

# じゃがいも

## 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碎

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

負荷 [通液] 抽出液 0.5mL

Smart-SPE C18-50mg/PSA-30mg : 精製

— 通液 2%ギ酸含有アセトニトリル 0.5mL

流出液

— 添加 水 0.5mL

Smart-SPE C18-30mg : 精製

— 溶出 アセトニトリル-水 (8/2) 0.5mL

溶出液

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

じゃがいもはでんぷんを多く含みますが、遠心分離の際に沈殿、または試料層に分離されることで除去できたと推測されます。

### 実験方法

- 粉碎方法 : 予冷式ドライアイス凍結粉碎法
- 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%ギ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  
(アイスティサイエンス)



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

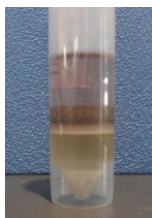
インターフェース温度 : 200  $^{\circ}$ C

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 : 79.8%  
脂質 : 0.1%  
脂肪酸 : 0.03%  
たんぱく質 : 1.6%  
でんぷん : 14.7%

じゃがいもは、泥を水で軽く洗い落したものを。

### 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碎キット

株式会社アイスティサイエンス

[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>	溶媒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>	溶媒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>	溶媒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(%)							
1	(E)-Fenpyroximate	P	90	89	76	Fenamidone	P	59	96	151	Omethoate	P	87	97						
2	(E,Z)-Ferimzone	P	103	98	77	Fenamiphos	P	102	100	152	Oryzalin	P	80	137						
3	(Z)-Fenpyroximate	P	94	103	78	Fenbuconazole	P	93	98	153	Oryzalin	N	124	97						
4	1-naphthaleneacetamide	P	85	103	79	Fenhexamid	P	61	101	154	Oxadixyl	P	96	97						
5	2,4-PA	N	64	65	80	Fenhexamid	N	84	85	155	Oxamyl	P	94	99						
6	4-Chlorophenoxyacetic acid	N	59	61	81	Fenobucarb	P	90	101	156	Oxaziclofomefone	P	100	99						
7	Acephate	P	84	96	82	Fenoxaprop-ethyl	P	93	97	157	Oxycarboxin	P	89	98						
8	Acetamiprid	P	96	101	83	Fenoxycarb	P	55	97	158	Pencycuron	P	96	100						
9	Acibenzolar-S-methyl	P	98	97	84	Fensulfthion	P	95	103	159	Penoxsulam	P	104	92						
10	Acifluorfen	N	101	69	85	Flazasulfuron	P	94	98	160	Phenmedipham	P	98	96						
11	Aldicarb	P	99	96	86	Florasulam	P	88	103	161	Phosphamidon	P	102	98						
12	Aldicarb-sulfone (Aldoxycarb)	P	91	99	87	Fluazifop	P	91	97	162	Pirimicarb	P	98	97						
13	Anilofos	P	82	100	88	Fluazifop	N	97	87	163	Primisulfuron-methyl	P	111	104						
14	Aramite	P	99	98	89	Flufenacet	P	90	103	164	Primisulfuron-methyl	N	172	103						
15	Atrazine	P	97	102	90	Flufenoxuron	P	99	107	165	Prohydrojasmon	P	102	106						
16	Avermectin B1a	P	89	80	91	Flumetsulam	P	106	96	166	Propaquizafop	P	96	84						
17	Azamethiphos	P	104	98	92	Fluridone	P	92	101	167	Propoxur	P	95	95						
18	Azimsulfuron	P	84	101	93	Fluroxypyr	P	63	100	168	Propoxycarbazone-sodium	P	137	90						
19	Azinphos-methyl	P	88	99	94	Fluroxypyr	N	60	68	169	Prosulfuron	P	116	99						
20	Azoxystrobin	P	96	100	95	Flusilazole	P	78	102	170	Prosulfuron	N	138	102						
21	Bendiocarb	P	94	99	96	Flutriafol	P	80	98	171	Pyraclostrobin	P	96	96						
22	Bensulfuron-methyl	P	127	102	97	Fomesafen	N	213	107	172	Pyrazolynate	P	95	102						
23	Benzofenap	P	98	101	98	Foramsulfuron	P	67	86	173	Pyrazosulfuron-ethyl	P	96	98						
24	Bitertanol	P	92	96	99	Forchlorfenuron	P	77	91	174	Pyrifitalid	P	99	100						
25	Boscalid	P	70	93	100	Fosthiazate	P	97	97	175	Pyroquilon	P	93	101						
26	Bromacil	P	86	102	101	Furametpyr	P	98	100	176	Quinoclamine	P	85	115						
27	Bromoxynil	N	105	108	102	Furathiocarb	P	101	100	177	Quizalofop-ethyl	P	95	98						
28	Butafenacil	P	102	99	103	Gibberellic acid	N	82	98	178	Simazine	P	96	95						
29	Carbaryl	P	83	101	104	Halosulfuron-methyl	P	98	100	179	Simeconazole	P	51	102						
30	Carbofuran	P	97	100	105	Carbosulfuron-methyl	N	119	98	180	Simetryn	P	95	96						
31	Carbofuran-3-hydroxy	P	109	95	106	Haloxyfop	P	83	87	181	Spinosyn A	P	83	83						
32	Carboxin	P	87	91	107	Hexaconazole	P	81	94	182	Spinosyn D	P	75	76						
33	Carpropamid	P	88	98	108	Hexaflumuron	N	92	89	183	Spiroxamine	P	93	92						
34	Chloridazon	P	94	95	109	Hexazinone	P	96	98	184	Sulfentrazone	P	98	88						
35	Chlorimuron-ethyl	P	99	99	110	Hexythiazox	P	93	96	185	Sulfosulfuron	P	92	97						
36	Chloroxuron	P	99	99	111	Imazalil	P	97	98	186	Tebufenozide	P	102	105						
37	Chlorsulfuron	P	84	95	112	Imazamethabenz-methyl	P	94	96	187	Tebuthiuron	P	84	98						
38	Chromafenozide	P	97	102	113	Imazaquin	P	91	93	188	Teflubenzuron	N	97	110						
39	Cinosulfuron	P	94	103	114	Imazaquin	N	83	78	189	Tetrachlorvinphos	P	51	99						
40	Clodinafop	P	77	86	115	Imazosulfuron	P	85	101	190	Tetraconazole	P	52	96						
41	Clodinafop	N	96	83	116	Imibenconazole	P	86	100	191	Thiabendazole	P	94	90						
42	Clofentezine	P	95	102	117	Imidacloprid	P	95	104	192	Thiacloprid	P	96	101						
43	Clomeprop	P	99	107	118	Indanofan	P	91	93	193	Thiamethoxam	P	90	101						
44	Cloprop	N	91	85	119	Indoxacarb	P	85	94	194	Thidiazuron	P	74	97						
45	Cloquintocet-mexyl	P	95	94	120	Iodosulfuron-methyl	P	103	97	195	Thifensulfuron-methyl	P	82	100						
46	Cloransulam-methyl	P	108	100	121	Ioxynil	N	103	102	196	Thifluzamide	P	60	97						
47	Clothianidin	P	82	99	122	Iprovalicarb	P	92	98	197	Thiodicarb	P	90	99						
48	Cumyluron	P	95	99	123	Isoprocarb	P	96	103	198	Tolfenpyrad	P	91	94						
49	Cyanazine	P	87	95	124	Isoxaflutole	P	101	90	199	Tralkoxydim1	P	109	93						
50	Cyazofamid	P	88	99	125	Isoxathion-oxon	P	85	87	200	Tralkoxydim2	P	74	99						
51	Cyclanilide	N	88	89	126	Lactofen	P	100	98	201	Triadimenol	P	65	95						
52	Cycloate	P	99	91	127	Lenacil	P	81	94	202	Triasulfuron	P	102	98						
53	Cyclosulfamuron	P	120	101	128	Linuron	P	83	102	203	Tribenuron-methyl	P	92	114						
54	Cyflufenamid	P	94	96	129	Lufenuron	N	87	101	204	Triclopyr	N	79	83						
55	Cyproconazole1	P	89	96	130	MCPA	N	82	81	205	Tricyclazole	P	96	101						
56	Cyproconazole2	P	65	96	131	MCPB	N	119	110	206	Tridemorph (E)	P	79	84						
57	Cyprodinil	P	96	90	132	Mecoprop	N	95	89	207	Tridemorph (Z)	P	76	77						
58	Daimuron	P	97	97	133	Mepanipyrim	P	97	100	208	Trifloxysulfuron	P	102	98						
59	Demeton-S-methyl	P	96	103	134	Mesosulfuron-methyl	P	98	91	209	Triflumuron	P	97	103						
60	Di-allate	P	99	86	135	Methabenzthiazuron	P	85	96	210	Triflusulfuron-methyl	P	125	102						
61	Dichlorprop	N	82	76	136	Methamidophos	P	63	84	211	Triticonazole	P	56	94						
62	Dichlorvos	P	107	102	137	Methiocarb	P	79	101	212	XMC	P	90	99						
63	Diclomezine	P	70	105	138	Methomyl	P	90	94	213	TCMTB	P	73	100						
64	Diclosulam	P	104	102	139	Methoxyfenozide	P	98	103											
65	Dicrotophos	P	98	103	140	Metosulam	P	106	99											
66	Difenoconazole	P	88	98	141	Metsulfuron-methyl	P	89	105											
67	Diflubenzuron	P	76	102	142	Mevinphos(E)	P	105	104											
68	Dimethirimol	P	96	98	143	Mevinphos(Z)	P	93	88											
69	Dimethoate	P	98	99	144	Monocrotophos	P	96	97											
70	Dimethomorph (E)	P	99	92	145	Monolinuron	P	78	105											
71	Dimethomorph (Z)	P	93	97	146	Myclobutanil	P	97	103											
72	Diuron	P	84	98	147	Napronilide	P	57	102											
73	Epoxiconazole	P	81	98	148	Naptalam	P	63	66											
74	Ethamsulfuron-methyl	P	93	97	149	Norflurazon	P	89	96											
75	Ethoxysulfuron	P	98	97	150	Novaluron	P	101	108											

\*添加濃度：試料中0.01ppm \*添加回収率n=2の平均値

a)極性 P:Positive, N:Negative b)添加サンプル÷溶媒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