	111
22	Bromacil	87	109	96	Hexazinon	92	106	170	Tebuthiuron	95	106
23	Butafenacil	117	118	97	Hexythiazox	74	83	171	Teflubenzuron	87	90
24	Carbaryl	101	97	98	Imazalil	95	112	172	Tetrachlorvinphos	100	109
25	Carbofuran	77	101	99	Imazamethabenz-methyl	99	104	173	Tetraconazole	83	96
26	Carboxin	95	103	100	Imazaquin	83	91	174	Thiabendazole	89	94
27	Carpropamide	97	107	101	Imazosulfuron	108	116	175	Thiacloprid	97	112
28	Chloridazon	96	109	102	Imibenconazole	144	108	176	Thiamethoxam	80	98
29	Chlorimuron-ethyl	111	98	103	Imibenconazole debenzyl	85	113	177	Thidiazuron	98	108
30	Chlorsulfuron	93	100	104	Imidacloprid	84	107	178	Thifensulfuron-methyl	109	94
31	Chlorxuron	96	103	105	Indanofan	92	98	179	Thifluzamide	94	102
32	Chromafenozide	95	106	106	Indoxacarb	93	113	180	Thiodicarb	10	10
33	Cinosulfuron	110	107	107	Iodosulfuron-methyl	104	118	181	Tolfenpyrad	78	84
34	Clodinafop acid	79	89	108	Iprodion	63	126	182	Tralkoxydim	75	88
35	Clofentezine	69	81	109	Iprovalicarb	102	122	183	Triadimenol	91	117
36	Clomeprop	74	99	110	Isoprocarb	96	108	184	Triasulfuron	98	123
37	Cloquintocet-mexyl	86	95	111	Isoxaflutole	100	106	185	Tricyclazole	86	96
38	Cloransulam-methyl	107	111	112	Isoxathion-oxon	61	70	186	Tridemorph E	95	99
39	Clothianidin	68	117	113	Lactofen	97	109	187	Tridemorph Z	98	109
40	Cymururon	95	107	114	Lenacil	61	100	188	Trifloxysulfuron	112	95
41	Cyanazine	59	110	115	Linuron	85	106	189	Triflumuron	87	98
42	Cyazofamid	113	98	116	Lufenuron	99	98	190	Triflusaluron methyl	125	117
43	Cycloate	70	80	117	Mepanipyrim	87	93	191	Triticonazole	90	105
44	Cyclosulfamuron	97	103	118	Mesosulfuron-methyl	114	101	192	XMC	99	103
45	Cyflufenamide	96	107	119	Methabenzthiazuron	106	106				
46	Cyproconazole-1	70	104	120	Methamidophos	62	88	ネガティブキーワード対象成分			
47	Cyproconazole-2	96	101	121	Methiocarb	100	107	193	2-4-D	82	91
48	Cyprodinil	80	88	122	Methomyl	136	186	194	2-4-DP (Dichlorprop)	83	98
49	DDVP	68	70	123	Methoxyfenozide	98	108	195	4-Chlorophenoxyacetic acid	78	86
50	Demeton-S-methyl	118	110	124	Metosulam	121	117	196	Acifluorfen	73	87
51	Di-allate	80	75	125	Metsulfuron-methyl	111	114	197	Bromoxynil	91	104
52	Dichlosulam	96	112	126	MevinphosE	111	126	198	Cloprop	88	98
53	Diclomezine	95	96	127	MevinphosZ	87	78	199	Cyclanilide	72	80
54	Diclotopos	101	110	128	Monocrotophos	98	94	200	Dicloran	77	103
55	Difenoconazole1and2	91	108	129	Monolinuron	104	116	201	Fluroxypyr	79	91
56	Difflubenzuron	77	93	130	Myclobutanil	90	116	202	Fomesafen	120	101
57	Dimethirimol	85	102	131	Naproanilide	97	109	203	Gibberellin	75	104
58	Dimethoate	103	110	132	Naptalam	90	89	204	Hexaflumuron-n	97	102
59	DimethomorphE	102	113	133	Norflurazon	96	111	205	loxylnil	91	92
60	DimethomorphZ	100	118	134	Novaluron	91	119	206	Lufenuron-n	88	97
61	Dimeton-s-methyl	114	107	135	Omethoate	81	106	207	MCPA	97	96
62	Diuron	101	103	136	Oxadixyl	102	105	208	MCPB	102	105
63	Dymuron	91	107	137	Oxamyl	82	100	209	MCPP (Mecoprop)	90	97
64	Epoxiconazole	96	106	138	Oxaziclomefone	80	99	210	Methoxyfenozide-n	86	116
65	Ethametsulfuron-methyl	104	118	139	Oxycarboxin	101	104	211	Naphthaleneacetic acid	102	105
66	Ethoxysulfuron	91	89	140	Pencycuron	93	105	212	Naproanilide-n	90	96
67	Fenamidon	94	102	141	Penoxsulam	134	110	213	Norflurazon-n	91	109
68	Fenamiphos	95	107	142	Pentoxazone	11	12	214	Oryzalin	107	116
69	Fenbuconazole	91	103	143	Phenmedipham	90	105	215	Thidiazuron-n	94	101
70	Fenhexamid	100	107	144	PhosphamidoneE	105	136	216	Triclopyr	80	86
71	Fenobucarb	98	108	145	PhosphamidoneZ	105	118	217	Trifluzamide	105	110
72	Fenoxaprop-ethyl	171	87	146	Primicarb	90	105				
73	Fenoxycarb	92	107	147	Primisulfuron methyl	114	96				
74	Fenpyroximate F	85	89	148	Prohydrojasmon1and2	85	54				

\* 絶対検量線を使用 マトリクス効果を確認するためにマトリクス検量線による回収率も算出