

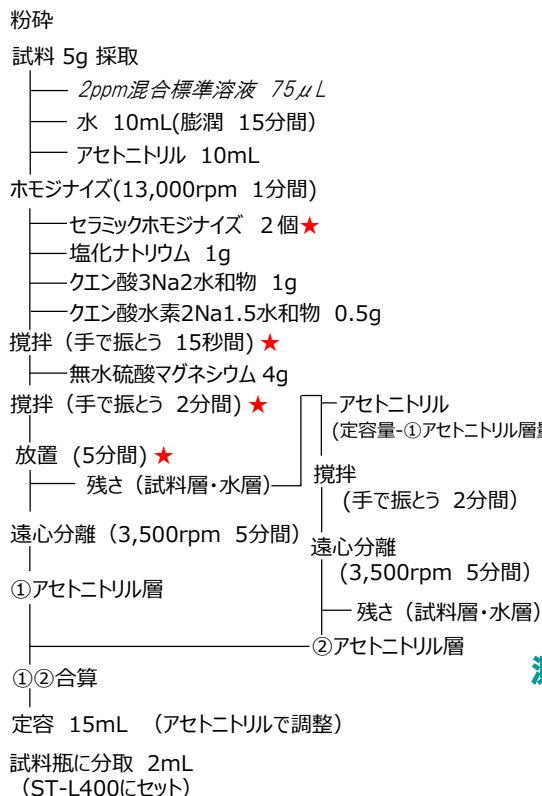
# 大豆

## STQ-LC法 (全自動固相抽出装置ST-L400)



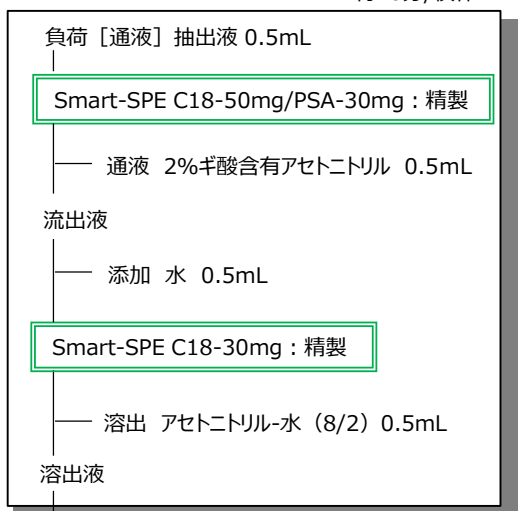
全自動固相抽出装置  
**ST-L400**  
For STQ Method

### 前処理フロー



### 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 約0.17mg相当)

### 前処理ポイント

大豆では遠心後のアセトニトリル層が数mL程度になることがあります。十分なアセトニトリル層を確保し、目的成分がアセトニトリル層に移行するよう繰り返し抽出を行い、15mLに定容しました。その際ポイントとなる部分が★になります。

### 実験方法

- 粉砕方法 : 常温粉砕 (ミル使用)
  - 添加濃度 (試料中) : **0.03 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. × 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)→40%(1-3.5 min)→

50%(6 min)→55%(8 min)→95%(17.5-30 min)→

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

ネプライザーガス流量 : 2 L/min

ヒートアップガス流量 : 10 L/min

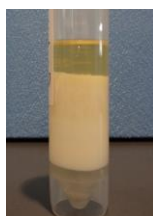
インターフェース温度 : 200  $^{\circ}$ C

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

大豆では一部の成分で低回収率となりました。これらは抽出時の損失が考えられました。

### 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、ミルで粉状に細かく粉砕。

### 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

株式会社アイステイサイエンス

www.aisti.co.jp

お問い合わせ先

TEL. 073-475-0033

E-Mail; 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(%)							
1	(E)-Fenpyroximate	P	66	71	76	Fenamidone	P	71	71	151	Ormethoate	P	71	83						
2	(E,Z)-Ferimzone	P	81	80	77	Fenamiphos	P	79	76	152	Oryzalin	P	70	80						
3	(Z)-Fenpyroximate	P	78	82	78	Fenbuconazole	P	84	83	153	Oryzalin	N	71	79						
4	1-naphthaleneacetamide	P	53	81	79	Fenhexamid	P	68	68	154	Oxadixyl	P	78	82						
5	2,4-PA	N	51	47	80	Fenhexamid	N	50	43	155	Oxamyl	P	73	80						
6	4-Chlorophenoxyacetic acid	N	51	56	81	Fenobucarb	P	83	81	156	Oxaziclomefone	P	75	73						
7	Acephate	P	68	79	82	Fenoxaprop-ethyl	P	77	76	157	Oxycarboxin	P	79	79						
8	Acetamiprid	P	76	81	83	Fenoxycarb	P	78	81	158	Pencycuron	P	75	74						
9	Acibenzolar-S-methyl	P	79	79	84	Fensulfotion	P	83	79	159	Penoxsulam	P	78	77						
10	Acifluorfen	N	57	54	85	Flazasulfuron	P	75	79	160	Phenmedipham	P	78	75						
11	Aldicarb	P	84	77	86	Florasulam	P	79	85	161	Phosphamidon	P	85	86						
12	Aldicarb-sulfone (Aldoxycarb)	P	71	83	87	Fluazifop	P	75	79	162	Pirimicarb	P	85	76						
13	Anilofos	P	80	80	88	Fluazifop	N	72	73	163	Primisulfuron-methyl	P	61	83						
14	Aramite	P	79	76	89	Flufenacet	P	83	80	164	Primisulfuron-methyl	N	78	77						
15	Atrazine	P	84	82	90	Flufenoxuron	P	81	82	165	Prohydrojasmon	P	80	84						
16	Avermectin B1a	P	70	62	91	Flumetsulam	P	72	83	166	Propaquizafop	P	77	75						
17	Azamethiphos	P	68	70	92	Fluridone	P	83	81	167	Propoxur	P	83	83						
18	Azimsulfuron	P	65	78	93	Fluroxypyr	P	49	56	168	Propoxycarbazone-sodium	P	112	77						
19	Azinphos-methyl	P	77	73	94	Fluroxypyr	N	85	74	169	Prosulfuron	P	82	81						
20	Azoxystrobin	P	82	81	95	Flusilazole	P	73	75	170	Prosulfuron	N	81	76						
21	Bendiocarb	P	81	81	96	Flutriafol	P	77	82	171	Pyraclostrobin	P	75	77						
22	Bensulfuron-methyl	P	87	80	97	Fomesafen	N	107	75	172	Pyrazolynate	P	84	75						
23	Benzofenap	P	77	73	98	Foramsulfuron	P	31	35	173	Pyrazosulfuron-ethyl	P	76	78						
24	Bitertanol	P	83	78	99	Forchlorfenuron	P	76	75	174	Pyrifthalid	P	82	82						
25	Boscalid	P	86	87	100	Fosthiazate	P	83	81	175	Pyroquilon	P	82	79						
26	Bromacil	P	81	79	101	Furametpyr	P	80	79	176	Quinoclamine	P	67	94						
27	Bromoxynil	N	89	53	102	Furathiocarb	P	73	76	177	Quizalofop-ethyl	P	75	74						
28	Butafenacil	P	80	77	103	Gibberellic acid	N	55	55	178	Simazine	P	81	75						
29	Carbaryl	P	74	78	104	Halosulfuron-methyl	P	75	79	179	Simeconazole	P	76	82						
30	Carbofuran	P	81	82	105	Halosulfuron-methyl	N	97	83	180	Simetryn	P	78	75						
31	Carbofuran-3-hydroxy	P	89	82	106	Haloxyfop	P	63	73	181	Spinosyn A	P	65	66						
32	Carboxin	P	72	77	107	Hexaconazole	P	73	77	182	Spinosyn D	P	59	59						
33	Carpropamid	P	82	78	108	Hexaflumuron	N	83	74	183	Spiroxamine	P	74	73						
34	Chloridazon	P	75	82	109	Hexazinone	P	80	80	184	Sulfentrazone	P	80	74						
35	Chlorimuron-ethyl	P	76	80	110	Hexythiazox	P	69	70	185	Sulfosulfuron	P	92	74						
36	Chloroxuron	P	78	76	111	Imazalil	P	95	82	186	Tebufenozide	P	82	84						
37	Chlorsulfuron	P	74	89	112	Imazamethabenz-methyl	P	82	78	187	Tebuthiuron	P	78	82						
38	Chromafenozide	P	79	81	113	Imazaquin	P	73	75	188	Teflubenzuron	N	71	77						
39	Cinosulfuron	P	89	82	114	Imazaquin	N	78	84	189	Tetrachlorvinphos	P	72	71						
40	Clodinafop	P	71	70	115	Imazosulfuron	P	73	73	190	Tetraconazole	P	73	83						
41	Clodinafop	N	66	63	116	Imibenconazole	P	75	77	191	Thiabendazole	P	78	70						
42	Clofentezine	P	50	51	117	Imidacloprid	P	77	82	192	Thiacloprid	P	77	77						
43	Clomeprop	P	79	71	118	Indanofan	P	98	80	193	Thiamethoxam	P	71	80						
44	Cloprop	N	69	60	119	Indoxacarb	P	87	79	194	Thiazuron	P	65	73						
45	Cloquintocet-mexyl	P	77	72	120	Iodosulfuron-methyl	P	108	78	195	Thifensulfuron-methyl	P	67	78						
46	Cloransulam-methyl	P	78	79	121	Ioxynil	N	76	74	196	Thifluzamide	P	95	87						
47	Clothianidin	P	68	78	122	Iprovalicarb	P	82	81	197	Thiodicarb	P	0 <sup>1)</sup>	0 <sup>1)</sup>						
48	Cumyluron	P	80	79	123	Isoprocarb	P	83	77	198	Tolfenpyrad	P	75	72						
49	Cyanazine	P	41	81	124	Isoxaflutole	P	122	100	199	Tralkoxydim1	P	76	78						
50	Cyazofamid	P	81	78	125	Isoxathion-oxon	P	39	38	200	Tralkoxydim2	P	66	74						
51	Cyflumetamide	N	62	62	126	Lactofen	P	80	78	201	Triadimenol	P	75	76						
52	Cycloate	P	63	73	127	Lenacil	P	85	77	202	Triasulfuron	P	75	78						
53	Cyclosulfamuron	P	82	80	128	Linuron	P	84	77	203	Tribenuron-methyl	P	84	114						
54	Cyflufenamid	P	82	77	129	Lufenuron	N	79	77	204	Triclopyr	N	55	53						
55	Cyproconazole1	P	72	77	130	MCPA	N	60	59	205	Tricyclazole	P	77	79						
56	Cyproconazole2	P	80	78	131	MCPB	N	61	66	206	Tridemorph (E)	P	65	63						
57	Cyprodinil	P	64	66	132	Mecoprop	N	71	70	207	Tridemorph (Z)	P	63	63						
58	Daimuron	P	79	79	133	Mepanipyrim	P	81	75	208	Trifloxysulfuron	P	76	80						
59	Demeton-S-methyl	P	74	71	134	Mesosulfuron-methyl	P	75	77	209	Trifluridon	P	80	77						
60	Di-allate	P	79	70	135	Methabenzthiazuron	P	79	80	210	Triflusulfuron-methyl	P	79	80						
61	Dichlorprop	N	66	62	136	Methamidophos	P	49	71	211	Triticonazole	P	77	77						
62	Dichlorvos	P	36	28	137	Methiocarb	P	77	77	212	XMC	P	82	82						
63	Diclofenzine	P	57	70	138	Methomyl	P	127 <sup>1)</sup>	124 <sup>1)</sup>	213	TCMTB	P	23	23						
64	Diclosulam	P	81	83	139	Methoxyfenozide	P	84	75											
65	Dicrotophos	P	79	79	140	Metosulam	P	80	81											
66	Difenoconazole	P	76	80	141	Metsulfuron-methyl	P	69	81											
67	Diffubenzuron	P	75	80	142	Mevinphos(E)	P	79	83											
68	Dimethirimol	P	75	70	143	Mevinphos(Z)	P	60	62											
69	Dimethoate	P	81	84	144	Monocrotophos	P	80	81											
70	Dimethomorph (E)	P	79	69	145	Monolinuron	P	81	80											
71	Dimethomorph (Z)	P	79	79	146	Myclobutanil	P	82	83											
72	Diuron	P	91	87	147	Naproanilide	P	74	81											
73	Epoxiconazole	P	77	79	148	Naptalam	P	56	57											
74	Ethametsulfuron-methyl	P	77	79	149	Norflurazon	P	81	79											
75	Ethoxysulfuron	P	75	79	150	Novaluron	P	81	79											

\* 添加濃度：試料中0.03ppm \* 添加回収率はn=2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) ThiodicarbがMethomylに分解の可能性あり