

# ほうれん草

## STQ-LC法 (全自動固相抽出装置ST-L400)



全自動固相抽出装置  
**ST-L400**  
For STQ Method

### 前処理フロー

予冷式ドライアイス凍結粉砕

試料 10g 採取

2ppm混合標準溶液 50 $\mu$ L

アセトニトリル 10mL

ホモジナイズ(13,000rpm 1分間)

塩化ナトリウム 1g

クエン酸3Na2水和物 1g

クエン酸水素2Na1.5水和物 0.5g

無水硫酸マグネシウム 4g

攪拌 (手で振とう 1分間)

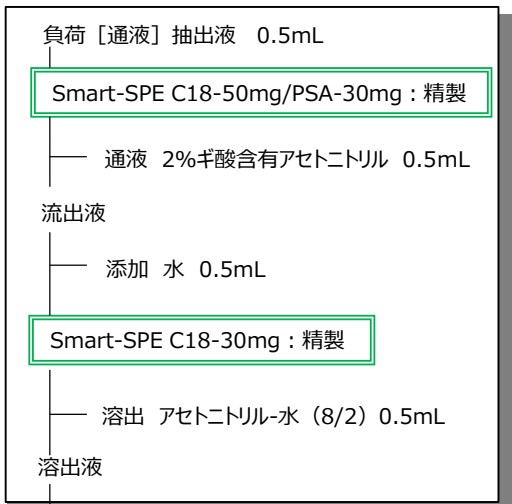
遠心分離 (3,500rpm 5分間)

アセトニトリル層 (抽出液)

試料瓶に分取 2mL  
(ST-L400にセット)

### ST-L400

約10分/検体



定容 (2mL) ; 水で調整

LC-MS/MS

(注入量 2 $\mu$ L ; 試料 0.5mg相当)

### 前処理ポイント

ほうれん草には緑色のクロロフィルが多く含まれています。本方法ではGCKを使用していませんがC18-50 mgとC18-30 mgを使用することでそのほとんどを取り除くことができました。

### 実験方法

- 粉砕方法 : 予冷式ドライアイス凍結粉砕法
  - 添加濃度 (試料中) : **0.01 ppm**
  - 最終バイアル中濃度 : **2.5 ppb**
  - 標準溶液 : \*いずれも林純薬工業製
  - PL2005 MIX-4,5,6,7,8,9,10,STQ法用農薬混合標準液
  - 検量線 : 1点 : 2.5ppb 直線検量線
  - 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%酢酸含有アセトニトリル  
③アセトニトリル-水 (8/2) ④水
- 使用機器 :



全自動固相抽出装置  
ST-L400  
(アイステイサイエンス)



UHPLC(Nexera X2)  
及びLCMS-8045  
(島津製作所)

### 測定条件

【LC条件】

分析カラム : Shim-pack FC-ODS  
(2.0 mmI.D.  $\times$  150 mmL., 3  $\mu$ m)

移動相 A液 : 0.5mM酢酸アンモニウム水溶液

B液 : 0.5mM酢酸アンモニウムメタノール

流速 : 0.2 mL/min

グラジエント : B.Conc15%(0 min) $\rightarrow$ 40%(1-3.5 min) $\rightarrow$

50%(6 min) $\rightarrow$ 55%(8 min) $\rightarrow$ 95%(17.5-30 min) $\rightarrow$

15%(30.01-40min)

分析時間 : 40分

注入量 : 2  $\mu$ L (+ 40  $\mu$ L水共注入)

カラム温度 : 40  $^{\circ}$ C

【MS条件】

イオン化モード : ESI positive and negative

ネブライザーガス流量 : 2 L/min

ヒートアップガス流量 : 10 L/min

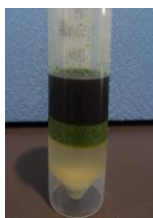
インターフェース温度 : 200  $^{\circ}$ C

DL温度 : 250  $^{\circ}$ C

ヒートブロック温度 : 400  $^{\circ}$ C

ドライングガス流量 : 10 L/min

測定モード : MRM



遠心分離後



精製後の固相

### 結果と考察

一部の成分で測定時に夾雑成分の影響を受けましたが、概ね良好な結果が得られました。

### Sample



### Information

水分 : 92.4%  
脂質 : 0.4%  
脂肪酸 : 0.23%  
たんぱく質 : 2.2%

ほうれん草は、赤色根部を含み、ひげ根及び変質葉を除去したものです。

### Key Word

残留農薬分析  
STQ法  
自動前処理装置  
固相抽出

**AiSTI SCIENCE**

### Product

ST-L400  
Smart-SPE C18-50  
Smart-SPE C18-30  
Smart-SPE PSA-30  
予冷式ドライアイス凍結粉砕キット

株式会社アイステイサイエンス

[www.aisti.co.jp](http://www.aisti.co.jp)

お問い合わせ先

TEL. 073-475-0033

E-Mail; [as@aisti.co.jp](mailto:as@aisti.co.jp)

| No. | 化合物名                          | 極性 <sup>a)</sup> | 溶解stdを用いた場合 <sup>b)</sup> |                   | マトリクスstdを用いた場合 <sup>c)</sup> |                       | No. | 化合物名              | 極性 <sup>a)</sup>  | 溶解stdを用いた場合 <sup>b)</sup> |                         | マトリクスstdを用いた場合 <sup>c)</sup> |                   | No.               | 化合物名 | 極性 <sup>a)</sup> | 溶解stdを用いた場合 <sup>b)</sup> |        | マトリクスstdを用いた場合 <sup>c)</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(%) |                              |  |
| 1   | (E)-Fenpyroximate             | P                | 75                        | 87                | 76                           | Fenamidone            | P   | 91                | 97                | 151                       | Omethoate               | P                            | 81                | 95                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 2   | (E,Z)-Ferimzone               | P                | 97                        | 92                | 77                           | Fenamiphos            | P   | 97                | 93                | 152                       | Oryzalin                | P                            | 102               | 103               |      |                  |                           |        |                              |  |
| 3   | (Z)-Fenpyroximate             | P                | 86                        | 92                | 78                           | Fenbuconazole         | P   | 92                | 96                | 153                       | Oryzalin                | N                            | 102               | 119               |      |                  |                           |        |                              |  |
| 4   | 1-naphthaleneacetamide        | P                | 79                        | 108               | 79                           | Fenhexamid            | P   | 81                | 84                | 154                       | Oxadixyl                | P                            | 92                | 99                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 5   | 2,4-PA                        | N                | 73                        | 78                | 80                           | Fenhexamid            | N   | 74                | 70                | 155                       | Oxamyl                  | P                            | 86                | 96                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 6   | 4-Chlorophenoxyacetic acid    | N                | 75                        | 65                | 81                           | Fenobucarb            | P   | 92                | 97                | 156                       | Oxaziclofene            | P                            | 95                | 98                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 7   | Acephate                      | P                | 68                        | 93                | 82                           | Fenoxaprop-ethyl      | P   | 91                | 98                | 157                       | Oxycarboxin             | P                            | 88                | 104               |      |                  |                           |        |                              |  |
| 8   | Acetamidiprid                 | P                | 89                        | 100               | 83                           | Fenoxycarb            | P   | 93                | 97                | 158                       | Pencycuron              | P                            | 88                | 94                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 9   | Acibenzolar-S-methyl          | P                | 80                        | 80                | 84                           | Fensulfothion         | P   | 93                | 99                | 159                       | Penoxsulam              | P                            | 109               | 98                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 10  | Acifluorfen                   | N                | 74                        | 71                | 85                           | Flazasulfuron         | P   | 80                | 92                | 160                       | Phenmedipham            | P                            | 86                | 94                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 11  | Aldicarb                      | P                | 104                       | 105               | 86                           | Florasulam            | P   | 79                | 103               | 161                       | Phosphamidon            | P                            | 98                | 97                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 12  | Aldicarb-sulfone (Aldoxycarb) | P                | 84                        | 100               | 87                           | Fluazifop             | P   | 74                | 97                | 162                       | Pirimicarb              | P                            | 89                | 98                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 13  | Anilofos                      | P                | 98                        | 98                | 88                           | Fluazifop             | N   | 91                | 96                | 163                       | Primisulfuron-methyl    | P                            | 116               | 90                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 14  | Aramite                       | P                | 94                        | 99                | 89                           | Flufenacet            | P   | 98                | 98                | 164                       | Primisulfuron-methyl    | N                            | 186               | 90                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 15  | Atrazine                      | P                | 95                        | 100               | 90                           | Flufenoxuron          | P   | 28 <sup>1)</sup>  | 37 <sup>2)</sup>  | 165                       | Prohydrojasmon          | P                            | 109               | 108               |      |                  |                           |        |                              |  |
| 16  | Avermectin B1a                | P                | 70                        | 92                | 91                           | Flumetsulam           | P   | 86                | 99                | 166                       | Propaquizafop           | P                            | 95                | 98                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 17  | Azamethiphos                  | P                | 98                        | 99                | 92                           | Fluridone             | P   | 96                | 101               | 167                       | Propoxur                | P                            | 99                | 101               |      |                  |                           |        |                              |  |
| 18  | Azimsulfuron                  | P                | 81                        | 101               | 93                           | Fluroxypyr            | P   | 79                | 86                | 168                       | Propoxycarbazon-sodium  | P                            | 211               | 107               |      |                  |                           |        |                              |  |
| 19  | Azinphos-methyl               | P                | 88                        | 105               | 94                           | Fluroxypyr            | N   | 72                | 69                | 169                       | Prosulfuron             | P                            | 94                | 105               |      |                  |                           |        |                              |  |
| 20  | Azoxystrobin                  | P                | 98                        | 97                | 95                           | Flusilazole           | P   | 88                | 91                | 170                       | Prosulfuron             | N                            | 94                | 112               |      |                  |                           |        |                              |  |
| 21  | Bendiocarb                    | P                | 95                        | 101               | 96                           | Flutriafol            | P   | 79                | 106               | 171                       | Pyraclostrobin          | P                            | 96                | 101               |      |                  |                           |        |                              |  |
| 22  | Bensulfuron-methyl            | P                | 99                        | 97                | 97                           | Fomesafen             | N   | 115               | 103               | 172                       | Pyrazolynate            | P                            | 96                | 92                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 23  | Benzofenap                    | P                | 86                        | 97                | 98                           | Foramsulfuron         | P   | 65                | 87                | 173                       | Pyrazosulfuron-ethyl    | P                            | 83                | 99                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 24  | Bitertanol                    | P                | 92                        | 96                | 99                           | Forchlorfenuron       | P   | 81                | 88                | 174                       | Pyritalid               | P                            | 93                | 97                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 25  | Boscalid                      | P                | 87                        | 96                | 100                          | Fosthiazate           | P   | 94                | 98                | 175                       | Pyroquilon              | P                            | 83                | 93                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 26  | Bromacil                      | P                | 87                        | 100               | 101                          | Furametpyr            | P   | 91                | 97                | 176                       | Quinoclamine            | P                            | 66                | 91                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 27  | Bromoxynil                    | N                | 100                       | 85                | 102                          | Furathiocarb          | P   | 87                | 89                | 177                       | Quizalofop-ethyl        | P                            | 90                | 100               |      |                  |                           |        |                              |  |
| 28  | Butafenacil                   | P                | 97                        | 101               | 103                          | Gibberellic acid      | N   | 65                | 84                | 178                       | Simazine                | P                            | 90                | 96                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 29  | Carbaryl                      | P                | 85                        | 101               | 104                          | Halosulfuron-methyl   | P   | 89                | 96                | 179                       | Simeconazole            | P                            | 84                | 91                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 30  | Carbofuran                    | P                | 95                        | 108               | 105                          | Halosulfuron-methyl   | N   | 108               | 101               | 180                       | Simetryn                | P                            | 93                | 100               |      |                  |                           |        |                              |  |
| 31  | Carbofuran-3-hydroxy          | P                | 84                        | 99                | 106                          | Haloxifop             | P   | 74                | 95                | 181                       | Spinosyn A              | P                            | 85                | 86                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 32  | Carboxin                      | P                | 106                       | 73                | 107                          | Hexaconazole          | P   | 82                | 91                | 182                       | Spinosyn D              | P                            | 106               | 85                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 33  | Carpropamid                   | P                | 91                        | 96                | 108                          | Hexaflumuron          | N   | 114               | 96                | 183                       | Spiroxamine             | P                            | 92                | 93                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 34  | Chloridazon                   | P                | 83                        | 98                | 109                          | Hexazinone            | P   | 92                | 96                | 184                       | Sulfentrazone           | P                            | 85                | 115               |      |                  |                           |        |                              |  |
| 35  | Chlorimuron-ethyl             | P                | 135                       | 92                | 110                          | Hexythiazox           | P   | 86                | 93                | 185                       | Sulfosulfuron           | P                            | 92                | 95                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 36  | Chloroxuron                   | P                | 101                       | 98                | 111                          | Imazalil              | P   | 92                | 94                | 186                       | Tebufenozide            | P                            | 94                | 100               |      |                  |                           |        |                              |  |
| 37  | Chlorsulfuron                 | P                | 94                        | 122               | 112                          | Imazamethabenz-methyl | P   | 97                | 101               | 187                       | Tebuthiuron             | P                            | 88                | 98                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 38  | Chromafenozide                | P                | 94                        | 98                | 113                          | Imazaquin             | P   | 85                | 88                | 188                       | Teflubenzuron           | N                            | 105               | 99                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 39  | Cinosulfuron                  | P                | 90                        | 97                | 114                          | Imazaquin             | N   | 64                | 73                | 189                       | Tetrachlorvinphos       | P                            | 91                | 97                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 40  | Clodinafop                    | P                | 73                        | 97                | 115                          | Imazosulfuron         | P   | 76                | 98                | 190                       | Tetraconazole           | P                            | 78                | 95                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 41  | Clodinafop                    | N                | 83                        | 94                | 116                          | Imibenconazole        | P   | 78                | 93                | 191                       | Thiabendazole           | P                            | 84                | 88                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 42  | Clofentezine                  | P                | 87                        | 90                | 117                          | Imidacloprid          | P   | 96                | 101               | 192                       | Thiacloprid             | P                            | 86                | 99                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 43  | Clomeprop                     | P                | 90                        | 100               | 118                          | Indanofan             | P   | 100               | 103               | 193                       | Thiamethoxam            | P                            | 245 <sup>1)</sup> | 427 <sup>2)</sup> |      |                  |                           |        |                              |  |
| 44  | Cloprop                       | N                | 88                        | 87                | 119                          | Indoxacarb            | P   | 108               | 94                | 194                       | Thidiazuron             | P                            | 73                | 91                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 45  | Cloquintocet-mexyl            | P                | 92                        | 91                | 120                          | Iodosulfuron-methyl   | P   | 90                | 97                | 195                       | Thifensulfuron-methyl   | P                            | 106               | 96                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 46  | Cloransulam-methyl            | P                | 94                        | 100               | 121                          | Ioxynil               | N   | 92                | 93                | 196                       | Thifluzamide            | P                            | 113               | 126               |      |                  |                           |        |                              |  |
| 47  | Clothianidin                  | P                | 154 <sup>1)</sup>         | 204 <sup>2)</sup> | 122                          | Iprovalicarb          | P   | 93                | 99                | 197                       | Thiodicarb              | P                            | 49 <sup>3)</sup>  | 51 <sup>3)</sup>  |      |                  |                           |        |                              |  |
| 48  | Cumyluron                     | P                | 89                        | 98                | 123                          | Isoprocarb            | P   | 99                | 103               | 198                       | Tolfenpyrad             | P                            | 91                | 94                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 49  | Cyanazine                     | P                | 76                        | 107               | 124                          | Isoxaflutole          | P   | 92                | 104               | 199                       | Tralkoxydim1            | P                            | 99                | 114               |      |                  |                           |        |                              |  |
| 50  | Cyazofamid                    | P                | 97                        | 98                | 125                          | Isoxathion-oxon       | P   | 60                | 62                | 200                       | Tralkoxydim2            | P                            | 84                | 88                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 51  | Cyclanilide                   | N                | 86                        | 84                | 126                          | Lactofen              | P   | 98                | 99                | 201                       | Triadimenol             | P                            | 78                | 95                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 52  | Cycloate                      | P                | 85                        | 82                | 127                          | Lenacil               | P   | 84                | 101               | 202                       | Triasulfuron            | P                            | 82                | 104               |      |                  |                           |        |                              |  |
| 53  | Cyclosulfamuron               | P                | 92                        | 91                | 128                          | Linuron               | P   | 94                | 98                | 203                       | Tribenuron-methyl       | P                            | 67                | 78                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 54  | Cyflufenamid                  | P                | 97                        | 101               | 129                          | Lufenuron             | N   | 77                | 97                | 204                       | Triclopyr               | N                            | 89                | 81                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 55  | Cyproconazole1                | P                | 85                        | 99                | 130                          | MCPA                  | N   | 74                | 75                | 205                       | Tricyclazole            | P                            | 77                | 89                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 56  | Cyproconazole2                | P                | 85                        | 97                | 131                          | MCPB                  | N   | 102               | 102               | 206                       | Tridemorph (E)          | P                            | 83                | 85                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 57  | Cyprodinil                    | P                | 93                        | 91                | 132                          | Mecoprop              | N   | 160               | 88                | 207                       | Tridemorph (Z)          | P                            | 81                | 87                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 58  | Daimuron                      | P                | 96                        | 99                | 133                          | Mepanipyrim           | P   | 93                | 92                | 208                       | Trifloxysulfuron        | P                            | 92                | 100               |      |                  |                           |        |                              |  |
| 59  | Demeton-S-methyl              | P                | 98                        | 94                | 134                          | Mesosulfuron-methyl   | P   | 86                | 98                | 209                       | Triflumuron             | P                            | 93                | 94                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 60  | Di-allate                     | P                | 103                       | 100               | 135                          | Methabenzthiazuron    | P   | 87                | 99                | 210                       | Triflurosulfuron-methyl | P                            | 107               | 96                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 61  | Dichlorprop                   | N                | 146                       | 83                | 136                          | Methamidophos         | P   | 58                | 85                | 211                       | Triticonazole           | P                            | 84                | 91                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 62  | Dichlorvos                    | P                | 104                       | 99                | 137                          | Methiocarb            | P   | 96                | 97                | 212                       | XMC                     | P                            | 93                | 98                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 63  | Diclomezine                   | P                | 78                        | 99                | 138                          | Methomyl              | P   | 119 <sup>1)</sup> | 122 <sup>3)</sup> | 213                       | TCMTB                   | P                            | 72                | 70                |      |                  |                           |        |                              |  |
| 64  | Diclosulam                    | P                | 101                       | 92                | 139                          | Methoxyfenozide       | P   | 91                | 96                |                           |                         |                              |                   |                   |      |                  |                           |        |                              |  |
| 65  | Dicrotophos                   | P                | 95                        | 96                | 140                          | Metosulam             | P   | 100               | 100               |                           |                         |                              |                   |                   |      |                  |                           |        |                              |  |
| 66  | Difenoconazole                | P                | 80                        | 94                | 141                          | Metsulfuron-methyl    | P   | 119               | 93                |                           |                         |                              |                   |                   |      |                  |                           |        |                              |  |
| 67  | Diflubenzuron                 | P                | 96                        | 97                | 142                          | Mevinphos(E)          | P   | 101               | 103               |                           |                         |                              |                   |                   |      |                  |                           |        |                              |  |
| 68  | Dimethirimol                  | P                | 93                        | 95                | 143                          | Mevinphos(Z)          | P   | 106               | 93                |                           |                         |                              |                   |                   |      |                  |                           |        |                              |  |
| 69  | Dimethoate                    | P                | 87                        | 100               | 144                          | Monocrotophos         | P   | 96                | 97                |                           |                         |                              |                   |                   |      |                  |                           |        |                              |  |
| 70  | Dimethomorph (E)              | P                | 90                        | 96                | 145                          | Monolinuron           | P   | 97                | 103               |                           |                         |                              |                   |                   |      |                  |                           |        |                              |  |
| 71  | Dimethomorph (Z)              | P                | 89                        | 98                | 146                          | Myclobutanil          | P   | 90                | 100               |                           |                         |                              |                   |                   |      |                  |                           |        |                              |  |
| 72  | Diuron                        | P                | 89                        | 100               | 147                          | Naproanilide          | P   | 86                | 100               |                           |                         |                              |                   |                   |      |                  |                           |        |                              |  |
| 73  | Epoxiconazole                 | P                | 87                        | 96                | 148                          | Naptalam              | P   | 56                | 76                |                           |                         |                              |                   |                   |      |                  |                           |        |                              |  |
| 74  | Ethametsulfuron-methyl        | P                | 81                        | 97                | 149                          | Norflurazon           | P   | 92                | 99                |                           |                         |                              |                   |                   |      |                  |                           |        |                              |  |
| 75  | Ethoxysulfuron                | P                | 95                        | 94                | 150                          | Novaluron             | P   | 94                | 100               |                           |                         |                              |                   |                   |      |                  |                           |        |                              |  |

\* 添加濃度：試料中0.01ppm \* 添加回収率はn=5の平均値

a) 極性 P:Positive, N:Negative b) 添加サンプル÷溶解std×100 c) 添加サンプル÷マトリクスstd×100

50%未満 50%以上70%未満 120%以上200%未満 200%以上

1) 参考データ：回収率は未知サンプルのピークを減算して算出 (添加サンプル-未知サンプル) ÷溶解std×100

2) 参考データ：回収率は未知サンプルのピークを減算して算出 (添加サンプル-未知サンプル) ÷(マトリクスstd-未知サンプル)×100

3) ThiodicarbがMethomylに分解の可能性あり