

# 大豆

## STQ-LC法（全自動固相抽出装置ST-L400）



ST-L400  
For STQ Method

Sample



Information

水分 : 12.4%  
脂質 : 19.7%  
脂肪酸 : 17.78%  
たんぱく質 : 33.8%

大豆はミルで粉状に粉砕

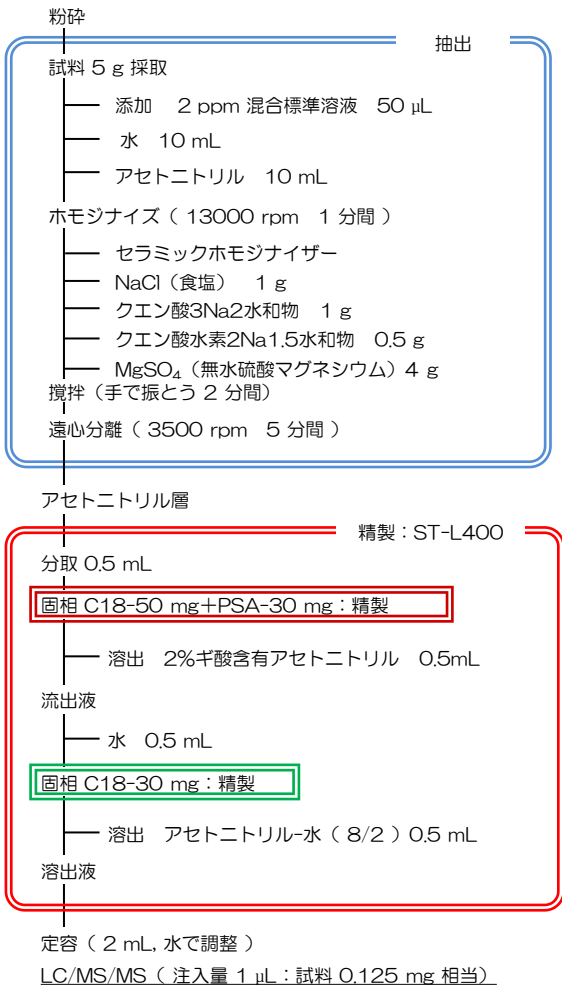
AiSTI SCIENCE

Product

ST-L400  
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

前処理フロー



【添加回収試験】

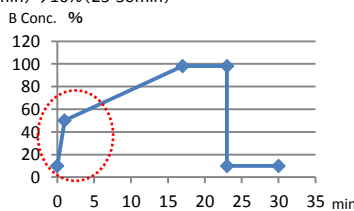
- 粉砕方法  
常温粉砕（ミル使用）
- 添加濃度  
試料中0.02ppm（測定濃度 2.5 ppb）
- 標準溶液  
PL2005 MIX-4, 5, 6, 7, 8, 9, 10  
STQ法用農薬混合標準溶液（極性 53 種類混合）  
いずれも林純薬工業製
- 検量線  
絶対検量線、一点検量線（2.5 ppb）
- 検量線希釈溶媒  
下記①：②：③：④の混合液（1：1：1：1）  
①アセトニトリル  
②2%ギ酸含有アセトニトリル  
③アセトニトリル-水（8/2）  
④水
- 自動処理時間  
約10 分/検体

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 3.0μm (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	1μL
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。

No. Sample Name	溶媒stdを 用いた場合 <sup>a)</sup>		マトリクスstdを 用いた場合 <sup>b)</sup>		No. Sample Name	溶媒stdを 用いた場合 <sup>a)</sup>		マトリクスstdを 用いた場合 <sup>b)</sup>		No. Sample Name	溶媒stdを 用いた場合 <sup>a)</sup>		マトリクスstdを 用いた場合 <sup>b)</sup>	
	回収率 (%)	回収率 (%)	回収率 (%)	回収率 (%)		回収率 (%)	回収率 (%)	回収率 (%)	回収率 (%)		回収率 (%)	回収率 (%)	回収率 (%)	
1 1-Naphthylacetamide	57	93	74 Fenpyroximate Z	77	82	147 Propoxur	92	101						
2 3-OH-carbofuran	77	99	75 Fensulfothion	94	103	148 Propoxycarbazono	87	81						
3 Abamectin	80	86	76 Ferimzone EandZ	90	93	149 Proxulfuron	70	93						
4 Acephate	72	91	77 Flazasulfuron	76	98	150 Pyraclostrobin	93	103						
5 Acetamidrid	94	108	78 Florasulam	99	93	151 Pyrazolynate	87	98						
6 Acibenzolar-S-methyl	91	94	79 Fluazifop	89	95	152 Pyrazosulfuron-ethyl	87	101						
7 Aldicarb	103	102	80 Flufenacet	99	101	153 Pyriftalid	104	101						
8 Aldoxycarb	104	109	81 Flufenoxuron*	85	98	154 Pyroquilon	92	98						
9 Anilofos	89	104	82 Flumetsulam	93	111	155 Quinoclamine	77	74						
10 Aramite	83	93	83 Fluridone	96	102	156 Quizalofop-ethyl	83	95						
11 Atrazine	89	95	84 Flusilazole	93	107	157 Simazine	84	95						
12 Azafenidin	92	96	85 Flutriafol	90	118	158 Simeconazole	91	105						
13 Azamethiphos	73	96	86 Foramsulfuron	89	90	159 Simetryn	87	92						
14 Azimsulfuron	88	103	87 Forchlorfenuron	84	96	160 Spinosyn A	80	87						
15 Azinphos-methyl	87	97	88 Fosthiazate1and2	93	104	161 Spinosyn D	74	82						
16 Azoxystrobin	96	103	89 Furametpyr	104	99	162 Spiroxamine-AandB	91	93						
17 Bendiocarb	113	109	90 Furathiocarb	71	73	163 Sulfentrazone	95	97						
18 Bensulfuron-methyl	94	98	91 Halosulfuron-methyl	77	92	164 Sulfofuron	102	99						
19 Benzofenap	94	96	92 Haloxyfop	87	90	165 TCMTB	2	2						
20 Bitertanol	97	98	93 Hexaconazole	93	95	166 Tebufenozide	95	96						
21 Boscalid	97	99	94 Hexaflumuron*	88	96	167 Tebutiuron	88	97						
22 Bromacil	74	102	95 Hexazinon	92	96	168 Teflufenzuron	96	92						
23 Butafenacil	97	109	96 Hexythiazox	73	78	169 Tetrachlorvinphos	85	102						
24 Carbaryl	82	88	97 Imazalil	94	97	170 Tetraconazole	92	105						
25 Carbofuran	111	125	98 Imazamethabenz-methyl	95	116	171 Thiabendazole	81	86						
26 Carboxin	87	97	99 Imazaquin	90	80	172 Thiachlopid	90	111						
27 Carpropamide	92	99	100 Imazosulfuron	37	82	173 Thiamethoxam	80	108						
28 Chloridazon	85	99	101 Imibenconazole	70	96	174 Thidiazuron*	76	84						
29 Chlorimuron-ethyl	89	93	102 Imidacloprid	66	112	175 Thifensulfuron-methyl	93	110						
30 Chlorsulfuron	86	94	103 Indanofan	98	102	176 Thifluzamide*	100	97						
31 Chlorsuron	88	101	104 Indoxacarb	94	98	177 Thiodicarb <sup>1)</sup>	0	1						
32 Chromafenozide	103	97	105 Iodosulfuron-methyl	78	99	178 Tolfenpyrad	78	85						
33 Cinosulfuron	106	112	106 Iprovalicarb	91	102	179 Tralkoxydim	71	79						
34 Clodinafop acid	95	91	107 Isoprocab	95	102	180 Triadimenol	88	102						
35 Clofentezine	56	53	108 Isoxaflutole	88	97	181 Triasulfuron	82	109						
36 Clomeprop	69	87	109 Isoxathion-oxon	31	33	182 Tricyclazole	87	95						
37 Cloquintocet-mexyl	88	90	110 Lactofen	82	92	183 Tridemorph E	80	83						
38 Cloransulam-methyl	86	95	111 Lenacil	84	97	184 Tridemorph Z	74	81						
39 Clothianidin	67	110	112 Linuron	91	98	185 Trifloxysulfuron	96	96						
40 Cumyruron	103	107	113 Lufenuron*	85	92	186 Triflumuron	90	96						
41 Cyanazine	63	92	114 Mepanipyrim	81	92	187 Triflusaluron methyl	87	94						
42 Cyazofamid	99	91	115 Mesosulfuron-methyl	97	105	188 Triticonazole	87	96						
43 Cycloate	77	80	116 Methabenzthiazuron	88	97	189 XMC	101	104						
44 Cyclosulfamuron	86	99	117 Methamidophos	69	80	ネガティブモード対象成分								
45 Cyflufenamide	96	100	118 Methiocarb	101	106	190 2-4-D	67	74						
46 Cyproconazole-1	86	100	119 Methomyl <sup>1)</sup>	164	179	191 2-4-DP (Dichlorprop)	81	87						
47 Cyproconazole-2	83	101	120 Methoxyfenozide*	89	104	192 4-Chlorophenoxyacetic acid	70	71						
48 Cyprodinil	89	92	121 Metosulam	82	100	193 Acifluorfen	77	82						
49 DDVP	41	38	122 Metsulfuron-methyl	94	100	194 Bromoxynil	81	91						
50 Demeton-S-methyl	96	89	123 MevinphosE	90	108	195 Cloprop	82	87						
51 Di-allate	85	91	124 MevinphosZ	35	42	196 Cyclanilide	74	73						
52 Dichlosulam	107	99	125 Monocrotophos	89	97	197 Fluroxypyr	83	82						
53 Diclomezine	100	85	126 Monolinuron	87	95	198 Fomesafen	96	93						
54 Dicrotophos	91	100	127 Myclobutanil	90	110	199 Gibberellin	71	76						
55 Difenconazole 1and2	91	95	128 Naproanilide*	88	102	200 Hexaflumuron-n*	96	102						
56 Diflufenazuron	100	111	129 Naptalam	73	82	201 Ioxynil	82	85						
57 Dimethirimol	86	85	130 Norflurazon*	109	112	202 Lufenuron-n*	96	92						
58 Dimethoate	99	94	131 Novaluron	99	88	203 MCPA	81	81						
59 DimethomorphE	94	92	132 Omethoate	88	92	204 MCPB	94	99						
60 DimethomorphZ	102	104	133 Oxadixyl	100	102	205 MCPP (Mecoprop)	88	91						
61 Diuron	94	105	134 Oxamyl	90	96	206 Methoxyfenozide-n*	98	102						
62 Dymuron	103	94	135 Oxaziclomefone	93	89	207 Naproanilide-n*	92	94						
63 Epoxiconazole	101	97	136 Oxycarboxin	91	118	208 Norflurazon-n*	96	102						
64 Ethametsulfuron-methyl	71	103	137 Pencycuron	91	94	209 Oryzalin	99	98						
65 Ethoxysulfuron	83	89	138 Penoxsulam	88	119	210 Thidiazuron-n*	80	86						
66 Fenamidone	84	96	139 Pentoxazone	1	1	211 Triclopyr	76	76						
67 Fenamiphos	97	102	140 Phenmedipham	95	104	212 Thifluzamide-n*	96	100						
68 Fenbuconazole	98	107	141 PhosphamidoneE	94	93									
69 Fenhexamid	90	78	142 PhosphamidoneZ	93	95									
70 Fenobucarb	93	95	143 Primidicarb	98	99									
71 Fenoxaprop-ethyl	92	94	144 Primisulfuron methyl	79	90									
72 Fenoxycarb	92	105	145 Prohydrojasmon 1and2	95	93									
73 Fenpyroximate E	81	92	146 Propaquizafop	85	96									

n=5、添加濃度：試料中0.02ppm(測定濃度2.5ppb) \*：ポジティブ、ネガティブ両モードで測定  
a)添加回収サンプル÷溶媒std×100 b)添加回収サンプル÷マトリクスstd×100  
1)ThiodicarbがMethomylに分解