

MiURA Technical Report

SPEEDIA®

食品中残留農薬の迅速前処理法

三浦工業株式会社 三浦環境科学研究所

2021/06/01

SPEEDIA®による玄米中の残留農薬の多成分一斉分析 (GC・LC対象農薬同時前処理メソッド)

【はじめに】

食品中の残留農薬検査は日々さまざまな作物で行われており、効率的で高精度な分析法が求められています。膜ろ過法 (SPEEDIA 法) は、膜ろ過による精製と固相を組み合わせた新しいアプローチによりマトリックスを効率的に除去し、簡易・迅速に食品中の残留農薬分析が可能な方法です。この方法は遠心分離機と SPEEDIA を用意するだけで前処理が可能であり、遠心分離による処理は多検体を同時に処理できるため、LC 用サンプルは 20 検体あたり約 30 分、GC 用サンプルはプラス 60 分で精製が完了します。このアプリケーションノートでは厚生労働省の『食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドライン』を参考に、SPEEDIA を用いて玄米における添加回収試験を $n = 2 \times 5$ 日間で実施し、真度 (回収率) と室内精度について評価を行いました。

【試験内容】

- ・ 試料 : 玄米 (磨砕均一化したもの)
- ・ 前処理法 : 抽出 QuEChERS (EN) 法に準拠
精製 膜ろ過法 (SPEEDIA 法)
- ・ 併行試験数 : $n = 2 \times 5$ 日間
- ・ 添加濃度 : 0.01 ppm
- ・ 検量線 : 6 点 絶対検量線
LC 0.25、1.25、2.5、12.5、25、40 ppb
GC 0.2、1、2、10、20、40 ppb
- ◆ GC は疑似マトリックスとして SFA10Mix 添加

【試薬】

農薬標準品 (関東化学社製)

- ・ GC 対象混合標準液 48、63、70、73、77、79、1598
- ・ LC 対象混合標準液 45、54、55、58、78
- 混合標準液の濃度 10 ppm
(アセタミプリド、アセフェート、メタミドホスは 50 ppm)

試薬

- ・ アセトニトリル (残留農薬・PCB 試験用)
 - ・ アセトン (残留農薬・PCB 試験用)
 - ・ トルエン (残留農薬・PCB 試験用)
 - ・ クエン酸三ナトリウム二水和物
 - ・ クエン酸水素二ナトリウム 1.5 水和物
 - ・ 塩化ナトリウム
 - ・ 無水硫酸マグネシウム
 - ・ 疑似マトリックスとして SFA10Mix^{※1} (林純薬工業社製)
- ※1 SFA10Mix は GC-MS への注入量が 50 ng となるよう最終溶液に添加もしくはオートサンプラーで同時注入を行います。

【測定装置】

LC-MS/MS

LC-MS/MS	LC : Vanquish (Thermo Fisher) MS : TSQ Quantis (Thermo Fisher)
分析カラム	Cadenza CD-C18 長さ 150 mm、 内径 2 mm、粒子径 3 μ m (Imtakt)
オープン温度	40 $^{\circ}$ C
注入量	1 μ L
溶離液	A液 5 mM酢酸アンモニウム水溶液 B液 メタノール
流速	0.25 mL/min (0~23 min、34~35 min) 0.30 mL/min (23 min~34 min)
移動相条件	B液 2% (0.1 min) \rightarrow 5 min \rightarrow 50% \rightarrow 15 min \rightarrow 98% (6 min) \rightarrow 0.1 min \rightarrow 2% (6.9 min)
イオン化法	H-ESI (Positive/Negative同時測定)
スプレー電圧	1000 V (Positive)、500 V (Negative)
測定モード	Timed-SRM モード

GC-MS/MS

GC-MS/MS	GC : TRACE GC1310 (Thermo Fisher) MS : TSQ 8000Evo (Thermo Fisher)
分析カラム	VF-5MS 長さ 30 m、 内径 0.25 mm、膜厚 0.25 μ m (Agilent)
注入量	4 μ L (Splitless with surge)
キャリアガス	ヘリウム 1.2 mL/min (Constant flow)
注入口温度	260 $^{\circ}$ C
昇温条件	100 $^{\circ}$ C (1 min) \rightarrow 30 $^{\circ}$ C/min \rightarrow 125 $^{\circ}$ C (0 min) \rightarrow 5 $^{\circ}$ C/min \rightarrow 200 $^{\circ}$ C (0 min) \rightarrow 10 $^{\circ}$ C/min \rightarrow 300 $^{\circ}$ C (11.5 min) \rightarrow 20 $^{\circ}$ C/min \rightarrow 310 $^{\circ}$ C (5 min)
トランスファー ライン温度	280 $^{\circ}$ C
イオン源温度	280 $^{\circ}$ C
イオン化法	EI (70 eV、30 μ A)
測定モード	Timed-SRM モード

【結果】

今回対象とした 421 成分^{※2}のうち回収率 70%~120%、室内精度 30%未満を満たしたものは 408 成分であり、良好な結果が得られました。また厚生労働省の一斉試験法 LC II 法対象である農薬についても同一キットでの処理が可能であり、今回それらの農薬についても良好な回収率および室内精度が得られました。

※2 分解する農薬、定量下限値以下、元の試料に農薬が検出された成分を除く

【前処理フロー】

※操作方法の詳細は弊社の HP にて動画を掲載しておりますので以下のリンクからご覧ください。

http://www.miuraz.co.jp/e_science/products/speedia.html

抽出

- 玄米 5 g 秤量
- + 農薬混合標準液添加後 30 分間静置
 - + 水 10 mL 添加後 15 分間静置
 - + アセトニトリル 10 mL
- ホモジナイズ 1 分間
- + クエン酸三ナトリウム二水和物 1 g
 - + クエン酸水素二ナトリウム 1.5 水和物 0.5 g
 - + 塩化ナトリウム 1 g
 - + 無水硫酸マグネシウム 4 g
- 手で振とう 1 分間
- 遠心分離 (2,330×g、10 分間)



精製 前処理時間 20 検体処理時 LC : 30 分/20 検体、GC : 90 分/20 検体

STEP 1

- 膜ろ過カートリッジに水 1 mL を添加
- 膜ろ過カートリッジに抽出液 1.25 mL を添加し混合
- 遠心分離 (1,490×g、10 分間)

STEP 2

- 残ったろ過液に水 0.4 mL を添加し、よく混合
- 吸着カートリッジへ移し入れる
- 遠心分離 (760×g、3 分間)

- ろ過液 0.45 mL をバイアルに分取
- アセトニトリル 0.55 mL 添加し 1 mL に定容
- LC-MS/MS 測定
(最終試料濃度 0.125 g/mL 相当、農薬濃度 1.25 ppb)

STEP 3

- 吸着カートリッジを脱精製カートリッジへセット
- + アセトン 3.5 mL
- 遠心分離 (30×g、3 分間)
- + アセトン/トルエン(3/1) 3.5 mL
- 遠心分離 (30×g、3 分間)
- 溶出液に 0.125% SFA10Mix を 50 μL 添加しアセトンで 5 mL に定容
- GC-MS/MS 測定
(最終試料濃度 0.1 g/mL 相当、農薬濃度 1 ppb)

《ここがポイント! 少ない溶媒量で効率的に精製可能に》

玄米はクロロフィルなどの色素は少なく一見キレイに見えますが、脂肪酸や脂肪酸エステルなどの脂質が多く含まれており、これらが精製不十分な場合はリテンションタイムずれや回収率異常を引き起こす原因となります(特に GC-MS)。

右のクロマトグラムは玄米の抽出液(未精製)と SPEEDIA 処理後のクロマトグラムです。玄米中に含まれる脂肪酸などは SPEEDIA で効率的に除去されている事が確認できます。一般的な積層カラムでは、コンディショニングや溶出に 30 mL 程度の溶媒を使用しますが SPEEDIA は 7mL と約 5 分の 1 で精製が可能です。溶出溶媒量の削減はエバポレータによる濃縮操作の省略に繋がります。

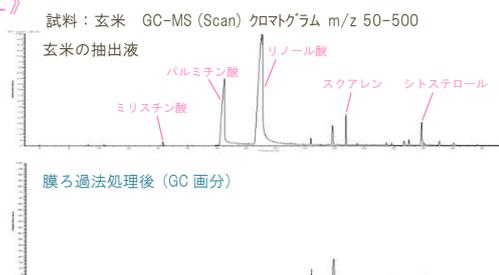


表 1-1 玄米 農薬添加回収試験結果一覧 回収率と RSD (n = 10)

測定機器	化合物名	回収率 (%)	RSD (%)	測定機器	化合物名	回収率 (%)	RSD (%)	測定機器	化合物名	回収率 (%)	RSD (%)
LC	アイオキシニル (Neg)	91	9.4	GC	キントゼン	89	7.5	GC	スピロジクロフェン	77	13.7
GC	アクリナトリン	88	12.2	LC	クミルロン	84	15.4	LC	スルフェントラゾン	96	11.8
GC	アザコナゾール	93	5.9	GC	クレソキシムメチル	93	7.6	LC	スルホスルフロン	111	6.3
LC	アザメチホス	92	7.4	LC	クロキントセットメキシル	83	8.1	GC	ゾキサミド	95	3.9
GC	アザメチホス	96	6.2	LC	クロジナホップ酸	92	5.1	LC	ターバシル	87	14.6
LC	アシフルオルフェン (Neg)	75	9.4	GC	クロゾリネート	87	11.2	GC	ターバシル	102	8.0
LC	アシベンゾラルSメチル	87	14.2	LC	クロチアニジン	92	4.0	GC	ダイアジン	95	8.4
LC	アジムスルフロン	102	7.9	LC	クロフェンセット	95	6.9	GC	ダイアレート-1	98	4.4
LC	アジンホスメチル	96	13.1	LC	クロフェンテジン	86	4.6	GC	ダイアレート-2	95	11.4
GC	アジンホスメチル	97	7.5	LC	クロブロップ (Neg)	115	16.5	LC	ダイムロン	83	17.9
LC	アセタミプリド	85	5.6	GC	クロマゾン	96	5.3	LC	チアクロプリド	92	4.0
GC	アセトクロー	99	2.9	LC	クロマフェノジド	86	18.5	LC	チアベンダゾール	89	6.3
LC	アセフェート	89	3.5	LC	クロメブロップ	84	4.5	LC	チアメトキサム	101	4.1
LC	アゾキシストロピン	95	13.6	LC	クロランスラムメチル	103	6.4	LC	チオジカルブ	分解	分解
GC	アゾキシストロピン	103	17.8	LC	クロリダゾン	96	5.6	GC	チオベンカルブ	96	4.1
GC	アトラジン	101	8.2	LC	クロリムロンエチル	99	6.5	GC	チオメトン	101	3.7
LC	アニロホス	71	15.0	GC	クロルエトキシホス	95	6.4	LC	チジアズロン	80	6.6
GC	アニロホス	97	5.7	LC	クロルスルフロン	106	7.1	LC	チフェンスルフロンメチル	122 (99)	3.8
LC	アバメクチン	70	8.2	GC	クロルタルジメチル	89	11.1	GC	チフルザミド	96	8.1
GC	アメトリン	95	5.1	GC	クロルピリホス	89	6.7	GC	ディルドリン	75	23.2
GC	アラクロー	100	8.8	GC	クロルピリホスメチル	93	5.9	GC	テクナゼン	90	5.2
LC	アルジカルブ	98	5.8	GC	クロルフェナビル	98	23.9	LC	テトラクロルピホス	92	9.3
LC	アルジカルブスルホ	100	5.7	GC	クロルフェン	93	5.5	GC	テトラクロルピホス	96	6.3
GC	アルドリン	73	14.5	GC	クロルフェンピホス,E	100	11.6	GC	テトラコナゾール	92	16.3
GC	アレスリン-1,2,3,4	-	-	GC	クロルフェンピホス,Z	101	4.2	GC	テトラジホ	86	8.5
GC	イサゾホス	98	12.1	GC	クロルブファム	103	8.0	GC	テニルクロー	96	5.7
GC	イソキサチオン	96	6.0	GC	クロルブプロファム	101	5.2	GC	テブコナゾール	95	7.4
GC	イソキサチオン,オキシ	N/A (I)	-	GC	クロルベンシド	81	5.0	LC	テブチウロン	83	3.8
LC	イソキサフルトール	87	8.8	LC	クロロクソン	88	14.8	GC	テブチウロン	81	6.8
GC	イソフェンホス	96	5.6	GC	クロロネブ	N/A (I)	-	LC	テブフェノジド (Neg)	93	4.0
GC	イソフェンホスオキシ	102	4.7	GC	クロロベンジレート	93	5.4	GC	テブフェンピラド	92	11.1
GC	イソプロカルブ	102	4.7	GC	シアナジン	90	9.6	GC	テフルトリン	89	3.8
LC	イソプロチオラン	76	7.3	GC	シアノホス	95	6.9	LC	テフルベンズロン (Neg)	75	4.2
GC	イソプロチオラン	97	9.1	LC	ジウロン	92	7.6	GC	デルタメトリン	97	4.8
GC	イブロジオン	98	5.9	GC	ジエトフェンカルブ	97	10.7	GC	テルブトリン	96	6.1
LC	イブロバリアルブ	89	12.8	GC	ジオキサチオン	105	8.8	GC	テルブホス	94	5.1
GC	イブロベンホス	107	4.4	GC	ジオキサチオン,分解物	99	15.6	LC	トラルコキシジム-1	73	11.5
LC	イマザキン	97	4.5	LC	シクラニリド (Neg)	89	5.0	LC	トラルコキシジム-2	93	8.5
LC	イマザメタベンズメチルエステル	88	5.3	LC	シクロエート	93	4.1	GC	トリアジメノール-1	97	9.4
LC	イマザリル	83	6.6	GC	ジクロシメット-1	100	8.4	GC	トリアジメノール-2	96	3.6
LC	イミダクロプリド	101	3.8	GC	ジクロシメット-2	97	8.3	GC	トリアジメホ	97	6.3
GC	イミベンコナゾール	100	3.6	LC	ジクロスラム	95	6.8	LC	トリアスルフロン	109	5.3
GC	イミベンコナゾール-デスベンジ	86	18.2	LC	ジクロスルフアムロン	97	11.1	GC	トリアゾホス	93	6.2
LC	インダノファン	80	11.2	LC	ジクロトホス	91	9.7	GC	トリアレート	91	6.8
LC	インドキサカルブ	91	7.5	GC	ジクロフェンチオン	92	7.8	LC	トリクロピル (Neg)	97	20.0
GC	ウニコナゾール-P	98	5.7	GC	ジクロフルアニド	分解	分解	LC	トリシクラゾール	115	4.3
GC	エスプロカルブ	91	5.9	GC	ジクロホップメチル	87	8.0	LC	トリチコナゾール	78	6.5
LC	エタメツルフロメチル	102	7.1	LC	ジクロメジン	72	9.3	GC	トリチコナゾール	96	4.0
GC	エタルフルラリン	99	5.3	GC	ジクロラン	94	7.4	LC	トリデモルフ	79	7.4
GC	エチオフェンカルブ	100	4.4	LC	ジクロブロップ (Neg)	91	7.9	GC	トリブホス(DEF)	90	10.6
GC	エチオン	95	7.7	GC	ジクロルボス(DDVP)	84	4.8	GC	トリフルミゾール	101	13.4
GC	エディフェンホス	97	6.7	GC	ジコホール	分解	分解	LC	トリフルムロン	76	8.0
GC	エトキサゾール	89	6.9	GC	ジスルホトン	96	4.0	GC	トリフルラリン	99	3.5
LC	エトキシスルフロン	95	5.1	GC	ジスルホトンスルホ	99	10.2	GC	トリフロキシストロピン	90	7.0
GC	エトフェンブロックス	85	5.0	GC	ジニドエチル	86	8.4	LC	トリフロキシスルフロンNa	103	6.6
GC	エトフメセート	97	9.9	LC	ジノスルフロン	108	6.4	GC	トルクロホスメチル	94	4.3
GC	エトプロホス	104	4.4	GC	シハロトリン-1	86	6.0	GC	トルフェンピラド	98	6.2
GC	エトリジアゾール	98	4.9	GC	シハロトリン-2	93	8.3	LC	ナブタラム	100	3.1
LC	エボキシコナゾール	83	14.1	GC	シハロホップブチル	90	5.0	LC	ナプロアニリド	80	18.9
GC	エボキシコナゾール	92	6.6	GC	ジフェナミド	96	5.8	GC	ナプロバミド	93	3.2
GC	エンドリン	86	14.1	GC	ジフェニルアミン	N/A (I)	-	GC	ニトラピリン	102	4.5
GC	オキサジアゾン	91	11.2	GC	ジフェノコナゾール-1,2	94	4.5	GC	ニトロタルイソプロピル	98	4.6
GC	オキサジキシル	90	6.1	GC	シフルトリン-1,2,3,4	88	5.9	LC	ノバルロン	86	11.5
LC	オキサジクロメホ	87	9.6	LC	シフルフェナミド	84	8.0	GC	ノルフルラリン	91	9.6
GC	オキサベトリニル	-	-	LC	ジフルフェニカン	73	6.5	GC	パーバン	105	8.0
LC	オキサミル	98	5.1	LC	ジフルベンズロン	86	13.2	GC	バクロブトラゾール	97	7.2
LC	オキシカルボキシ	99	6.6	GC	ジプロコナゾール-1,2	96	6.4	GC	バラチオン (エチル)	102	10.3
GC	オキシクロルデン	97	9.4	LC	ジプロジニル	93	4.4	GC	バラチオンメチル	102	3.3
GC	オキシフルオルフェン	101	14.2	GC	シベルメトリン-1,2,3,4	87	3.1	GC	ハルフェンブロックス	79	4.5
LC	オメトエート	89	2.9	LC	ジベレリン酸	70	11.3	LC	ハロキシホップ	86	5.3
LC	オリザリン (Neg)	91	7.3	GC	シマジン	101	4.0	LC	ハロスルフロンメチル	100	7.1
GC	カズサホス	105	5.8	LC	シメコナゾール	87	10.4	GC	ピコリナフェン	81	17.9
GC	カフェンストロー	95	21.0	GC	ジメタメトリン	92	5.1	GC	ピテルタノール-1,2	97	4.2
GC	カブタホール	分解	分解	GC	ジメチピ	86	7.9	GC	ピフェノックス	99	10.1
LC	カルバリル	92	6.3	LC	ジメチリモール	89	8.6	GC	ピフェントリン	75	5.0
GC	カルバリル	99	6.6	GC	ジメチルピホス	93	6.3	GC	ピペロニルプロキシド	93	8.4
GC	カルフェントラゾンエチル	93	10.0	GC	ジメテナミド	99	4.5	GC	ピペロホス	96	5.1
LC	カルプロバミド	81	7.6	LC	ジメトエート	92	3.7	LC	ピラクロストロピ	92	14.7
GC	カルボキシ	95	7.9	GC	ジメトモルフ-1	99	6.9	GC	ピラクロストロピ	104	7.4
GC	カルボスルフア	分解	分解	GC	ジメトモルフ-2	98	5.9	GC	ピラクロホス	90	7.7
GC	カルボフラン	113	6.4	GC	ジメトリン	95	5.2	LC	ピラゾスルフロンエチル	100	5.6
LC	キザロホップエチル	81	7.7	GC	ジメトン-S-メチル	98	5.8	GC	ピラゾホス	87	9.7
GC	キナルホス	98	6.7	GC	ジメビレート	98	6.6	LC	ピラゾリネート	77	15.7
GC	キノキシフェン	74	12.3	GC	シラフルオフェン	65	6.2	GC	ピラフルフェンエチル	95	13.3
GC	キノクラミン	75	9.4	LC	スピノシンA	93	5.7	GC	ピリダフェンチオン	95	8.9
GC	キノメチオナート	分解	分解	LC	スピノシンD	87	4.9	GC	ピリダベン	88	4.9
GC	キャプタン	分解	分解	LC	スピロキサミン	83	5.3	GC	ピリフェノックスE	91	8.0

表1-2 玄米 農薬添加回収試験結果一覧 回収率とRSD (n = 10)

測定機器	化合物名	回収率 (%)	RSD (%)	測定機器	化合物名	回収率 (%)	RSD (%)	測定機器	化合物名	回収率 (%)	RSD (%)
GC	ピリフェノックスZ	100	5.9	GC	フルバリネート-1,2	86	8.1	LC	ホタムスフロロン	108	7.4
LC	ピリフタリド	97	11.9	LC	フルフェナセット	93	7.6	LC	ホルクローフェニユロン	86	11.9
GC	ピリブチカルブ	91	4.3	GC	フルフェナセット	102	7.9	LC	ホルモチオン	86	6.0
GC	ピリプロキシフェン	85	8.5	LC	フルフェノクスロン	53 (116)	7.5	GC	ホレート	101	4.6
LC	ピリミカルブ	89	3.4	GC	フルフェンビルエチル	98	7.0	GC	マラチオン	95	7.1
GC	ピリミカルブ	95	4.8	GC	フルミオキサジン	93	3.7	GC	ミクロブタニル	97	6.3
LC	ピリミジフェン	83	7.7	GC	フルミクロラックベンチル	96	9.8	GC	メカルバム	91	9.6
GC	ピリミジフェン	84	9.0	LC	フルメツラム	106	5.2	LC	メコプロップ (Neg)	92	9.2
GC	ピリミノバック-メチルE	93	6.0	LC	フルリドン	95	12.2	LC	メソスルフロロンメチル	115	4.6
GC	ピリミノバック-メチルZ	96	6.6	GC	フルリドン	94	7.6	LC	メソミル	134 (134)	4.0
GC	ピリミホスメチル	97	6.2	LC	フルロキシビル (Neg)	-	-	GC	メタクリホス	96	5.8
GC	ピリメタニル	82	9.6	GC	フレチラクロー	93	5.0	LC	メタバンスチアズロン	94	7.5
LC	ピロキロン	92	4.7	GC	プロクロラズ	89	9.9	LC	メタミドホス	79	2.7
GC	ピロキロン	87	8.1	GC	プロシドン	104	8.7	GC	メタラキシル	95	6.3
GC	ピロクソロリン	99	5.7	GC	プロチオホス	81	5.2	LC	メチオカルブ	93	6.4
GC	ファミフル	95	3.4	LC	プロバキサホップ	84	7.1	GC	メチオカルブ	103	5.9
GC	ファミキサドン	99	5.6	GC	プロバクロー	96	4.7	GC	メチダチオン	100	5.8
GC	フィブニル	98	6.3	GC	プロバジン*	93	6.3	GC	メトキシクロー	90	6.2
GC	フェナミホス	96	8.0	GC	プロバニル	99	7.2	LC	メトキシフェノジド	85	15.5
GC	フェナリモル	90	7.0	GC	プロバホス	98	6.1	LC	メトスラム	103	6.3
GC	フェニトロチオン	104	4.9	GC	プロバルギット	101	11.0	LC	メトスルフロロンメチル	119	3.8
GC	フェノキサニル	92	5.6	GC	プロピコナゾール-1	90	8.8	LC	メトフレン	72	6.5
LC	フェノキサプロップエチル	88	10.3	GC	プロピコナゾール-2	93	13.1	GC	メトミノストロビンE	98	7.1
GC	フェノキサプロップエチル	82	7.5	GC	プロピザミド	101	5.3	GC	メトミノストロビンZ	99	7.7
LC	フェノキシカルブ	78	11.1	GC	プロヒドロジャスモン-1	99	8.2	GC	メトラクロー	95	4.6
GC	フェノチオカルブ	95	5.1	GC	プロヒドロジャスモン-2	-	-	GC	メトリブジン	97	6.9
GC	フェノトリン-1	94	7.6	GC	プロフェノホス	95	12.7	LC	メバニピリム	90	8.7
GC	フェノトリン-2	85	5.0	GC	プロベタンホス	95	6.8	LC	メビンホス-1,2	94	4.3
LC	フェノブカルブ	97	6.0	LC	プロボキシカルバゾンNa	109	9.4	GC	メフェナセット	91	9.1
GC	フェノブカルブ	99	4.4	GC	プロボキシル	99	5.2	GC	メフェンビル-ジエチル	90	5.6
LC	フェリムゾン(E,Z)	80	14.9	GC	プロマシル*	92	12.3	GC	メブニル	94	8.7
LC	フェンアミドン	87	13.2	GC	プロメトリン	95	6.5	LC	モノクロトホス	92	4.4
GC	フェンアミドン	95	9.5	LC	プロモキシニル	-	-	LC	モノリニユロン	98	6.2
GC	フェンクロルホス	90	6.0	GC	プロモブチド	98	7.7	LC	ヨードスルフロロンメチルNa塩	109	6.4
GC	フェンシルホチオン	105	6.0	GC	プロモプロピレート	91	12.4	LC	ラクトフェン	81	5.9
GC	フェンチオン	96	6.9	GC	プロモホス	90	4.8	LC	リニユロン	96	7.2
GC	フェントエート	102	4.8	GC	プロモホスエチル	87	10.5	GC	硫酸エンドスルファン	99	20.7
GC	フェンバレート-1	85	5.5	LC	フロラスラム	96	4.7	LC	ルフェスロン (Neg)	63 (109)	22.7
GC	フェンバレート-2	96	5.8	GC	ヘキサクロロベンゼン	61	5.6	GC	レスメトリン-1,2	86	6.6
LC	フェンピロキシメート	50 (121)	9.3	LC	ヘキサコナゾール	74	8.7	GC	レナシル	94	8.4
GC	フェンブコナゾール	91	7.1	GC	ヘキサコナゾール	96	19.0	LC	1-ナフタレン酢酸	-	-
GC	フェンプロバトリン	88	9.0	LC	ヘキサジノン	88	5.2	GC	1-ナフチルアセトアミド	99	5.5
LC	フェンプロピモルフ	82	5.1	LC	ヘキサフルムロン (Neg)	89	5.7	LC	2,4-D (Neg)	87	15.1
LC	フェンヘキサミド	79	10.0	LC	ヘキシチアゾクス	66 (111)	4.6	GC	3-ヒドロキシカルボフラン	-	-
LC	フェンメディファム	96	10.4	GC	ベナラキシル	93	9.0	GC	4-4'-ジクロロベンゾフェノン	87	4.7
GC	フサライド	72	8.4	GC	ベノキサコール	100	5.7	LC	4-クロロフェノキシ酢酸 (Neg)	108	19.0
GC	フタクロー	99	11.7	LC	ベノキスラム	107	6.0	GC	cis-クロルデン	76	14.4
LC	フタフェナシル	88	13.2	GC	ヘプタクロル	83	4.9	GC	cis-ヘプタクロルエポキシド	90	9.8
GC	フタミホス	101	4.1	GC	ベルタン	86	6.9	GC	EPN	95	4.9
GC	フチレート	96	7.0	GC	ベルメトリン-1,2	N/A (I)	-	GC	EPTC	92	5.4
GC	フピリメート	95	11.9	GC	ベンコナゾール	99	8.6	LC	MCPA (Neg)	90	8.8
LC	ブプロフェジン	76	5.8	LC	ベンシクロン	78	13.8	LC	MCPB (Neg)	-	-
GC	ブプロフェジン	87	14.4	LC	ベンスルフロロンメチル	100	10.5	GC	o,p'-DDT	79	8.1
LC	ブラザスフロロン	101	4.3	LC	ベンゾフェナップ	90	8.4	GC	p,p'-DDD	84	3.3
LC	フラチオカルブ	85	6.0	LC	ベンダイオカルブ	99	6.6	GC	p,p'-DDE	72	5.9
GC	フラチオカルブ	93	6.6	GC	ベンダイオカルブ	102	3.9	GC	p,p'-DDT	80	5.1
GC	フラムプロップメチル	95	9.1	GC	ベンディメタリン	100	3.4	GC	TCMTB	87	4.3
LC	フラメトビル	91	10.3	GC	ベンフラカルブ	分解	分解	GC	trans-クロルデン	80	8.5
GC	フルアクリピリム	95	7.8	GC	ベンフルラリン	99	4.6	GC	trans-ヘプタクロルエポキシド	93	20.8
LC	フルアジホップ	93	8.5	GC	ベンプレセート	98	4.9	GC	XMC*	87	9.1
GC	フルキンコナゾール	86	9.1	GC	ホサロン	94	5.3	GC	α-BHC	98	4.9
GC	フルジオキソニル	88	12.9	LC	ホスカリド	85	11.4	GC	β-BHC	94	11.9
GC	フルシトリネート-1	98	7.8	GC	ホスカリド	89	8.4	GC	γ-BHC	99	10.0
GC	フルシトリネート-2	90	5.4	GC	ホスチアゼート-1	105	10.9	GC	δ-BHC	123	14.6
GC	フルシラゾール	98	10.3	GC	ホスチアゼート-2	97	7.5	GC	α-エンドスルファン	100	12.2
GC	フルチアセットメチル	83	12.0	LC	ホスファミドン	88	5.1	GC	β-エンドスルファン	96	12.0
GC	フルトラニル	93	5.9	GC	ホスメット	93	6.7				
GC	フルトリアホール	97	6.0	LC	ホメサフェン	78	9.7				

- ◇ LCとGCの両方でデータを取得した化合物については両データを掲載
- ◇ 回収率横の ()内の数値はマトリックス STD を用いて算出した回収率
- ◇ 化合物名に(Neg)と記載のあるものはLC-MSMSのESI (Negative)モードにて測定
- ◇ 分解 : GC注入口での熱分解または試料中の成分により分解
- ◇ — : 測定装置の定量限界以下または検量線のR²が0.990未満
- ◇ N/A (I) : 妨害ピークにより定量不可
- ◇ N/A (P) : 元の試料から農薬と思われるピークが検出された事により定量不可
- ◇ * : SFA10Mixの影響によりピーク形状不良

- 回収率 (%) > 150%
- 回収率 (%) 120%~150%
- 回収率 (%) 50~70%
- 回収率 (%) < 50%
- RSD (%) > 30% 室内精度の目標値^{※3}

※3 食安発1115001号「妥当性評価ガイドライン」より



グリーンテクノロジーを創成する

三浦環境科学研究所

愛媛県松山市北条辻864番地1 〒799-2430
TEL 089-960-2350 FAX 089-960-2351

三浦工業株式会社

<http://www.miuraz.co.jp>