

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®によるハウレンソウ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 を用いてハウレンソウにおける添加回収試験を  $n = 2 \times 5$  日間で行い、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 : ハウレンソウ (ひげ根および変質葉を除去し、フードプロセッサーで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

### 【試料および試薬】

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<sup>※1</sup> (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)<br>MS : TSQ Quantis (Thermo Fisher)                                                                                        |
| 分析カラム    | Cadenza CD-C18 長さ 150 mm、<br>内径 2 mm、粒子径 3 $\mu$ m (Imtakt)                                                                                              |
| オープン温度   | 40 $^{\circ}$ C                                                                                                                                          |
| 注入量      | 1 $\mu$ L                                                                                                                                                |
| 溶離液      | A液 5 mM酢酸アンモニウム水溶液<br>B液 メタノール                                                                                                                           |
| 流速       | 0.25 mL/min (0~23 min、34~35 min)<br>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<br>$\rightarrow$ 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)<br>MS : TSQ 8000Evo (Thermo Fisher)                                                                                                                                                                                                                                                                   |
| 分析カラム            | VF-5MS 長さ 30 m、<br>内径 0.25 mm、膜厚 0.25 $\mu$ m (Agilent)                                                                                                                                                                                                                                                                                 |
| 注入量              | 4 $\mu$ 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<br>(0 min) $\rightarrow$ 5 $^{\circ}$ C/min $\rightarrow$ 200 $^{\circ}$ C (0 min) $\rightarrow$<br>10 $^{\circ}$ C/min $\rightarrow$ 300 $^{\circ}$ C (11.5 min) $\rightarrow$<br>20 $^{\circ}$ C/min $\rightarrow$ 310 $^{\circ}$ C (5 min) |
| トランスファー<br>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 $\mu$ A)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   |
| 測定モード            | Timed-SRM モード                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           |

### 【結果】

今回対象とした 422 成分<sup>※2</sup>のうち回収率 70%~120%、室内精度 30%未満を満たしたものは 383 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](http://www.miuraz.co.jp/e_science/products/speedia.html)

## 抽出

ホウレンソウ 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

LC 用  
 |  
 GC 用  
 |  
 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 0.25 g/mL 相当、農薬濃度 2.5 ppb)

## STEP 3

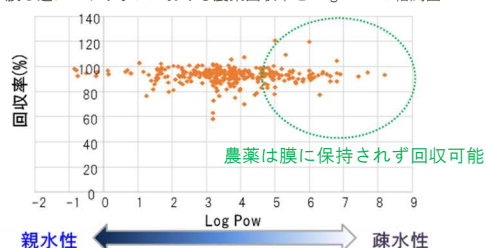
吸着カートリッジを脱水精製カートリッジへセット  
 | + アセトン 3.5 mL  
 遠心分離 (30×g、3 分間)  
 | + アセトン/トルエン(3/1) 3.5 mL  
 遠心分離 (30×g、3 分間)  
 |  
 溶出液に 0.125% SFA10Mix を 50  $\mu$ L 添加しアセトンで 5 mL に定容  
 |  
 GC-MS/MS 測定  
 (最終試料濃度 0.2 g/mL 相当、農薬濃度 2 ppb)

## 《STEP1 膜ろ過工程で抽出液に水を加える効果》

| 試料：ホウレンソウ | 水添加なし<br>(抽出液のみ)                                                                    | 水添加あり<br>(抽出液：水=1：0.8)                                                              |
|-----------|-------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| ろ過後の膜     |  |  |

水を加えずろ過した場合(写真左)、ほとんど精製効果が得られません。しかし抽出液に水を加える事で色素や脂質などの疎水性夾雑物質は凝集しそれらが膜に保持されるため、精製効果が得られるようになります(写真右)。

膜ろ過カートリッジにおける農薬回収率と Log Pow の相関図



グラフから疎水性の高い農薬(Log Pow 大)も膜に保持されることなく回収可能である事が確認できます。

表 1-1 ホウレンソウ 農薬添加回収試験結果一覧 回収率と RSD (n = 10)

| 測定<br>機器 | 化合物名            | 回収率<br>(%) | RSD<br>(%) | 測定<br>機器 | 化合物名            | 回収率<br>(%) | RSD<br>(%) | 測定<br>機器 | 化合物名           | 回収率<br>(%) | RSD<br>(%) |
|----------|-----------------|------------|------------|----------|-----------------|------------|------------|----------|----------------|------------|------------|
| LC       | アイオキシニル (Neg)   | 87         | 6.5        | GC       | キントゼン           | 75         | 7.5        | GC       | スピロジクロフェン      | 60         | 9.5        |
| GC       | アクリナトリン         | 84         | 7.9        | LC       | クミルロン           | 78         | 12.8       | LC       | スルフェントラゾン      | 45 (97)    | 8.8        |
| GC       | アザコナゾール         | 91         | 5.0        | GC       | クロソキシムメチル       | 88         | 7.1        | LC       | スルホスルクロン       | 111        | 5.8        |
| LC       | アザメチホス          | 80         | 7.2        | LC       | クロキントセツトメキシル    | 61 (69)    | 8.4        | GC       | ゾキサミド          | 91         | 6.5        |
| GC       | アザメチホス          | 95         | 8.5        | LC       | クロジナホップ酸        | 53 (90)    | 6.2        | LC       | ターバシル          | 89         | 8.6        |
| LC       | アシフルオルフェン (Neg) | 68 (91)    | 4.8        | GC       | クロゾリネート         | 75         | 11.9       | GC       | ターバシル          | 92         | 7.0        |
| LC       | アシベンゾラールSメチル    | 0 (0)      | -          | LC       | クロチアニジン         | 76         | 4.1        | GC       | ダイアジノン         | 89         | 6.4        |
| LC       | アジムスルフロ         | 93         | 7.4        | LC       | クロフエンセツト        | 73         | 4.6        | GC       | ダイアレート-1       | 89         | 4.3        |
| LC       | アジンホスメチル        | 81         | 8.0        | LC       | クロフエンテジン        | 82         | 5.5        | GC       | ダイアレート-2       | 94         | 8.0        |
| GC       | アジンホスメチル        | 97         | 7.4        | LC       | クロブロッツ (Neg)    | 109        | 14.2       | LC       | ダイムロン          | 79         | 13.6       |
| LC       | アセタミプリド         | 76         | 5.3        | GC       | クロマゾン           | 88         | 5.7        | LC       | チアクロプリド        | 86         | 4.6        |
| GC       | アセトクロール         | 93         | 7.8        | LC       | クロマフェノジド        | 80         | 15.0       | LC       | チアベンダゾール       | 73         | 5.2        |
| LC       | アセフェート          | 93         | 4.4        | LC       | クロメブロッツ         | 74         | 3.1        | LC       | チアメトキサム        | 95         | 2.9        |
| LC       | アゾキシストロビン       | 90         | 14.7       | LC       | クロランスラムメチル      | 98         | 7.4        | LC       | チオジカルブ         | 分解         | 分解         |
| GC       | アゾキシストロビン       | 95         | 20.1       | LC       | クロリダゾン          | 83         | 3.6        | GC       | チオベンカルブ        | 88         | 5.1        |
| GC       | アトラジン           | 96         | 6.8        | LC       | クロリムロンエチル       | 95         | 8.5        | GC       | チオメトン          | 95         | 3.6        |
| LC       | アニロホス           | 82         | 9.4        | GC       | クロルエトキシホス       | 88         | 5.6        | LC       | チジアズロン         | 46 (93)    | 11.0       |
| GC       | アニロホス           | 91         | 7.7        | LC       | クロルスルフロ         | 103        | 3.5        | LC       | チフェンスルフロメチル    | 124 (92)   | 2.5        |
| LC       | アバメクチン          | 54 (100)   | 2.6        | GC       | クロルタルジメチル       | 86         | 9.2        | GC       | チフルザミド         | 90         | 9.6        |
| GC       | アメトリン           | 91         | 7.0        | GC       | クロルピリホス         | 79         | 5.9        | GC       | ディルドリン         | 71         | 16.4       |
| GC       | アラクロール          | 99         | 6.3        | GC       | クロルピリホスメチル      | 83         | 8.6        | GC       | テクナゼン          | 81         | 3.8        |
| LC       | アルジカルブ          | 90         | 5.7        | GC       | クロルフェナビル        | 77         | 20.2       | LC       | テトラクロルビンホス     | 90         | 7.2        |
| LC       | アルジカルブスルホ       | 96         | 4.6        | GC       | クロルフェンソン        | 85         | 5.7        | GC       | テトラクロルビンホス     | 87         | 8.4        |
| GC       | アルドリ            | 61         | 7.5        | GC       | クロルフェンビンホス,E    | 85         | 13.9       | GC       | テトラコナゾール       | 92         | 9.4        |
| GC       | アレスリン-1,2,3,4   | -          | -          | GC       | クロルフェンビンホス,Z    | 89         | 10.2       | GC       | テトラジホ          | 82         | 10.7       |
| GC       | イサゾホス           | 96         | 11.1       | GC       | クロルブファム         | 100        | 8.6        | GC       | テニルクロール        | 94         | 4.9        |
| GC       | イソキサチオン         | 93         | 4.5        | GC       | クロルプロファム        | 96         | 5.0        | GC       | テブコナゾール        | 90         | 5.2        |
| GC       | イソキサチオン,オキシ     | 61         | 21.2       | GC       | クロルペンシド         | 71         | 5.9        | LC       | テブチウロン         | 88         | 4.9        |
| LC       | イソキサフルトール       | 82         | 6.3        | LC       | クロロクソン          | 70         | 10.6       | GC       | テブチウロン         | 73         | 8.5        |
| GC       | イソフェンホス         | 89         | 5.5        | GC       | クロロネブ           | N/A (I)    | -          | LC       | テブフェノジド (Neg)  | 82         | 3.7        |
| GC       | イソフェンホスオキシ      | 95         | 5.4        | GC       | クロロベンジレート       | 85         | 5.3        | GC       | テブフェンピラド       | 81         | 8.8        |
| GC       | イソプロカルブ         | 102        | 4.5        | GC       | シアナジン           | 86         | 13.7       | GC       | テフルトリ          | 79         | 7.5        |
| LC       | イソプロチオラン        | 82         | 5.4        | GC       | シアノホス           | 90         | 6.1        | LC       | テフルベンズロン (Neg) | 63 (100)   | 5.5        |
| GC       | イソプロチオラン        | 90         | 6.5        | LC       | ジウロン            | 81         | 10.5       | GC       | デルタメトリン        | 84         | 5.8        |
| GC       | イブロジ            | 90         | 11.5       | GC       | ジエトフェンカルブ       | 90         | 7.1        | GC       | テルブトリ          | 92         | 4.3        |
| LC       | イブロバリアルブ        | 84         | 11.9       | GC       | ジオキサチオン         | 98         | 6.5        | GC       | テルブホス          | 88         | 4.5        |
| GC       | イブロバリアルブ        | 99         | 4.6        | GC       | ジオキサチオン,分解物     | 77         | 14.1       | LC       | トラルコキシジム-1     | 74         | 20.9       |
| LC       | イマザキン           | 89         | 4.4        | LC       | シクラニリド (Neg)    | 79         | 6.9        | LC       | トラルコキシジム-2     | 85         | 8.0        |
| LC       | イマザメタベンズメチルエステル | 91         | 4.0        | LC       | シクロエート          | 96         | 2.3        | GC       | トリアジメノール-1     | 97         | 6.1        |
| LC       | イマザリル           | 86         | 8.4        | GC       | ジクロシメット-1       | 93         | 6.3        | GC       | トリアジメノール-2     | 90         | 5.8        |
| LC       | イミダクロプリド        | 80         | 4.8        | GC       | ジクロシメット-2       | 94         | 8.6        | GC       | トリアジメノ         | 93         | 7.5        |
| GC       | イミベンコナゾール       | 90         | 7.5        | LC       | ジクロスラム          | 77         | 6.9        | LC       | トリアスルフロ        | 108        | 4.6        |
| GC       | イミベンコナゾール-デスベンジ | 79         | 12.1       | LC       | シクロスルファミロン      | 88         | 11.7       | GC       | トリアゾホス         | 91         | 7.1        |
| LC       | インダノファン         | 67 (97)    | 7.6        | LC       | ジクロトホス          | 91         | 4.5        | GC       | トリアレート         | 83         | 5.8        |
| LC       | インドキサカルブ        | 91         | 8.2        | GC       | ジクロフェンチオン       | 83         | 6.1        | LC       | トリクロロビ (Neg)   | 85         | 15.6       |
| GC       | ウニコナゾール-P       | 94         | 11.2       | GC       | ジクロフルアニド        | 分解         | 分解         | LC       | トリシクラゾ         | 78         | 4.5        |
| GC       | エスプロカルブ         | 86         | 5.3        | GC       | ジクロホップメチル       | 82         | 9.1        | LC       | トリチコナゾール       | 80         | 5.7        |
| LC       | エタメツルフロメチル      | 96         | 6.5        | LC       | ジクロメジン          | 60 (88)    | 10.1       | GC       | トリチコナゾール       | 89         | 10.0       |
| GC       | エタフルラリン         | 91         | 6.5        | GC       | ジクロラン           | 96         | 4.7        | LC       | トリデモルフ         | 61 (73)    | 11.7       |
| GC       | エチオフェンカルブ       | 100        | 5.0        | LC       | ジクロルブロッツ (Neg)  | 68 (95)    | 13.9       | GC       | トリブホス(DEF)     | 75         | 7.7        |
| GC       | エチオン            | 87         | 6.1        | GC       | ジクロルボス(DDVP)    | 81         | 6.4        | GC       | トリフルミソール       | 91         | 16.0       |
| GC       | エディフェンホス        | 92         | 3.7        | GC       | ジコホール           | 分解         | 分解         | LC       | トリフルムロン        | 83         | 4.9        |
| GC       | エトキサゾール         | 81         | 5.8        | GC       | ジスルホトン          | 89         | 4.6        | GC       | トリフルラン         | 91         | 6.3        |
| LC       | エトキシスルフロ        | 87         | 9.5        | GC       | ジスルホトンスルホ       | 98         | 6.5        | GC       | トリフロキシストロビン    | 94         | 7.1        |
| GC       | エトフェンブロッツ       | 71         | 5.5        | GC       | シニドエチル          | 84         | 7.8        | LC       | トリフロキシスルフロNa   | 92         | 8.9        |
| GC       | エトフメセート         | 96         | 10.8       | LC       | シノスルフロ          | 103        | 3.4        | GC       | トルクロホスメチル      | 89         | 5.9        |
| GC       | エトプロホス          | 99         | 6.8        | GC       | シハロトリン-1        | 83         | 8.5        | GC       | トルフェンピラド       | 95         | 8.1        |
| GC       | エトリジアゾール        | 89         | 3.0        | GC       | シハロトリン-2        | 93         | 8.5        | LC       | ナブタラム          | 78         | 2.8        |
| LC       | エボキシコナゾール       | 72         | 8.1        | GC       | シハロホップチル        | 83         | 6.1        | LC       | ナブアエリド         | 78         | 7.9        |
| GC       | エボキシコナゾール       | 90         | 5.8        | GC       | ジフェナミド          | 90         | 7.2        | GC       | ナブロバミド         | 90         | 10.0       |
| GC       | エンドリン           | 76         | 13.9       | GC       | ジフェニルアミン        | N/A (I)    | -          | GC       | ニトラビリン         | 93         | 4.8        |
| GC       | オキサジアゾン         | 84         | 7.5        | GC       | ジフェノコナゾール-1,2   | 85         | 8.1        | GC       | ニトラタールイソプロピル   | 93         | 4.0        |
| GC       | オキサジキシル         | 86         | 9.0        | GC       | シフルトリン-1,2,3,4  | 81         | 6.4        | LC       | ノバルロン          | 77         | 5.0        |
| LC       | オキサジクロメホ        | 82         | 5.7        | LC       | シフルフェナミド        | 87         | 4.9        | GC       | ノルフルゾン         | 85         | 10.6       |
| GC       | オキサベトリニル        | -          | -          | LC       | シフルフェニカン        | 76         | 7.3        | GC       | パーバン           | 105        | 7.6        |
| LC       | オキサミル           | 95         | 5.4        | LC       | シフルベンズロン        | 72         | 9.4        | GC       | パクロトラゾール       | 97         | 4.6        |
| LC       | オキシカルボキシ        | 87         | 3.2        | GC       | シプロコナゾール-1,2    | 91         | 5.9        | GC       | パラチオン (エチル)    | 93         | 7.7        |
| GC       | オキシクロルデン        | 80         | 9.2        | LC       | シプロジニル          | 88         | 3.2        | GC       | パラチオンメチル       | 105        | 5.9        |
| GC       | オキシフルオルフェン      | 96         | 12.8       | GC       | シベルメトリン-1,2,3,4 | 80         | 5.5        | GC       | ハルフェンブロッツ      | 67         | 8.6        |
| LC       | オメトエート          | 91         | 5.0        | LC       | ジベレリン酸          | 35 (91)    | 13.6       | LC       | ハロキシホップ        | 51 (93)    | 6.1        |
| LC       | オリザリン (Neg)     | 88         | 5.5        | GC       | シマジン            | 93         | 10.3       | LC       | ハロスルフロメチル      | 87         | 5.5        |
| GC       | カズサホス           | 97         | 4.3        | LC       | シメコナゾール         | 82         | 8.4        | GC       | ピコリナフェン        | 75         | 9.2        |
| GC       | カフェンストロー        | 85         | 13.3       | GC       | ジメタメトリン         | 86         | 7.4        | GC       | ピチルタノール-1,2    | 93         | 7.7        |
| GC       | カプタホール          | 分解         | 分解         | GC       | ジメチピン           | 69         | 10.9       | GC       | ピフェノックス        | 97         | 8.6        |
| LC       | カルバリル           | 87         | 5.5        | LC       | ジメチリモール         | 76         | 11.4       | GC       | ピフェントリン        | 69         | 5.0        |
| GC       | カルバリル           | 95         | 7.0        | GC       | ジメチルビンホス        | 85         | 7.8        | GC       | ピペロニルプロキシド     | 87         | 3.0        |
| GC       | カルフェントラゾンエチル    | 87         | 9.4        | GC       | ジメチナミド          | 95         | 3.9        | GC       | ピペロホス          | 87         | 8.3        |
| LC       | カルプロバミド         | 83         | 4.6        | LC       | ジメトエート          | 89         | 5.3        | LC       | ピラクロストロビン      | 91         | 10.1       |
| GC       | カルボキシ           | 86         | 4.8        | GC       | ジメトモルフ-1        | 89         | 8.8        | GC       | ピラクロストロビン      | 101        | 6.0        |
| GC       | カルボスルファン        | 分解         | 分解         | GC       | ジメトモルフ-2        | 91         | 10.7       | GC       | ピラクロホス         | 87         | 7.2        |
| GC       | カルボフラン          | 118        | 6.9        | GC       | シメトリン           | 88         | 6.0        | LC       | ピラズスルフロエチル     | 91         | 6.0        |
| LC       | キザロホップエチル       | 75         | 4.6        | GC       | ジメトン-S-メチル      | 96         | 5.5        | GC       | ピラゾホス          | 84         | 5.4        |
| GC       | キナルホス           | 89         | 6.7        | GC       | ジメビレレート         | 93         | 3.3        | LC       | ピラゾリネート        | 82         | 8.0        |
| GC       | キノキシフェン         | 63         | 6.3        | GC       | シラフルオフェン        | 55         | 7.3        | GC       | ピラフルフェンエチル     | 85         | 12.3       |
| GC       | キノクラミン          | 72         | 12.0       | LC       | スピノシンA          | 63 (99)    | 5.3        | GC       | ピリダフェンチオン      | 93         | 7.0        |
| GC       | キノメチオナート        | 分解         | 分解         | LC       | スピノシンD          | 59 (99)    | 4.8        | GC       | ピリダベン          | 81         | 5.2        |
| GC       | キャプタン           | 分解         | 分解         | LC       | スピロキサミン         | 93         | 4.7        | GC       | ピリフェノックスE      | 90         | 6.0        |

表1-2 ホウレンソウ 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    | 88      | 7.9     | GC   | フルバリネート-1,2    | 79      | 6.7     | LC   | ホラムスルフロ            | 114     | 4.4     |
| LC   | ピリフタリド       | 89      | 15.6    | LC   | フルフェナセット       | 85      | 7.5     | LC   | ホルクロルフェニユロン        | 76      | 12.0    |
| GC   | ピリブチカルブ      | 89      | 3.9     | GC   | フルフェナセット       | 95      | 6.9     | LC   | ホルモチオン             | 85      | 4.9     |
| GC   | ピリプロキシフェン    | 82      | 7.4     | LC   | フルフェノクスロン      | 52 (96) | 5.7     | GC   | ホレート               | 94      | 4.6     |
| LC   | ピリミカルブ       | 94      | 4.4     | GC   | フルフェンビルエチル     | 87      | 10.6    | GC   | マラチオン              | 91      | 6.4     |
| GC   | ピリミカルブ       | 77      | 7.0     | GC   | フルミオキサジン       | 92      | 6.4     | GC   | ミクロブタニル            | 90      | 7.1     |
| LC   | ピリミジフェン      | 91      | 5.8     | GC   | フルミクロラックベンチル   | 90      | 9.8     | GC   | メカルバム              | 97      | 9.3     |
| GC   | ピリミジフェン      | 80      | 5.4     | LC   | フルメツラム         | 104     | 2.9     | LC   | メコプロップ (Neg)       | 92      | 7.0     |
| GC   | ピリミノバック-メチルE | 89      | 7.4     | LC   | フルリドン          | 82      | 14.9    | LC   | メソスルフロメチル          | 115     | 5.6     |
| GC   | ピリミノバック-メチルZ | 88      | 6.9     | GC   | フルリドン          | 86      | 8.0     | LC   | メソミル               | 109     | 4.6     |
| GC   | ピリミホスメチル     | 83      | 4.7     | LC   | フルロキシビル (Neg)  | -       | -       | GC   | メタクリホス             | 92      | 5.8     |
| GC   | ピリメタニル       | 80      | 5.9     | GC   | フレチラクロール       | 87      | 8.6     | LC   | メタベンズチアズロン         | 87      | 7.8     |
| LC   | ピロキロン        | 91      | 3.8     | GC   | プロクロラズ         | 82      | 8.2     | LC   | メタミドホス             | 80      | 3.4     |
| GC   | ピロキロン        | 81      | 7.8     | GC   | プロシモン          | 86      | 4.6     | GC   | メタラキシル             | 93      | 6.9     |
| GC   | ピンクロソリン      | 92      | 10.3    | GC   | プロチオホス         | 74      | 6.1     | LC   | メチオカルブ             | 86      | 5.5     |
| GC   | ファミフル        | 94      | 7.6     | LC   | プロバキサホップ       | 76      | 4.5     | GC   | メチオカルブ             | 96      | 6.5     |
| GC   | ファミキサドン      | 92      | 9.1     | GC   | プロバクロー         | 94      | 5.3     | GC   | メチダチオン             | 100     | 3.7     |
| GC   | フィブロン        | 94      | 7.3     | GC   | プロバジン*         | 87      | 6.2     | GC   | メトキシクロール           | 85      | 6.8     |
| GC   | フェナミホス       | 95      | 9.6     | GC   | プロバニル          | 96      | 6.9     | LC   | メトキシフェノジド          | 73      | 11.3    |
| GC   | フェナリモル       | 87      | 6.3     | GC   | プロバホス          | 93      | 5.3     | LC   | メトスラム              | 91      | 9.0     |
| GC   | フェントロチオン     | 98      | 5.8     | GC   | プロバルギット        | 90      | 5.3     | LC   | メトスルフロメチル          | 115     | 2.6     |
| GC   | フェノキサニル      | 89      | 8.0     | GC   | プロビコナゾール-1     | 89      | 13.5    | LC   | メトレン               | 77      | 5.8     |
| LC   | フェノキサプロップエチル | 79      | 5.8     | GC   | プロビコナゾール-2     | 87      | 8.3     | GC   | メトミノストロビンE         | 92      | 6.1     |
| GC   | フェノキサプロップエチル | 79      | 8.9     | GC   | プロビザミド         | 92      | 5.8     | GC   | メトミノストロビンZ         | 96      | 4.8     |
| LC   | フェノキシカルブ     | 84      | 7.9     | GC   | プロヒドロジャスモン-1   | 96      | 7.1     | GC   | メトラクロール            | 90      | 5.3     |
| GC   | フェノチオカルブ     | 95      | 3.3     | GC   | プロヒドロジャスモン-2   | -       | -       | GC   | メトリブジン             | 92      | 6.7     |
| GC   | フェノトリン-1     | 87      | 9.1     | GC   | プロフェノホス        | 84      | 12.4    | LC   | メバニピリム             | 87      | 7.2     |
| GC   | フェノトリン-2     | 76      | 6.8     | GC   | プロベタンホス        | 93      | 4.4     | LC   | メビホス-1,2           | 94      | 5.6     |
| LC   | フェノブカルブ      | 92      | 4.7     | LC   | プロボキシカルバゾンNa   | 105     | 6.2     | GC   | メフェナセット            | 89      | 6.7     |
| GC   | フェノブカルブ      | 91      | 5.0     | GC   | プロボキシル         | 92      | 5.8     | GC   | メフェンビル-ジエチル        | 86      | 7.4     |
| LC   | フェリムゾン(E,Z)  | 78      | 14.0    | GC   | プロマシル*         | 83      | 6.2     | GC   | メブロン               | 89      | 6.9     |
| LC   | フェンアミドン      | 81      | 11.3    | GC   | プロメトリン         | 91      | 5.9     | LC   | モノクロトホス            | 94      | 3.0     |
| GC   | フェンアミドン      | 83      | 12.1    | LC   | プロモキシニル        | -       | -       | LC   | モノリニユロン            | 91      | 4.6     |
| GC   | フェンクロルホス     | 81      | 5.6     | GC   | プロモブチド         | 92      | 4.7     | LC   | ヨードスルフロメチルNa塩      | 99      | 4.5     |
| GC   | フェンシルホチオン    | 103     | 7.0     | GC   | プロモプロレート       | 81      | 6.7     | LC   | ラクトフェン             | 83      | 4.8     |
| GC   | フェンチオン       | 83      | 6.6     | GC   | プロモホス          | 77      | 7.6     | LC   | リニユロン              | 87      | 8.2     |
| GC   | フェントエート      | 95      | 3.3     | GC   | プロモホスエチル       | 77      | 8.0     | GC   | 硫酸エンドスルファン         | 93      | 10.5    |
| GC   | フェンバレート-1    | 78      | 5.6     | LC   | フロラスラム         | 77      | 3.2     | LC   | ルフェスロン (Neg)       | 59 (87) | 19.1    |
| GC   | フェンバレート-2    | 85      | 4.9     | GC   | ヘキサクロロベンゼン     | 45      | 6.2     | GC   | レスメトリン-1,2         | 78      | 4.6     |
| LC   | フェンピロキシメート   | 66 (89) | 3.9     | LC   | ヘキサコナゾール       | 79      | 8.1     | GC   | レナシル               | 97      | 6.9     |
| GC   | フェンブコナゾール    | 89      | 6.2     | GC   | ヘキサコナゾール       | 87      | 14.9    | LC   | 1-ナフタレン酢酸          | -       | -       |
| GC   | フェンブプロバトリン   | 80      | 7.5     | LC   | ヘキサジノン         | 89      | 4.8     | GC   | 1-ナフチルアセトアミド       | 87      | 5.4     |
| LC   | フェンブプロピモル    | 84      | 4.5     | LC   | ヘキサフルムロン (Neg) | 82      | 4.1     | LC   | 2,4-D (Neg)        | 66 (90) | 10.0    |
| LC   | フェンヘキサミド     | 73      | 9.7     | LC   | ヘキシチアゾクス       | 60 (87) | 3.2     | GC   | 3-ヒドロキシカルボフラン      | -       | -       |
| LC   | フェンメディファム    | 80      | 10.4    | GC   | ベナラキシル         | 90      | 8.5     | GC   | 4-4'-ジクロロベンゾフェノン   | 80      | 4.8     |
| GC   | フサライド        | 69      | 9.8     | GC   | ベノキサコール        | 97      | 5.3     | LC   | 4-クロロフェノキシ酢酸 (Neg) | 88      | 12.9    |
| GC   | ブタクロール       | 92      | 11.1    | LC   | ベノキススラム        | 100     | 7.4     | GC   | cis-クロルデン          | 72      | 14.6    |
| LC   | ブタフェナシル      | 79      | 12.7    | GC   | ヘブタクロル         | 74      | 7.3     | GC   | cis-ヘブタクロルエボキシド    | 74      | 15.3    |
| GC   | ブタミホス        | 93      | 4.6     | GC   | ベルタン           | 76      | 5.3     | GC   | EPN                | 96      | 5.0     |
| GC   | ブチレート        | 89      | 4.3     | GC   | ベルメトリン-1,2     | 81      | 8.1     | GC   | EPTC               | 87      | 2.8     |
| GC   | ブピリメート       | 84      | 9.6     | GC   | ベンコナゾール        | 90      | 6.2     | LC   | MCPA (Neg)         | 84      | 10.5    |
| LC   | ブプロフェジン      | 88      | 6.3     | LC   | ベンシクロン         | 80      | 8.1     | LC   | MCPB (Neg)         | 83      | 18.0    |
| GC   | ブプロフェジン      | 83      | 12.5    | LC   | ベンスルフロメチル      | 91      | 9.1     | GC   | o,p'-DDT           | 69      | 7.2     |
| LC   | ブラススルフロ      | 86      | 6.5     | LC   | ベンゾフェナップ       | 83      | 6.6     | GC   | p,p'-DDD           | 79      | 9.7     |
| LC   | フラチオカルブ      | 81      | 4.7     | LC   | ベンダイオカルブ       | 92      | 6.5     | GC   | p,p'-DDE           | 58      | 8.3     |
| GC   | フラチオカルブ      | 88      | 6.8     | GC   | ベンダイオカルブ       | 99      | 5.1     | GC   | p,p'-DDT           | 69      | 6.9     |
| GC   | フラムプロップメチル   | 88      | 8.5     | GC   | ベンディメタリン       | 91      | 3.7     | GC   | TCMTB              | 81      | 7.5     |
| LC   | フラマトビル       | 71      | 12.0    | GC   | ベンフラカルブ        | 分解      | 分解      | GC   | trans-クロルデン        | 74      | 12.3    |
| GC   | フルアクリリウム     | 92      | 8.8     | GC   | ベンフルラリン        | 90      | 6.1     | GC   | trans-ヘブタクロルエボキシド  | 77      | 16.0    |
| LC   | フルアジホップ      | 60 (91) | 5.7     | GC   | ベンプレセート        | 93      | 4.3     | GC   | XMC*               | 88      | 8.6     |
| GC   | フルキンコナゾール    | 79      | 10.2    | GC   | ホサロン           | 88      | 6.2     | GC   | α-BHC              | 92      | 5.2     |
| GC   | フルジオキソニル     | 92      | 7.0     | LC   | ボスカリド          | 74      | 10.6    | GC   | β-BHC              | 90      | 11.3    |
| GC   | フルシトリネート-1   | 82      | 6.1     | GC   | ボスカリド          | 84      | 7.6     | GC   | γ-BHC              | 88      | 7.3     |
| GC   | フルシトリネート-2   | 86      | 4.7     | GC   | ホスチアゼート-1      | 95      | 11.6    | GC   | δ-BHC              | 137     | 24.7    |
| GC   | フルシラゾール      | 87      | 12.0    | GC   | ホスチアゼート-2      | 97      | 8.7     | GC   | α-エンドスルファン         | 79      | 14.4    |
| LC   | フルチアセットメチル   | 74      | 3.9     | LC   | ホスファミドン        | 90      | 7.8     | GC   | β-エンドスルファン         | 83      | 14.3    |
| GC   | フルトラニル       | 88      | 8.4     | GC   | ホスメット          | 93      | 8.0     |      |                    |         |         |
| GC   | フルトリアホル      | 93      | 5.0     | LC   | ホメサフェン         | 72      | 7.1     |      |                    |         |         |

- ◇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R<sup>2</sup>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

**MiURA**

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>