

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[®]による温州みかん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) - SFA10Mix -

【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約 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、SPEEDIA を用いて温州みかんにおける添加回収試験を $n=5$ で実施し、真度 (回収率) と併行精度について評価を行いました。

【試験内容】

- ・ 試料 : 温州みかん (外果皮を含む果実全体を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 : $n=5$
- ・ 添加濃度 : 0.01 ppm
- ・ 検量線 : LC 5 点、GC 6 点 絶対検量線
LC 0.25、0.5、1.25、2.5、5 ppb
GC 0.2、0.4、1、2、4、10 ppb

◆ GC は疑似マトリックスとして SFA10Mix を添加

【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
- ・ 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 測定条件

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 測定条件

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	El (70 eV、30 μ A)
測定モード	Timed-SRM モード

【結果】

今回対象とした 402 成分^{※2}のうち回収率 70%~120%、併行精度 25%未満を満たしたものは 374 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

温州みかん 10 g 秤量
 | + 農薬混合標準液添加後 30 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)

LC 用
 |
 GC 用

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 0.25 g/mL 相当、農薬濃度 2.5 ppb)

STEP 3

吸着カートリッジを脱水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 0.2 g/mL 相当、農薬濃度 2 ppb)

《疑似マトリックスの選択》

主に GC-MS(/MS)においては試料中の共抽出成分によってピークのレスポンスが変化する(マトリックス効果)現象がよく見られます。溶媒のみで調製した STD から食品中の農薬の回収率を算出すると回収率が 100%を大きく超える事は少なくありません。

同じ食品から調製した溶液に農薬を添加したマトリックス STD を用いるとマトリックス効果の影響を相殺する事ができますが、全ての食品でマトリックス STD を準備するには非常に労力がかかります。そこで現在ではこれらのマトリックスの代替となる疑似成分を STD に添加する事により食品中のマトリックス由来で起こるマトリックス効果に対処する事が多くなっています。

疑似マトリックスとして広く用いられている PEG300 は一部のピレスロイド系農薬と共注入すると、これらの農薬は不安定な挙動を示す事が報告されています。本アプリケーションではこの問題に対

処するために開発された SFA10Mix (林純薬社製)を用いて添加回収試験を行いました。

SFA10Mix は炭素数の異なる飽和脂肪酸が 10 種類混合されているため、広範囲の保持時間においてマトリックス効果への対処が可能であり、また上記のような PEG300 の課題がクリアできます。一方で、混合された脂肪酸ピークによって一部の農薬ではピーク形状がブロード化する現象が見られました。

万能な疑似マトリックスは存在しないため、それぞれの良い点、注意すべき点を十分に理解した上で選択する事が大切です。

PEG300 を用いて、同一のみかんで添加回収試験を行った結果は別報にて掲載しています(レポート No. TR-NRS-P07)。

表 1-1 温州みかん 農薬添加回収試験結果一覧 回収率と RSD (n = 5)

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	3.9	GC	クレソキシムメチル	107	11.2	LC	ターバシル	84	8.2
GC	アクリナトリン	79	8.6	LC	クロキントセットメキシル	99	1.4	GC	ターバシル	95	7.4
GC	アゾコナゾール	96	5.9	LC	クロジナホップ酸	88	2.5	GC	ダイアジノン	86	4.9
LC	アザメチホス	79	2.2	GC	クロソリネート	76	2.3	LC	ダイアレート	97	17.9
GC	アザメチホス	112	11.3	LC	クロチアニジン	43 (95)	1.8	GC	ダイアレート-1	91	3.2
LC	アシフルオルフェン (Neg)	72	2.0	LC	クロフエンセット	82	1.8	GC	ダイアレート-2	93	8.6
LC	アシベンゾラルSメチル	93	7.6	LC	クロフエンテジン	91	1.6	LC	ダイムロン	58 (102)	1.5
LC	アジムスルフロ	81	2.0	LC	クロブロップ (Neg)	111	6.5	LC	チアクロブリド	72	3.3
LC	アジンホスメチル	76	2.7	GC	クロマゾン	93	3.8	LC	チアベンダゾール	83	1.1
GC	アセタミプリド	110	4.3	LC	クロマフェノジド	78	1.2	LC	チアメトキサム	85	3.0
GC	アセトクロール	101	3.3	LC	クロメブロップ	95	2.5	LC	チオジカルブ	78	5.7
LC	アセフェート	77	2.9	LC	クロランスラムメチル	105	2.5	GC	チオベンカルブ	88	4.3
LC	アゾキシストロビン	92	2.0	LC	クロリダゾン	71	1.9	GC	チオメトン	97	1.1
GC	アゾキシストロビン	91	8.9	LC	クロリムロンエチル	104	3.3	LC	チジアズロン	24 (110)	3.6
GC	アトラジン	86	6.3	GC	クロルエトキシホス	89	2.3	LC	チフェンスルフロメチル	116	1.9
LC	アニロホス	88	0.6	LC	クロルスルフロ	71	2.3	GC	チフルザミド	77	10.8
GC	アニロホス	93	6.6	GC	クロルタールジメチル	79	10.2	GC	チクナゼン	105	2.1
LC	アバメクチン	45 (101)	5.9	GC	クロルピリホス	79	5.6	LC	テトラクロルピホス	93	1.2
GC	アメトリン	79	5.9	GC	クロルピリホスメチル	89	5.8	GC	テトラクロルピホス	74	9.0
GC	アラクロー	101	3.3	GC	クロルフェナビル	-	-	GC	テトラコナゾール	102	12.3
LC	アルジカルブ	96	2.1	GC	クロルフェンソン	85	4.2	GC	テトラジホ	74	8.8
LC	アルジカルブスルホ	90	2.2	GC	クロルフェンピホス,E	81	13.1	GC	テニルクロール	91	9.7
GC	アレスリン-1,2,3,4	-	-	GC	クロルフェンピホス,Z	92	8.1	GC	テブコナゾール	102	10.0
GC	イサゾホス	80	3.7	GC	クロルブファム	97	6.2	LC	テブチウロン	91	1.5
GC	イソキサチオン	118	4.9	GC	クロルプロファム	94	7.5	LC	テブフェノジド (Neg)	87	2.6
LC	イソキサチオン,オキソン	88	3.4	GC	クロルベンシド	78	6.6	GC	テブフェンピラド	78	9.9
GC	イソキサチオン,オキソン	83	6.2	LC	クロロクスロン	39 (101)	4.1	GC	テフルトリン	79	3.0
LC	イソキサフルトール	84	2.3	GC	クロネブ	N/A (I)	-	LC	テフルベンズロン (Neg)	88	6.3
GC	イソフェンホス	85	4.9	GC	クロルベンジレート	96	5.1	GC	デルタメトリン	75	5.2
GC	イソフェンホスオキソン	102	4.9	GC	シアナジン	83	12.2	GC	テルブトリン	84	6.9
GC	イソプロカルブ	106	3.1	GC	シアノホス	83	5.8	GC	テルブホス	87	3.4
GC	イソプロチオラン	89	7.9	LC	ジウロン	88	2.1	LC	トラルコキシジム-1	75	4.1
GC	イブジゾン	77	11.6	GC	ジエトフェンカルブ	81	10.1	LC	トラルコキシジム-2	91	1.3
LC	イブバリカルブ	87	1.2	GC	ジオキサチオン	92	11.5	GC	トリアジメノール-1	96	5.9
GC	イブペンホス	115	2.8	LC	シクラニド (Neg)	85	5.3	GC	トリアジメノール-2	88	11.2
LC	イマザキン	80	1.4	LC	シクロエート	96	2.4	GC	トリアジメホ	109	6.6
LC	イマザメタベンズメチルエステル	88	4.5	GC	ジクロシメット-1	84	7.9	LC	トリアスルフロ	73	2.4
LC	イマザリル	88	3.1	GC	ジクロシメット-2	72	7.8	GC	トリアゾホス	93	5.9
LC	イミダクロブリド	50 (96)	3.8	LC	ジクロスラム	75	2.0	GC	トリアレート	79	3.3
LC	イミベンコナゾール	83	2.2	LC	シクロスルファミロン	99	2.9	LC	トリクロビル (Neg)	89	14.8
GC	イミベンコナゾール	150	11.5	LC	ジクロトホス	82	5.3	LC	トリシクラゾール	74	4.0
GC	イミベンコナゾール-デスベンジル	98	5.1	GC	ジクロフェンチオン	76	7.5	LC	トリチコナゾール	82	1.4
LC	インダノファン	79	4.1	GC	ジクロフルアニド	分解	分解	LC	トリデモルフ	93	1.3
LC	インドキサカルブ	87	2.2	GC	ジクロホップメチル	75	8.7	GC	トリブホス (DEF)	87	6.6
LC	ウニコナゾール-P	70	3.4	LC	ジクロメジン	71	8.7	GC	トリフルミゾール	113	11.6
GC	ウニコナゾール-P	117	9.1	GC	ジクロラン	131	6.2	LC	トリフルムロン	84	1.0
GC	エスプロカルブ	83	4.6	LC	ジクロルブロップ (Neg)	95	6.7	GC	トリフルラリン	117	5.7
LC	エタメツルフロメチル	73	1.7	GC	ジクロルボス (DDVP)	82	2.8	GC	トリフロキシストロビン	117	6.7
GC	エタルフルラリン	116	2.8	GC	ジスルホトン	92	2.7	LC	トリフロキシスルフロNa	95	0.9
GC	エチオフェンカルブ	103	5.7	GC	ジスルホトンメチル	92	9.0	GC	トルクロホスメチル	82	1.7
GC	エチオン	81	5.5	GC	ジシドンエチル	80	4.7	GC	トルフェンピラド	96	8.9
GC	エディフェンホス	91	6.8	LC	シノスルフロ	110	1.2	LC	ナブタラム	75	1.9
GC	エトキサゾール	78	5.4	GC	シハロトリン-1	84	4.0	LC	ナブアニリド	74	1.7
LC	エトキシスルフロ	90	2.1	GC	シハロトリン-2	89	5.4	GC	ナブパミド	82	9.9
LC	エトフェンブロックス	71	2.8	GC	シハロホップチル	75	7.4	GC	ニトラビル	103	3.8
GC	エトフェンブロックス	71	3.8	GC	ジフェナミド	78	4.2	GC	ニトロタルイソプロビル	130	5.8
GC	エトフメセート	85	10.2	GC	ジフェニルアミン	N/A (I)	-	LC	ノバルロン	95	3.7
GC	エトプロホス	98	5.5	GC	ジフェノコナゾール-1,2	105	8.4	GC	ノルフルラソ	83	8.7
GC	エトリアゾール	99	2.4	GC	シフルトリン-1,2,3,4	79	7.4	GC	パーバン	-	-
GC	エボキシコナゾール	111	5.9	LC	シフルフェナミド	93	1.3	GC	バクプロトラゾール	118	3.4
GC	オキサジアゾン	77	8.6	LC	ジフルフェニカン	90	2.6	GC	バラチオン (エチル)	136	8.9
GC	オキサジキシル	80	10.4	LC	ジフルベンズロン	57 (102)	2.2	GC	バラチオンメチル	143	8.6
LC	オキサジクロメホ	95	2.7	GC	シプロコナゾール-1,2	106	2.0	GC	ハルフェンブロックス	71	4.8
GC	オキサベトリニル	-	-	LC	シプロジニル	98	2.2	LC	ハロキシホップ	81	3.7
LC	オキサミル	88	3.3	GC	シベルメトリン-1,2,3,4	78	5.2	LC	ハロスルフロメチル	92	2.7
LC	オキシカルボキシ	72	2.8	LC	ジベレリン酸	15 (114)	13.9	GC	ピコリナフェン	74	10.1
GC	オキシフルオルフェン	-	-	GC	シマジン	93	4.9	GC	ピテルタノール-1,2	103	6.2
LC	オメトエート	85	2.4	LC	シメコナゾール	88	2.1	GC	ピフェノックス	-	-
LC	オリザリン (Neg)	86	5.0	GC	ジメタメトリン	82	5.8	GC	ピフェントリン	71	4.8
GC	カズサホス	102	1.8	GC	ジメチピ	58	16.1	GC	ピペロニルブトキシド	106	5.0
GC	カフエンストール	85	8.9	LC	ジメチリモール	88	1.4	GC	ピペロホス	97	7.7
GC	カブタホール	分解	分解	GC	ジメチルピホス	81	5.3	LC	ピラクロストロビン	85	1.0
LC	カルバリル	78	4.3	GC	ジメチナミド	100	4.7	GC	ピラクロストロビン	118	11.0
GC	カルフェントラゾンエチル	84	12.6	LC	ジメトエート	70	2.1	GC	ピラクロホス	99	4.8
LC	カルプロバミド	93	1.9	LC	ジメトモルフ-1	82	2.1	LC	ピラゾスルフロエチル	94	2.7
GC	カルボキシ	87	5.0	LC	ジメトモルフ-2	72	1.2	GC	ピラゾホス	87	2.7
GC	カルボスルファン	分解	分解	GC	シメトリン	79	5.1	LC	ピラゾリネート	86	2.4
LC	カルボフラン	92	1.7	GC	ジメトン-S-メチル	98	3.3	GC	ピラフルフェンエチル	72	14.7
LC	キザロホップエチル	90	1.7	GC	ジメビレート	108	3.2	GC	ピリダフェンチオン	72	5.9
GC	キナルホス	87	3.3	LC	シラフルオフェン	74	2.4	GC	ピリダベン	81	5.0
GC	キノキシフェン	57	10.2	LC	スピノシンA	99	2.7	GC	ピリフェノックスE	109	7.1
GC	キノクラミン	84	12.9	LC	スピノシンD	90	2.1	GC	ピリフェノックスZ	119	12.4
GC	キノメチオナート	分解	分解	LC	スピロキサミン	76	3.2	LC	ピリフタリド	98	4.8
GC	キャプタン	分解	分解	GC	スピロジクロフェン	-	-	GC	ピリブチカルブ	78	7.7
GC	キントゼン	103	6.0	LC	スルフェントラゾ	93	2.7	GC	ピリブチカルブ	77	5.7
LC	クミルロン	48 (101)	1.8	LC	スルホスルフロ	101	3.8	LC	ピリミカルブ	92	1.1
LC	クレソキシムメチル	71	5.1	GC	ソキサミド	100	8.7	LC	ピリミジフェン	81	1.9

表1-2 温州みかん 農薬添加回収試験結果一覧 回収率とRSD (n = 5)

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	ピリミジフェン	78	5.4	GC	フルバリネート-1,2	77	4.5	LC	ホスファミドン	95	4.5
GC	ピリミノバック-メチル,E	111	7.7	LC	フルフェナセット	78	2.3	GC	ホスメット	91	5.4
GC	ピリミノバック-メチル,Z	104	4.0	GC	フルフェナセット	97	11.1	LC	ホメサフェン	74	2.6
GC	ピリモホスメチル	80	8.0	LC	フルフェノクスロン	77	2.7	LC	ホラムスルフロ	98	1.9
GC	ピリメタニル	76	3.5	GC	フルフェンビルエチル	85	11.3	LC	ホルグロルフェニユロン	83	1.5
LC	ピロキロン	79	3.6	GC	フルミオキサジン	92	14.0	LC	ホルモチオン	82	3.2
GC	ピンクロソリン	95	8.4	GC	フルミクロラックベンチル	112	8.4	GC	ホレート	99	1.8
GC	ファミフル	83	7.5	LC	フルメツラム	96	1.3	GC	マラチオン	85	7.2
GC	ファミキサドン	117	9.7	GC	フルリドン	98	1.2	GC	マイクロプタニル	93	8.2
GC	フィブロニル	142	5.0	LC	フルロキシビル (Neg)	-	-	GC	メカルバム	102	6.7
GC	フェナミホス	104	3.8	GC	ブレチラクロール	87	1.1	LC	メコプロップ (Neg)	140	5.5
GC	フェナリモル	90	5.5	GC	ブクロラズ	81	9.2	LC	メソスルフロメチル	88	4.5
GC	フェニトロチオン	164	7.4	GC	ブロシミドン	81	8.1	LC	メソミル	84	3.1
GC	フェノキサニル	74	6.6	GC	プロチオホス	75	4.2	GC	メタクリホス	91	2.8
LC	フェノキサプロップエチル	94	1.4	LC	プロバキサホップ	86	2.8	LC	メタベンズチアズロン	92	1.2
GC	フェノキサプロップエチル	71	7.3	GC	プロバクロール	99	1.3	LC	メタミドホス	77	0.6
LC	フェノキシカルブ	83	1.6	GC	プロバジン*	85	6.7	GC	メタラキシル	83	4.3
GC	フェノチオカルブ	82	6.4	GC	プロバニル	98	6.1	LC	メチオカルブ	95	2.1
GC	フェノトリン-1	85	7.6	GC	プロバホス	102	5.9	GC	メチオカルブ	92	3.4
GC	フェノトリン-2	82	7.2	GC	プロバキット	108	8.5	GC	メチダチオン	105	5.3
LC	フェノブカルブ	90	3.4	GC	プロビコナゾール-1	88	10.9	GC	メトキシクロール	74	8.2
GC	フェノブカルブ	91	5.2	GC	プロビコナゾール-2	90	10.0	LC	メトキシフェノジド	34 (104)	2.0
LC	フェリムゾン(E,Z)	71	0.7	GC	プロビザミド	90	4.0	LC	メトスラム	103	2.3
LC	フェンアミドン	84	1.2	GC	プロヒドロジャスモン-1	89	6.9	LC	メトスルフロメチル	111	2.5
GC	フェンアミドン	85	10.0	GC	プロヒドロジャスモン-2	-	-	LC	メトブレ	83	3.2
GC	フェンクローホス	82	6.5	GC	プロフェノホス	76	13.0	GC	メトミノストロピン,E	118	2.6
GC	フェンシルホチオン	117	10.5	GC	プロベタンホス	93	2.5	GC	メトミノストロピン,Z	113	8.8
GC	フェンチオン	86	4.5	LC	プロボキシカルバゾンNa	109	5.7	GC	メトラクロール	94	5.4
GC	フェントエート	N/A (P)	-	GC	プロボキシル	90	2.7	GC	メトリブジン	104	8.0
GC	フェンバレート-1	82	7.3	GC	プロマシラ*	81	9.8	LC	メバニピリム	85	2.1
GC	フェンバレート-2	94	5.2	GC	プロメトリン	83	6.8	LC	メピンホス-1,2	84	2.9
LC	フェンビロキシメート	N/A (P)	-	LC	プロモキシニル	-	-	GC	メフェナセット	92	6.8
GC	フェンブコナゾール	102	7.7	GC	プロモブチド	92	11.5	GC	メフェンビル-ジエチル	80	8.4
GC	フェンブプロトリン	93	10.3	GC	プロモプロビレート	95	5.0	GC	メフロニル	77	11.4
LC	フェンブプロビモルフ	82	3.0	GC	プロモホス	72	5.4	LC	モノクロトホス	81	3.0
GC	フェンブプロビモルフ	75	6.5	GC	プロモホスエチル	72	7.8	LC	モノリニユロン	86	2.1
LC	フェンヘキサミド	79	1.9	LC	フロラスラム	42 (99)	2.1	LC	ヨードスルフロメチルNa塩	102	3.0
LC	フェンメディファム	93	1.3	LC	ヘキサコナゾール	73	3.9	LC	ラクトフェン	94	2.2
GC	フサライド	60	11.6	GC	ヘキサコナゾール	110	11.4	LC	リニユロン	89	2.9
GC	フタクロール	80	8.3	LC	ヘキサジノン	70	3.6	GC	硫酸エンドスルファン	77	10.3
LC	フタフェナシル	70	1.4	LC	ヘキサフルムロン (Neg)	90	4.3	LC	ルフェヌロン (Neg)	74	11.4
GC	ブタミホス	135	8.2	LC	ヘキシチアゾクス	79	0.4	GC	レスメトリン-1,2	89	6.6
GC	ブチレート	84	3.2	GC	ベナラキシル	76	4.7	GC	レナシル	78	4.6
GC	ブピリメート	89	11.1	GC	ベノキサコール	102	6.4	LC	1-ナフタレン酢酸	-	-
LC	ブプロフェジン	72	4.3	LC	ベノキススラム	105	3.7	GC	1-ナフチルアセトアミド	105	8.3
GC	ブプロフェジン	74	4.3	GC	ベルタン	76	4.9	LC	2,4-D (Neg)	75	8.3
LC	フラザスルフロ	88	2.6	GC	ベルメトリン-1,2	80	5.3	GC	3-ヒドロキシカルボフラン	89	8.7
LC	フラチオカルブ	97	3.2	GC	ベンコナゾール	101	4.3	GC	4-4'-ジクロロベンゾフェノン	76	4.7
GC	フラチオカルブ	89	4.8	LC	ベンシクロ	86	0.9	LC	4-クロロフェノキシ酢酸 (Neg)	95	10.8
GC	フラムプロップメチル	77	9.0	LC	ベンスルフロメチル	103	1.9	GC	EPN	98	7.5
LC	フラメトビル	88	1.8	LC	ベンゾフェナップ	88	5.5	GC	EPTC	83	6.9
GC	フルアクリピリム	79	8.6	LC	ベンダイオカルブ	86	2.4	LC	MCPA (Neg)	97	5.0
LC	フルアジホップ	98	1.8	GC	ベンダイオカルブ	91	5.3	LC	MCPB (Neg)	86	16.8
GC	フルキンコナゾール	79	9.4	GC	ベンディメタリン	119	4.1	GC	p,p'-DDD	77	5.2
GC	フルジオキシニル	80	11.5	GC	ベンフラカルブ	分解	分解	GC	p,p'-DDE	53	7.6
GC	フルシトリネート-1	84	1.9	GC	ベンフルラリン	139	4.9	GC	TCMTB	117	5.4
GC	フルシトリネート-2	85	6.1	GC	ベンプレセート	84	4.7	GC	XMC*	81	3.2
GC	フルシラゾール	99	3.5	GC	ホサロン	99	3.2	GC	δ-BHC	145	5.8
LC	フルチアセットメチル	71	3.4	LC	ホスカリド	78	0.6	GC	α-エンドスルファン	71	13.6
GC	フルトラニル	80	8.1	GC	ホスカリド	85	7.1	GC	β-エンドスルファン	78	5.3
LC	フルトリアホール	72	2.2	GC	ホスチアゼート-1	98	6.6				
GC	フルトリアホール	112	4.8	GC	ホスチアゼート-2	96	4.9				

- ◇ 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(%) > 25% 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