

別表 LC/MSにおける農薬基礎データ

農薬名	MW	①	②	③	④	⑤	⑥	⑧	⑦ P					⑨	⑩	⑦ N			⑪	
									P	A	S	p	a			s	D	C		F
2,4,5-T	254	23 77	102 9	G	H	N											1			
2,4-D	220	23 18	100 4	G	H	N											1			
ACEPHATE	183	8 90	38 5	T	H	PN		C	1	1					F	S	1			
ACEQUINOCYL	384	48 18	208 6	G	H	NP			1			2				S	1			
ACETAMIPRID	222	16 35	70 8	G	H	PN			1										1	F
ACETOCHLOR	269	31 03	134 3	G	N	P		C	1						F					
ACIBENZOLAR-S-METHYL	210	28 20	122 1	G	N	P			1			2								
ACIBENZOLARIC ACID	180	14 38	62 3	G	H	N											1		2	
ACRINATHRIN	541	42 80	185 3	G	H	N	D										1			F
ALACHLOR	269	31 40	135 9	B	N	P		C	1						F					
ALANYCARB	399	31 63	136 9	N	N	P	D	C	1			2			3	F				
ALDICARB	190	18 87	81 7	T	N	P		C		1	2				3	F				
ALDOXYCARB	206	9 30	40 3	T	N	P	D	C	2	1										
ALDICARB sulfone	222	10 70	46 3	T	N	P	D		3	1	2									
ALDRIN	362	ND																		
DILDRIN	378	ND																		
ENDRIN	378	ND																		
AMETRYN	227	24 73	107 1	T	H	P		S	1			2								
AMITRAZ	293	42 30	183 1	N	H	P	D	S	1						F					
AMITROLE	84	1 90	8 2	G	N	P		S	1											
ANILOFOS	367	35 05	151 7	N	H	PN		S	1						C					F
ANILAZINE	274	29 67	128 4	G	H	NP		S	1			2			S	1				
ASULAM	230	11 62	50 3	G	N	PN		C	3	1	2				S	1				
ATRAZINE	215	24 77	107 2	N	H	P		S	1											
AZIMSULFURON	424	23 57	102 0	G	H	PN		S	1		2				S	1				
BENALAXYL	325	33 20	143 7	T	N	P		S	1		2									
BENDIOCARB	223	22 22	96 2	N	N	P			1	2					F					
BENFLURALIN	335	40 90	177 1	G	N	PN	D		1								1			
BENFURACARB	410	39 17	169 6	N	H	P	D	S	1		2									
BENFURESATE	256	28 53	123 5	G	W	P	I	C		1		2								
BENOMYL	290	32 40	140 3	G	H	P	D		1		2				F					
BENSULFURON-METHYL	410	27 15	117 5	N	H	PN		S	1		2				S	1				
BENSULIDE	397	34 97	151 4	G	N	PN		C	1	3	2				F		1			F
BENTAZONE	240	21 43	92 8	G	N	N									S	1				
delta-BHC	288	ND																		
BIFENOX	341	37 28	161 4	G	L	N									C	1				F
BIFENTHRIN	422	ND					D													
BINAPACRYL	322	38 02	164 6	G	N	N														F
BISPYRIBAC-SODIUM	430	26 47	114 6	G	H	PN		S	1		2				F		1		2	F
BITERTANOL f	337	31 28	135 4	G	H	PN		S	1			2			S				1	
BROMACIL	260	19 90	86 1	T	N	NP	D		1						S	1				
CHLOMACIL	216	19 18	83 0	G	N	N									S	1				
BROMOBUTIDE	311	33 85	146 5	N	N	P	I	S	1						F					
bromobutide desbromide	233	29 50	127 7	T	H	P		S	1											
BROMOPROPYLATE	426	ND																		
BUPROFEZIN	305	40 47	175 2	N	H	P	D	S	1											
BUPROFEZIN-Chloro	339	43 17	186 9	G	H	P		S	1											
BUTACHLOR	311	39 27	170 0	N	H	P			1			3		2	F					
BUTAMIFOS	332	37 32	161 5	N	H	PN		S	1						S	2				
BUTYLATE	217	38 30	165 8	G	H	P		S	1			2								
CAFENSTROLE	334	33 27	144 0	B	N	P	D	S	1											
CAPTAFOL	347	ND																		
CAPTAN	299	ND					D													
CARBARYL	201	24 18	104 7	B	H	PN			2	1					F		1			
CARBOFURAN	221	23 10	100 0	N	H	P		S	1						F					
3-HYDROXY CARBOFURAN	237	15 13	65 5	T	H	P	I	C	2	1										
CARBOSULFAN	380	45 63	197 5	G	H	P	D	S	1											
CARPROPAMID	333	34 92	151 2	N	H	PN		S	1			2			S	2	2	1		
CHINOMETHIONAT	234	36 20	156 7	G	W	P		C	1			2			F					
CHLORFENSON	302	ND																		

別表 LC/MSにおける農薬基礎データ

農薬名	MW	①	②	③	④	⑤	⑥	⑧	⑦ P						⑨			⑦ N			⑨
									P	A	S	P	A	S	⑨	⑧	D	C	F	⑨	
CHLORFENVINPHOS	357	33 07	143 1	G	H	P	D	S	1					2		3					
CHLORIDAZON	221	15 43	66 8	G	H	P		S	1												
CHLORIMURON-ETHYL	414	29 08	125 9	G	H	PN		S	1		2					S	1				
CHLOROBENZILATE	324	ND					D														
CHLORONEB	206	ND																			
CHLORONITROFEN	277	40 18	174 0	G	N	N											1				
CHLORONITROFEN-amine	286	32 82	142 1	N	H	P			1	3		2									
CHLOROTHALONIL	264	32 08	138 9	G	W	N	D										1				F
CHLORFENAPYR	406	38 62	167 2	G	N	N										S	1				
CHLORPYRIFOS	349	40 22	174 1	G	N	P			1							F					
CHLORSULFURON	357	22 82	98 8	G	H	PN		S	1							S	1				
CINMETHYLIN	274	30 07	130 2	N	W	P				1											
CLETHODIM	359	37 95	164 3	L	H	PN		S	1							F	S	1			F
clethodim sulfoxide	375	24 62	106 6	L	H	PN		S	1		2					S	1				
CLOFENTEZINE	302	35 73	154 7	G	N	PN	D	S	1								M-				
COUMAPHOS	362	35 32	152 9	G	H	PN		S	1			2					1				F
CUMYLURON	302	29 65	128 4	G	H	PN		S	1							S			1		
CYANAZINE	240	21 18	91 7	G	H	PN		S	1			2					1				F
CYANOPHOS	243	28 48	123 3	G	W	N															F
CYCLOPROTHRIN	481	42 28	183 0	G	W	N											1				F
CYCLOSULFAMURON	421	30 52	132 1	G	H	PN		S	1								S	1			F
CYCLOXYDIM	325	37 08	160 5	L	H	PN		S	1							F	S	1			
CYFLUTHRIN f	433	42 05	182 0	G	W	N															F
CYFLUTHRIN r	433	42 38	183 5	G	W	N															F
CYHALOP- BUTYL	357	36 33	157 3	G	N	P	I	S		1	2					F					
CYHALOTHRIN	449	42 85	185 5	G	N	N		C									1				F
CYPERMETHRIN	415	ND					D														
CYPROCONAZOLE	291	27 98	121 1	G	H	PN		S	1								S			1	
CYROMAZINE	166	7 43	32 2	T	H	P		S	1												
DAIMURON	268	30 95	134 0	B	H	PN		S	1								S			1	
METHYLDAIMURON	268	30 63	132 6	N	H	P		S	1												
DALAPONE	142	7 65	33 1	B	W	N												1			
DAMINOZIDE	160	5 38	23 3	B	N	PN		S	1			2					S	1		2	
DBEDC	326	30 95	134 0	B	N	N											S	1			
DELTAMETHRIN	503	43 12	186 7	G	N	PN		S		1							C				
DESMEDIPHAM	300	27 87	120 6	G	H	P	D	S	3	1	2										
DIAFENTHIURON	384	41 60	180 1	G	H	P		S	1							F					
DIAFENTHIURON-urea	368	38 85	168 2	G	H	PN		S	1		2						S			1	
DIAFENTHIURON-methanimide	352	27 77	120 2	B	H	P		S	1							F					
DIAZINON	304	35 80	155 0	B	H	P		S	1												
DIAZINON oxon	288	11 73	50 8	B	N	N	D														F
DICAMBA	220	16 17	70 0	G	W	PN		C									S	1			F
DICHOLOBENIL	171	ND																			
DICHOLOFENTHION	314	39 73	172 0	G	W	P	D	S	1												
DICHOLOFLUANID	332	33 37	144 4	G	W	P				1											
DICHLORMID	207	ND					D														
DICHLORVOS	220	21 53	93 2	G	N	P		C	1	2		3									
DICLOMEZINE	254	26 75	115 8	G	H	PN			1	3		2						1			
DICLORAN	206	26 82	116 1	G	N	N											S	1			
DICOFOL	367	39 95	172 9	G	W	N											C			1	F
DIETHOFENCARB	267	28 63	124 0	G	H	P			1							F					
DIFENOCONAZOLE	405	33 83	146 5	G	H	P		S	1			2									
DIFENZOQUAT	249	17 63	76 3	B	N	P		S	1												
DIFLUFENICAN	394	36 58	158 4	G	N	NP		S	1								S	1			
DIMEPIPERATE	263	37 63	162 9	B	N	P	D	C	1							F					
DIMETHAMETRYN	255	33 03	143 0	B	H	P		C	1							F					
DIMETHIPIN	210	11 78	51 0	G	W	N												1			
DIMETHOATE	229	16 68	72 2	B	H	PN		C	1								C			1	F
DIMETHYLVINPHOS	330	29 37	127 1	G	H	P			1	2		3									
DIQUAT	182	2 03	8 8	B	N	P			1												

別表 LC/MSにおける農薬基礎データ

農薬名	MW	①	②	③	④	⑤	⑥	⑧	⑦ P					⑦ N			⑨				
									P	A	S	P	A	S	⑨	⑧	D	C	F	⑨	
DISULFOTON	274	36 50	158 0	G	W	P	D	I													
DITHIOPYR	401	38 48	166 6	G	W	P		C	1							F					
DIURON	232	25 42	110 0	G	N	PN		S	1							S	1			2	
EDIFENPHOS	310	33 42	144 7	N	H	P		S	1							F	C	1			
ENDOSULFAN	403	40 38	174 8	G	W	N										C					F
BETAENDOSULFAN	404	37 60	162 8	G	W	N										C	-1				F
ENDOSULFANsulfate	420	35 57	154 0	G	N	N										S	1				
EPN	323	37 58	162 7	G	W	PN		C	1							S	1				F
EPN-oxon	307	29 55	127 9	B	N	P		S	1		2				F						
EPTC	189	33 30	144 2	G	H	P		S	1												
ESPROCARB	265	39 80	172 3	B	H	P		S	1												
ETHIOFENCARB-sulfone	257	14 95	64 7	G	H	PN		C	2	1									1		F
ETHION	384	40 07	173 5	G	H	P		S	1												
ETOFENPROX	376	45 62	197 5	G	H	PN		S		1					F	S	1				
ETHOPROPHOS	242	30 17	130 6	G	N	P		S	1												
ETOXAZOLE	359	40 87	176 9	G	H	P		I	S	1											
ETOXAZOLE-amino	377	25 33	109 7	B	N	P		S	1		2				F						
ETHOXYQUIN	217	30 97	134 1	N	N	P		D	S	1											
ETHOXSULFURON	398	28 92	125 2	G	H	PN		S	1		2					S	1				
ETOBENZANID	339	34 88	151 0	G	H	PN		S	1							S	1				
ETRIDIAZOLE	246	33 82	146 4	G	W	NP		D	C	1											F
ETRIMFOS	292	34 73	150 4	G	W	P		D	S	1											
FENARIMOL	330	28 92	125 2	G	N	PN		S	1		2					S	2			1	
FENBUTATIN OXIDE	1050	ND																			
FENHEXAMID	301	29 95	129 7	G	N	NP		S	1							S	1				
FENITROTHION	277	ND																			
FENITROTHION-oxon	261	24 50	106 1	B	W	P		S	1	2	3										
FENOBUCARB	207	28 53	123 5	N	N	P		S	1	2	3										
FENOXAPROP-ETHYL	361	37 23	161 2	G	H	P		S	1	2	3										
FENOXAPROP	333	28 92	125 2	G	N	PN		S	1							S	1			2	F
FENPROPATHRIN	349	ND						D													
FENPYROXIMATE	421	40 63	175 9	G	H	P		S	1						F						
FENSULFOTHION	308	25 33	109 7	G	N	P			1		2				F						
FENTHION	278	28 53	123 5	G	N	PN		D	S	1	2	3									
FENTHION-sulfoxide	294	22 47	97 3	G	N	P		D	S	1		2									
FENVALERATE	419	43 05	186 4	G	N	N										C	1				F
FIPRONIL	436	33 25	143 9	G	N	N		D								S	1				
FLUAZIFOP	327	26 85	116 2	G	N	PN		S	1	3	2					S	1			2	F
FLUAZIFOP-butyl	383	38 57	167 0	N	H	P		S	1		2										
FLUCYTHRINATE	451	40 28	174 4	G	N	N										C	1				F
FLUDIOXONIL	248	28 05	121 4	G	N	N										S	1				
FLUOROIMIDE	258	29 23	126 5	G	H	N															F
FLUSILAZOLE	315	30 60	132 5	B	N	P		D	S	1		2									
FLUSULFAMIDE	414	33 45	144 8	N	N	N										S	1				
FLUTOLANIL	323	32 22	139 5	N	H	PN		S	1							S	1			2	
FLUVALINATE	502	43 93	190 2	G	N	NP		S	1							C	1				F
FOLPET	295	ND																			
FOSTHIAZATE	283	23 57	102 0	G	H	P		S	1		2				F						
FTHALIDE	270	31 92	138 2	G	W	N										C	1				F
FURAMETPYR	333	24 23	104 9	G	H	PN		S	1							S	1				
GLUFOSINATE	191	1 88	8 2	B	N	PN			1												
GLYPHOSATE	169	ND																			
HALFENPROX	476	ND																			
HALOXYFOP	361	30 38	131 5	G	H	PN		S	1		2					S	1			2	F
HEPTACHLOR	370	ND																			
HEXYTHIAZOX	352	39 70	171 9	G	H	P		S	1												
IMAZALIL	296	21 27	92 1	B	N	P		S	1												
IMAZAMOX	305	14 82	64 1	G	H	PN		S	1							S	1				F
IMAZOSULFURON	412	26 05	112 8	G	H	PN		S	1		2			3		S	1				
IMIBENCONAZOLE	410	36 55	158 2	G	H	PN		S	1		2					S	1	2			F

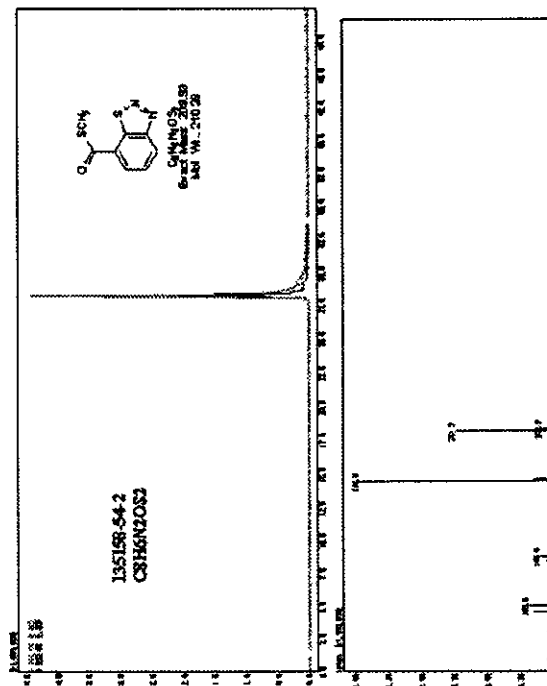
別表 LC/MSにおける農薬基礎データ

農薬名	MW	①	②	③	④	⑤	⑥	⑧	⑦ P			⑨	⑦ N			⑩	
									P	A	S	P	A	S	D	C	F
IMIBENCONAZOLE-debenzyl	270	19 98	86 5	G	H	NP		S	1			2			S	1	
IMIDACLOPRID	255	15 22	65 9	G	H	PN			1		3	2	4		S	1	2
INABENFIDE	338	26 10	113 0	G	H	NP		S	1			2			S	1	
INDANOFAN	340	32 93	142 6	G	N	P			1		3		2				
LOXYNIL-octanate	370	43 75	189 4	G	N	N									S	1	
IPROBENFOS	288	32 03	138 7	B	N	P		S	1						F		
農薬名	MW	①	②	③	④	⑤	⑥	⑧	⑦ P			⑨	⑦ N			⑩	
IPRODIONE	329	31 80	137 7	G	W	PN		C	1						C	1	
IPRODIONE-methaboltite	329	35 32	152 9	B	W	N									S	1	
ISOFENPHOS	345	37 20	161 0	B	N	PN		C	1		2		3	F		1	F
ISOPROCARB	193	26 00	112 6	N	N	P		S	1	2							
ISOPROTHIOLANE	290	31 97	138 4	N	N	P		S	1		2			F			
ISOURON	211	20 47	88 6	G	H	P		S	1								
ISOXATHION	313	37 02	160 2	N	N	PN		S	1						S	1	F
ISOXATHION OXON	297	29 15	126 2	N	N	P		S	1	2							F
KRESOXIM-METHYL	313	33 47	144 9	G	N	P		C	1					F			
LENACIL	234	21 58	93 4	G	N	PN			1			2		F	S	1	
LINURON	248	28 37	122 8	G	W	PN		S	1			2			S	1	
MALATHION	330	32 18	139 3	B	W	P		S	1	2				F			F
MALEIC HYDRAZIDE	112	3 42	14 8	B	W	PN		C	1	3	2		4		C	1	2
MCPA	200	23 08	99 9	G	H	N										1	2
MECOPROP	214	26 48	114 6	G	H	N											F
MEFENACET	298	30 48	132 0	B	N	PN		S	1		2				C	1	F
MEPANIPYRIM	223	30 97	134 1	N	N	P		S	1								
MEPRONIL	269	31 68	137 2	G	N	PN		S	1					F	S	1	2
METALAXYL	279	24 90	107 8	B	H	P		S	1		2						
METHABENZTHIAZURON	221	22 93	99 3	G	N	P		S	1								
METHACRIFOS	240	20 00	86 6	G	N	P	D	S	2	1		2		F			
METHAMIDOPHOS	141	7 37	31 9	N	N	P		S	1			2					
METHIDATHION	301	28 87	125 0	N	N	P			1	2							
METHIOCARB	225	27 53	119 2	N	N	P		S	1	2		3		F			
METHIOCARB-sulfoxide	241	14 07	60 9	G	N	P		S	1			2		F			
METHIOCARB-sulfone	257	17 43	75 5	G	N	P		S	2	1				F			
METHOMYL	162	12 63	54 7	N	N	P		S	1								S
METHOPRENE	310	44 93	194 5	N	N	P		C						F			
METHOXYCHLOR	344	37 30	161 5	G	N	P								F			
METOLACHLOR	283	31 23	135 2	B	N	P		S	1					F			
METRIBUZIN	214	20 73	89 8	T	N	P		S	1								
METSULFURON-METHYL	318	21 35	92 4	G	N	PN		S	1		2				S	1	F
MEVINPHOS	224	16 90	73 2	G	N	P		C	1					F			
MOLINATE	187	30 50	132 0	N	W	P		S	1					F			
MYCLOBUTANIL-OH	304	19 97	86 4	G	N	PN		S	1			2			S		2
NALED	378	25 57	110 7	G	W	P		C	1	2		3					
NAPROPAMIDE	271	31 22	135 1	B	N	PN		S	1						S	1	
NITENPYRAM	270	11 22	48 6	B	N	PN		S	1						S	1	
OXINE-COPPER	145	10 23	44 3	N	W	P			1								
PACLOBUTRAZOL	293	27 12	117 4	G	N	PN	D	S	1			2			S		2
PARAQUAT	186	1 70	7 4	N	N	P		S	F								
PARATHION-ETHYL	263	ND					D										
PENCONAZOLE	283	30 87	133 6	G	N	P		S	1	3		2					
PENCYCURON	328	36 28	157 1	N	N	PN		S	1						S	1	3
PENDIMETHALIN	281	40 48	175 3	G	W	PN			1					F	C	1	
PENTOXAZONE	353	37 78	163 6	G	W	N									S	1	
PHENTHOATE	320	35 37	153 1	N	N	P	D	S	1					F			
PHOSALONE	366	35 48	153 6	G	N	PN			1	2				F			F
PHOSPHAMIDON	299	19 27	83 4	N	N	P		S	1	2							
PICLORAM	240	10 72	46 4	G	W	PN		S	1						S	1	F
PIPERONYL BUTOXIDE	338	37 90	164 1	B	N	P		S		1				F			
PIRIMICARB	238	17 90	77 5	N	N	P		S	1								
PRETILACHLOR	311	37 48	162 3	B	N	P		S	1					F			
PROBENAZOLE	223	24 97	108 1	N	N	P		S	1	2							

別表 LC/MSにおける農薬基礎データ

PROCHLORAZ	375	31 47	136 2	G	T	P		S	1		2		F					
PROCYMIDONE	283	32 53	140 8	G	N	NP		C	1				S	1				
PROHEXADIONE-CALCIUM	212	16 68	72 2	G	N	N							S	1		2		
PROMECCARB	207	28 43	123 1	G	N	P			1		2		F					
PROPACHLOR	211	25 50	110 4	N	N	P		S	1		2		F					
PROPAMOCARB	188	9 03	39 1	N	N	P		S	1									
PROPANIL	217	26 72	115 7	G	N	NP			2		1		S	1		2		
PROPARGITE	350	40 43	175 0	G	H	P				1			F					
農薬名	MW	①	②	③	④	⑤	⑥	⑧	⑦ P			⑨	⑩	⑦ N			⑪	
									P	A	S	P	A	S		D	C	F
PROPHAM	179	25 80	111 7	G	W	P			1	3	2		F					
PROPYZAMIDE	255	30 80	133 3	G	N	NP		S	1				F	S	1	2	3	
PYMETROZINE	217	8 33	36 1	G	H	P		S	1		2	3						
PYRAFLUFEN ETHYL	412	33 87	146 6	G	H	P		S	1		2							
PYRAZOSULFURON-ETHYL	414	27 92	120 9	G	H	PN		S	1		2		3	S	1			
PYRAZOXYFEN	402	32 62	141 2	N	H	PN		S	1		2	3		C	1		F	
PYRIBUTICARB	330	40 42	175 0	B	H	PN		S	1					S	1			
PYRIDABEN	364	42 13	182 4	G	H	P			1				F					
PYRIDAFENTHION	340	30 40	131 6	G	H	P		S	1		2		3					
PYRIDATE	378	44 63	193 2	G	H	P		S	1		2		F					
PYRIMETHANIL	199	26 53	114 9	B	N	P		S	1									
PYROQUILON	173	19 60	84 8	G	H	P		S	1		2							
QUINALPHOS	298	33 20	143 7	G	W	P		S	1		2							
SIMAZINE	201	21 00	90 9	G	H	P		S	1									
SIMETRYN	213	21 93	94 9	N	H	P		S	1									
THENYLCHLOR	323	32 72	141 6	B	N	P		S	1								F	
THIOBENCARB	257	36 18	156 6	G	N	P			1									
THIOPHANATE-METHYL	342	22 18	96 0	N	N	PN		S	1		2			S	1			
THIRAM	240	24 35	105 3	G	H	P		S	1									
TOLCLOFOS-METHYL	300	36 48	157 9	G	H	PN		C	1				F				F	
TRICHLORFON	256	14 53	62 9	G	H	P			1	2		4	3					
TRICLOPYR	255	24 08	104 2	G	N	N									1		F	
TRICYCLAZOLE	189	17 83	77 2	B	N	P		S	1									
TRIFLURALIN	335	41 75	180 7	N	N	PN		S	1				F		1			

R013 :Acibenzolar-S-methyl



R004: 2,4-D

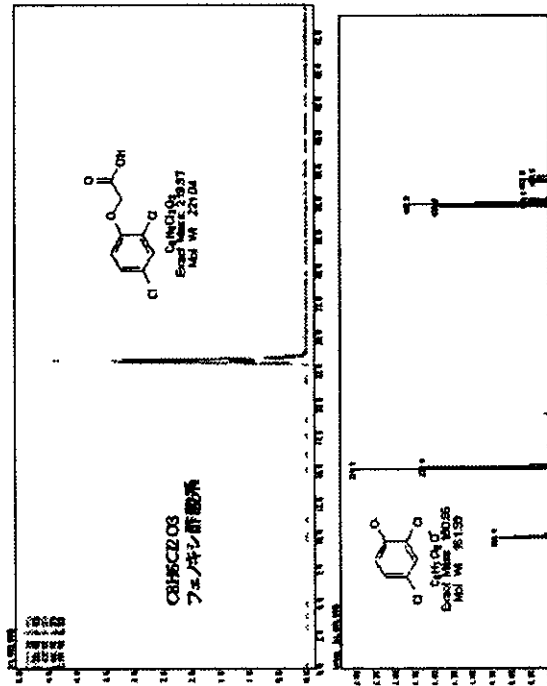
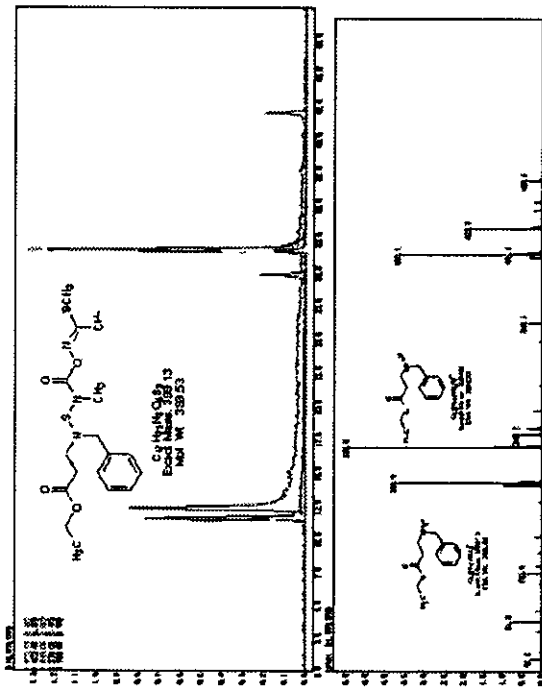


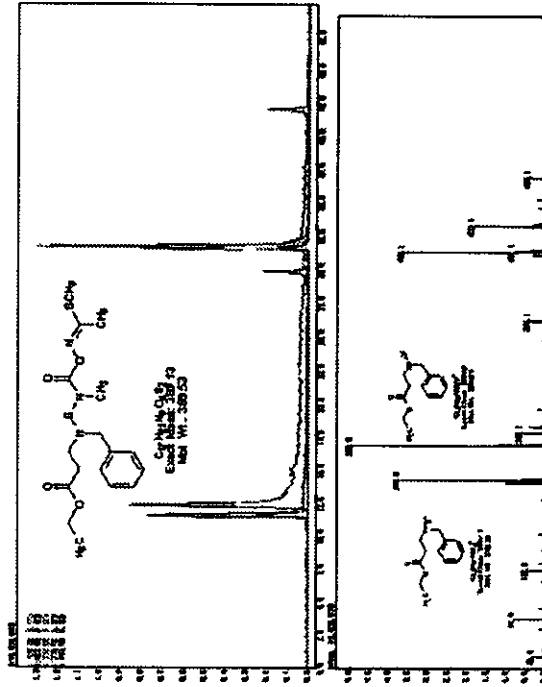
図1 農薬クロマトグラム・マススペクトルデータ例

R018 : Alanycarb



83130-01-2
C17H25N3O4S2
オキシムカールバスター

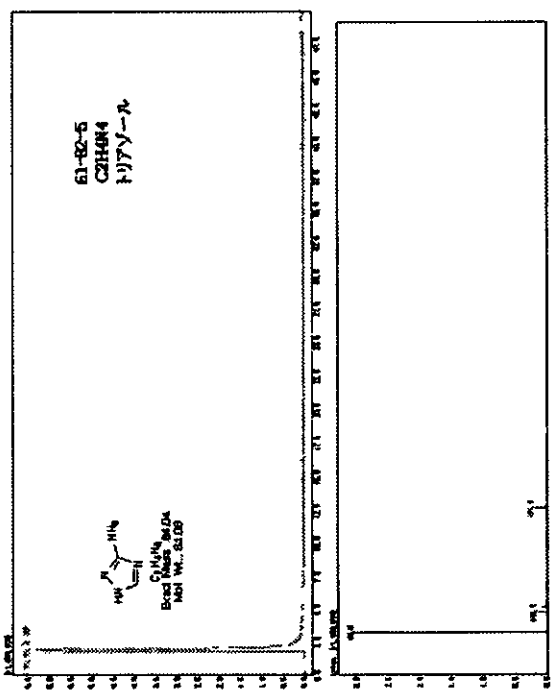
R018 : Alanycarb



83130-01-2
C17H25N3O4S2
オキシムカールバスター

図2 農薬クロマトグラム・マススペクトルデータ例

R031: Amitrole



R030: Amitraz

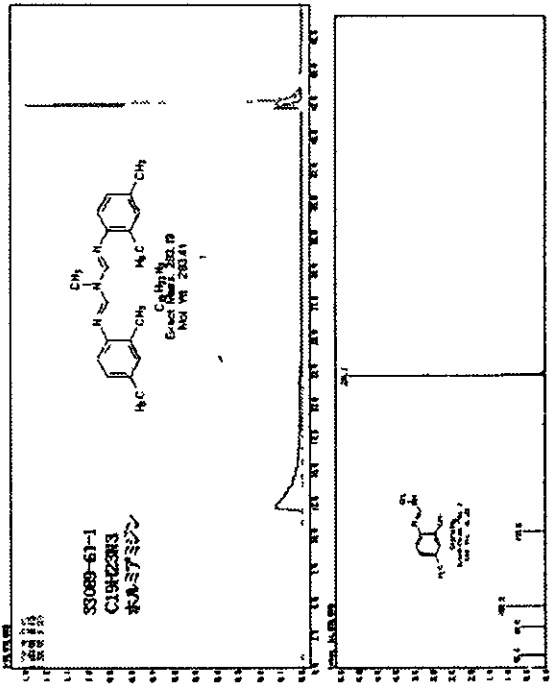
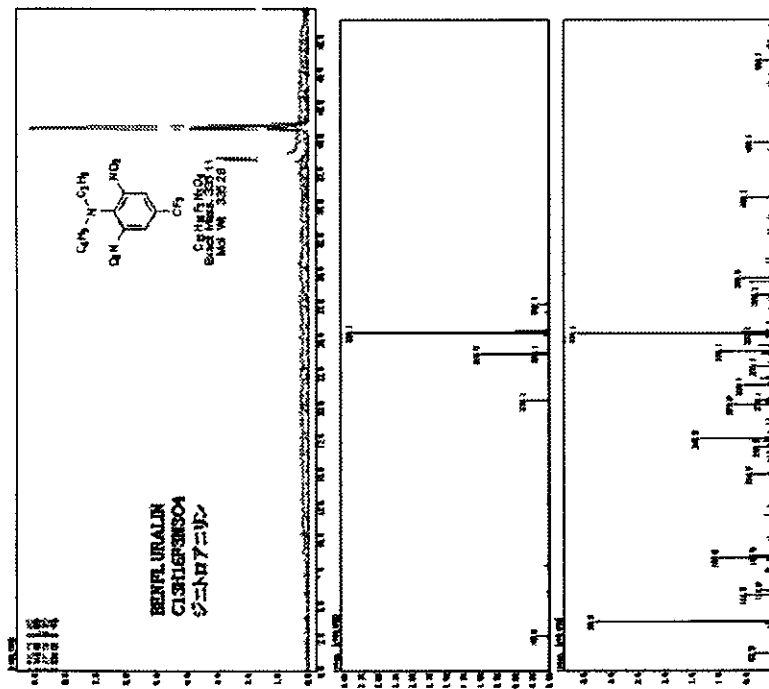


図3 農薬クロマトグラム・マススペクトルデータ例

R052: Benfluralin



R035: Anilazine

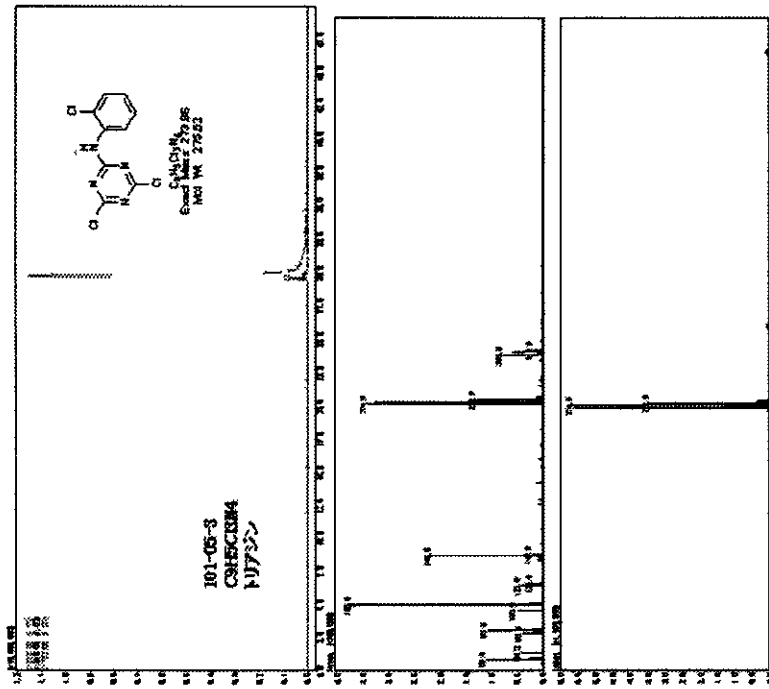
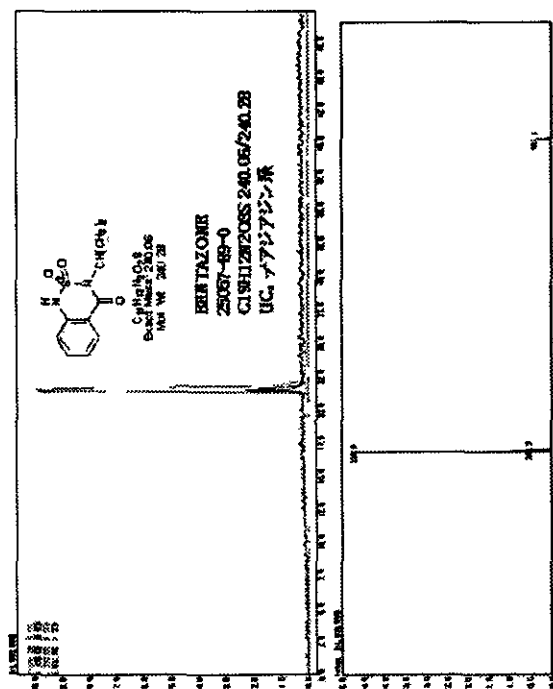


図4 農薬クロマトグラム・マススペクトルデータ例

R060: Bentazone



R065: alpha-BHC (HCH)

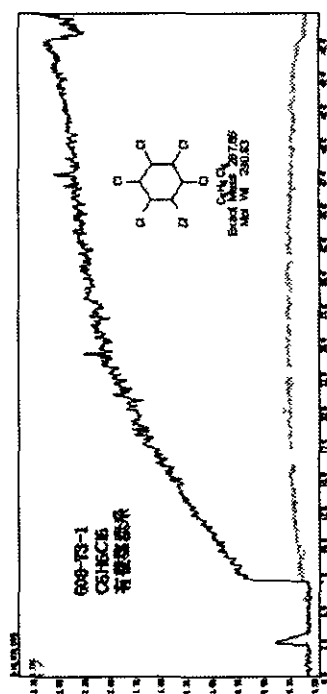


図5 農薬クロマトグラム・マススペクトルデータ例

厚生労働科学研究費補助金(食品安全確保研究事業)
分担研究報告書

各種手法による残留農薬分析の効率化と精度向上に関する研究
(1)昇温気化注入を用いた GC 大量注入法の検討

分担研究者 根本 了 国立医薬品食品衛生研究所 食品部主任研究官

研究要旨

平成 14 年度は昇温気化(PTV programed temperature vaporizing)注入を用いた GC 大量注入(LVI large volume injection)法について検討し、従来のキャピラリー GC 測定で用いられている注入量(1~2 μL)の十倍以上となる、25 μL の試験溶液を注入する方法を確立した。15 年度は確立した昇温気化-大量注入(PTV-LVI)法における試料マトリックスの影響について検討したところ、本法は従来のスプリットレス注入法よりも試料マトリックスの影響を受けにくいことがわかった。本法を用いることにより、濃縮操作を簡略化して試験溶液の調製時間の短縮が図れるとともに、試料マトリックスの影響を抑えてより正確な定量が可能となり、分析精度の向上が期待できる

A 研究目的

残留農薬分析では、添加回収実験を行ったとき、定量に有機溶媒のみで調製した標準溶液(溶媒スタンダード)を用いた場合、しばしば回収率が 100%を大きく越える農薬がある。これは、抽出液中では、試料成分の影響によって、有機溶媒のみの場合より GC 測定時のレスポンスが大きくなることが原因の一つと考えられており、このような現象はマトリックス効果と呼ばれている¹⁾⁾。マトリックス効果を受けやすい農薬では、定量値が過大に算出される可能性がある。マトリックス効果を補正する方法としては、標準溶液を試料抽出液で調製した溶液(マトリックススタンダード)を用いて定量する方法がある。しかし、マトリックススタンダードを用いる方法では、農薬の残留がない試料を入手することが困難であるほか、試料の種類によりマトリックス効果の程度に違いがあるため、測定する試料毎にマトリックススタンダードを用意しなければならないなど煩雑である。そのため、できる限りマトリックス効果を抑えて溶媒スタンダードを用いて定量できればより簡便で実用的である。

残留農薬分析で用いられるキャピラリー GC 測定では、一般にスプリットレス

(SLL)注入法が用いられるが、この場合の注入量は気化により生成する溶媒蒸気の体積によって制限され、通常 1~2 μL と少量である。そのため分析に必要な感度を得るために試験溶液は通常濃縮される。一方、昇温気化-大量注入(PTV-LVI)法ではスプリットレス注入の十倍量以上の注入が可能のため、より希薄な試験溶液を用いても同じ感度を得ることが可能である。従って PTV-LVI 法では SLL 注入よりもマトリックス濃度が希薄な試験溶液を用いることができるため、マトリックス効果を受けにくい可能性がある。また、SLL 注入では試験溶液は高温の注入口に注入され瞬間気化されるのに対して、PTV-LVI 法では溶媒の沸点より低い温度で注入後、低温のまま徐々に溶媒を気化して除き、その後注入口を加熱して高沸点物質などの試料マトリックスを注入口内に残したまま、農薬を選択的に分析カラムへ送る。そのため、PTV-LVI 法では農薬は熱的ストレスを受けにくく、試料マトリックスとの相互作用がより少ない可能性がある。そこで、PTV-LVI 法におけるマトリックス効果について検討し SLL 注入法と比較した。

また、マトリックススタンダードを用いる方法のほかにマトリックス効果を補

正する方法としては、溶媒スタンダードの注入前に試料抽出液を注入する方法(起爆注入 priming injection)が知られている⁴⁾。起爆注入では、試料抽出液をあらかじめ GC に注入することにより、注入口インサート及び GC カラムの吸着や分解の活性点がマスキングされることが期待される。この方法は、補正効果はマトリックススタンダードを用いる場合よりも劣るが、簡便であり汎用性の高い方法である。そこで、SLL 注入法と PTV-LVI 法に対する起爆注入の効果についても比較検討した。

B 研究方法

1 試薬及び試液

試料 東京都内で購入したリンゴを用いた

試薬 NaCl, 無水硫酸ナトリウム及び有機溶媒は残留農薬分析用試薬(和光純薬工業(株)または関東化学(株))を, K_2HPO_4 及び KH_2PO_4 は特級試薬(和光純薬工業(株))を使用した。Sep-Pak Plus Silica は Waters 社製のものを使用した

緩衝液 105 g の K_2HPO_4 と 61 g の KH_2PO_4 を水に溶かし, 1 N の HCl または NaOH で pH 7 に調製して, 水を加えて 1000 mL とした。

農薬標準品 林純薬工業(株), 関東化学(株), 和光純薬工業(株)または Riedel-de Haen 社製の残留農薬試験用試薬を用いた。表 1 に検討に用いた農薬を示した。なお, アルジカルブは GC 注入時に容易に分解するため分解物を測定した

農薬標準原液 各農薬標準品をヘキサンで溶解して(溶解しにくい場合にはできるだけ少量のアセトンで溶解後ヘキサンで希釈して) 1 mg/mL の濃度に調製し冷凍庫(-30 °C)に保存した

農薬標準混液 各農薬標準原液をとり, アセトンを加えて 10 µg/mL (アセタミプリド, アセフェート, アルジカルブ, イプロジオン, イプロジオン代謝物, イミヘンコナゾール代謝物 2, カブタホール, メタミドフォス, バミチオン及びプロパモカルブは 50 µg/mL, オキサミルは 100 µg/mL) の濃度に調製し, 冷凍庫(-30 °C)に保存した

2 装置および操作条件

GC-MS Agilent Technologies 社製ガスクロマトグラフ HP6890 (オートサンプラー HP7683 付)及び同社製質量分析計 HP5973 を使用した。また, 液化炭酸ガス(純度 99.99 %)を冷却に用いる PTV 注入口 (Agilent Technologies 社製)を使用した

GC カラム J&W Scientific 社製のキャピラリーカラム DB-5ms (内径 0.25 mm, 長さ 30 m, 膜厚 0.25 µm) ガードカラムとして不活性化キャピラリーカラム (内径 0.25 mm, 長さ 2 m, Agilent Technologies 社)を接続

GC-MS 条件 トランスファーライン温度 300 °C, イオン源温度 220 °C, 四重極温度 150 °C, キャリヤーガス He, キャリヤーガス圧プログラム 定流量モード(流速 11 mL/min), イオン化電圧 70 eV (EI モード), エレクトロンマルチプライヤ電圧 2800 V, 測定モード SIM (selected ion monitoring) モード(モニターイオンは表 1 参照)。

GPC カラム CLNpak EV 2000 [CLNpak EV-2000 (20 mm i.d. × 300 mm) に CLNpak EV-G (20 mm i.d. × 100 mm) を接続, 昭和電工], システムコントローラー SCL-10A (島津製作所), フラクションコレクター FRC-10A (島津製作所), オートインジェクター SIL-10A (島津製作所), ポンプ LC-6A (島津製作所), カラム温度 40 °C, 流速 50 mL/min, 移動相 アセトン/シクロヘキサン (1 : 4), 注入量 40 mL, 分取範囲 60 ~ 185 mL (アクリナトリンの保持時間からトリシクラゾールの溶出が終了するまでの範囲)。

3 注入方法

1) スプリットレス (SLL) 注入法

オープン昇温条件 50 °C (1 min) → 25 °C/min → 125 °C → 10 °C/min → 300 °C (8.5 min)

注入口温度 250 °C

注入口ライナー 不活性化処理済みシングルテーパーライナー(ライナー内にはシラン処理した石英ウールを少量充填)

注入量 2 µL

2) PTV-LVI 法

操作条件を表 2 に示した。

4. 試料抽出液の調製

細切りした試料をホモジナイズしたのち、その20 gをとりアセトニトリル50 mLを加えて更にホモジナイズしたのち吸引ろ過した。アセトニトリル30 mLで残渣を洗い洗液を抽出液に合わせた。抽出液をメスシリンダーに移しアセトニトリルで100 mLとした。あらかじめリン酸緩衝液10 mL及びNaCl 10 gを入れた分液ろうとにアセトニトリル抽出液50 mL(試料10 g相当)を移し3分間振とう後、10分間静置し分離した水層を除いた。アセトニトリル層を無水Na₂SO₄カラムを通過させて脱水し、溶出液を集め溶媒を留去した。残留物をアセトン/ヘキサン(11)を用いて超音波処理により溶解して4 mLとし、遠心分離(3000 rpm, 5 min)した。上澄液2 mL(試料5 g相当)をあらかじめアセトン/ヘキサン(11)10 mLで洗浄したSep-Pak Plus Silicaに注入し、カラムはアセトン/ヘキサン(11)20 mLで溶出した。溶出液の溶媒を留去したのち残留物にアセトン2 mLを加えて溶解した(試料25 g/mL)。

5. 検討用標準溶液の調製

1) SLL 注入用

①溶媒標準溶液(溶媒 STD) 農薬標準混液をアセトン/ヘキサン(1 1)で希釈して0.25 µg/mL(アセタミプリド, アセフェート, アルジカルブ, イプロジオン, イプロジオン代謝物, イミヘンコナゾール代謝物2, カプタホール, メタミドフォス, ハミトチオン及びプロパモカルブは1.25 µg/mL, オキサミルは2.5 µg/mL)とした。

②マトリックス添加標準溶液(マトリックス STD) 試料抽出液の溶媒を窒素気流を吹き付けて除去した後、溶媒 STDで置換した。

③マトリックスブランク溶液(マトリックス BLK) 試料抽出液をそのまま用いた。

2) PTV-LVI 用

SLL法の注入量が2 µLであるのに対してPTV-LVI法では125倍量の25 µLを注入する。そのため、注入される試料マトリックス量を同じにするため以下のよう

にアセトン/ヘキサン(1 1)で125倍希釈した。

①溶媒標準溶液(溶媒 STD) SLL注入用の溶媒 STDをアセトン/ヘキサン(1 1)で希釈して0.02 µg/mL(アセタミプリド, アセフェート, アルジカルブ, イプロジオン, イプロジオン代謝物, イミヘンコナゾール代謝物2, カプタホール, メタミドフォス, ハミトチオン及びプロパモカルブは0.1 µg/mL, オキサミルは0.2 µg/mL)とした。

②マトリックス添加標準溶液(マトリックス STD) SLL注入用のマトリックス STDをアセトン/ヘキサン(1 1)で125倍希釈した。

③マトリックスブランク溶液(マトリックス BLK) 試料抽出液をアセトン/ヘキサン(1 1)で125倍希釈した。

6. 注入順番及び評価方法

下表に示した注入順番で溶媒 STD(起爆注入無し及び有り), マトリックス BLK及びマトリックス STDを注入した。注入前には注入ライナーは新しいものに交換し、ガードカラムの先端を約20 cm切断した。評価は各試料の3回注入時の農薬のピーク面積の平均値を用いて、マトリックス STDに対する溶媒 STDの面積比を求めて行った。なお、マトリックス BLKの測定から妨害ピークが見られた場合には、この面積をマトリックス STDの面積から差し引いた。

注入順	試料
1	溶媒STD→使用しない
2	溶媒STD(起爆注入無し)-1
3	溶媒STD(起爆注入無し)-2
4	溶媒STD(起爆注入無し)-3
5	マトリックスBLK
6	マトリックスBLK
7	マトリックスSTD-1
8	溶媒STD(起爆注入有り)-1
9	マトリックスSTD-2
10	溶媒STD(起爆注入有り)-2
11	マトリックスSTD-3
12	溶媒STD(起爆注入有り)-3

C. 研究結果及び考察

SLL注入法及びPTV-LVI法におけるマトリックス効果について比較するために、

マトリックス STD のピーク面積を 100 とした時の溶媒 STD の面積比を SLL 注入及び PTV-LVI について求めた。その際、起爆注入の効果を検討するために起爆注入無し及び起爆注入有りの場合について面積比を比較した。図 1-1 ~ 1-6 には農薬の種類毎に個々の農薬の結果を示した。図 1-7 には農薬の種類毎の平均値をまとめて示した。

有機塩素系農薬（図 1-1）では、起爆注入無しの場合、SLL 注入法での面積比は、カプタホールを除き検討した農薬ではいずれも約 80%と小さく、マトリックス効果が確認された。これに対して、PTV-LVI 法では SLL 注入法で見られたようなマトリックス効果によるレスポンスの増加は見られず、面積比は 100 ~ 115%と面積差が小さく、マトリックス効果を受けにくかった。起爆注入有りの場合には、SLL 注入法での面積比は、カプタホール及びキャプタンを除き約 95%となり、溶媒 STD のピーク面積の方がやや小さかったものの、マトリックス効果が補正された。PTV-LVI 法では、SLL 注入法よりもマトリックス STD と溶媒 STD とのピーク面積差が小さいため起爆注入を行っても SLL 注入法よりも面積変化は小さかった。カプタホールは SLL 注入では、起爆注入無しで面積比が 25%と非常に小さく、起爆注入を行っても 49%までにしか補正されなかった。これに対して PTV-LVI 法では、起爆注入無しで 84%、有りで 110%となり、SLL 注入法よりも溶媒 STD とマトリックス STD との間の面積差が小さかった。カプタホールは GC 注入時に分解することが知られており、GC 測定時の分解を完全に抑えることは困難である。そのため、溶媒 STD とマトリックス STD 間の面積差は注入時の分解の差によるものと思われる。従って、SLL 注入では、溶媒 STD 中とマトリックス STD 中とでカプタホールの分解率が大きく異なるのに対して、PTV-LVI 法では両者がほぼ同じ分解率となることが示唆された。

ピレスロイド系農薬（図 1-2）では、起爆注入無しの場合、SLL 注入法では面積比が 80%未満のものが多く、いずれもマトリックス効果が見られた。一方、

PTV-LVI 法では面積比は 90 ~ 117%となり、マトリックス効果を受けにくかった。起爆注入有りの場合には、SLL 注入法は面積比が 84 ~ 98%となり、有機塩素系農薬の場合と同様にマトリックス効果が補正されたが、溶媒 STD のピーク面積の方がやや小さかった。PTV-LVI 法での面積比は 92 ~ 107%となり、起爆注入による面積比の変化は大きくなかったが、起爆注入無しの場合よりも更に溶媒 STD とマトリックス STD との面積差が小さくなった。

カーバメート系農薬（図 1-3）では、オキサミル及びプロパモカルブを除き、起爆注入無しの場合、面積比が SLL 注入法では 64 ~ 87%であったのに対し、PTV-LVI 法では 84 ~ 114%となり、PTV-LVI 法の方がマトリックス効果を受けにくかった。また、起爆注入有りの場合の面積比は、SLL 注入法では 82 ~ 98%、PTV-LVI 法では 99 ~ 109%となり、マトリックス効果が補正された。オキサミル及びプロパモカルブでは、他のカーバメート系農薬と異なり起爆注入の有無に関わらず SLL 注入法の方がマトリックス効果を受けにくかった。他のカーバメート系農薬と挙動が異なった原因の詳細については不明であるが、オキサミル及びプロパモカルブは GC 注入時に分解・吸着が非常に起こりやすい農薬であることが一因と思われる。

有機リン系農薬（図 1-4）では、起爆注入無しの場合、SLL 注入法での面積比はバミドチオンを除きほとんどの農薬で 80%未満となりマトリックス効果が見られた。特にメタミドホスでは面積比が 53%となり、溶媒 STD の面積はマトリックス STD の約 1/2 と非常に小さく、大きなマトリックス効果が見られた。これに対して PTV-LVI 法での面積比は、フェンスルホチオンを除き 85 ~ 114%となり、マトリックスによるレスポンスの増加が見られた農薬は、メタミドホスやジクロロポスなどわずかであった。多くの農薬ではマトリックスの影響を受けないか、むしろマトリックスによるレスポンスの低下が見られた。起爆注入を行った場合、SLL 注入法での面積比はほとんどが 90%以上とな

りマトリックス効果が補正された PTV-LVI 法では 89 ~ 107%となり、マトリックスによるレスポンスの増加のみならず低下も補正され、更に溶媒 STD とマトリックス STD の面積差が小さくなった

有機窒素系農薬 (図 1-5) も有機リン系農薬と同様な傾向を示し、起爆注入無しの場合、SLL 注入法では一部の農薬を除きマトリックス効果により 20%以上のレスポンス増加が見られた PTV-LVI 法では、マトリックスによりレスポンスが増加するもの、変化がないものあるいはレスポンスが低下するものがあり、マトリックスに対するレスポンスの変化は農薬によって一様ではなかった 起爆注入を行った場合には、SLL 注入法との面積比は多くの農薬で 90%以上となりマトリックス効果が補正された。PTV-LVI 法でも起爆注入によりほとんどの農薬でより溶媒 STD とマトリックス STD の面積差が小さくなり、レスポンスの増加のみならず低下も補正された。ただし、アミトラスは SLL 注入法及び PTV-LVI 法のいずれの方法でも溶媒 STD の方がピーク面積が大きく起爆注入によっても十分補正されなかった

その他の農薬 (図 1-6) についても他の農薬と同様に、SLL 注入法の方が PTV-LVI 法よりマトリックス効果を受け、妨害ピークの影響で面積比が大きくなったジメチピンを除き起爆注入による補正効果が観察された

図 1-7 には農薬の種類毎に面積比の平均値をまとめて示した。起爆注入無しの場合、SLL 注入法では面積比がいずれも 80%未満と (即ちマトリックス STD は溶媒 STD に比して 20%以上面積が大きく) なり、マトリックス効果を受けた PTV-LVI 法では、面積比は 96 ~ 106%であり、SLL 注入法で見られたような大きなマトリックスによるレスポンスの増加現象は見られなかった 起爆注入を行うことにより SLL 注入法では面積比が 89 ~ 91%となり、マトリックス効果が補正されたが、まだ 10%程度マトリックス STD の方が面積が大きく補正効果は不十分であった PTV-LVI 法では、起爆注入によ

り、ジメチピンの影響で面積比が大きくなったその他の農薬を除くと面積比は 98 ~ 103%であり、面積比がより 100%に近くなり更に溶媒 STD とマトリックス STD の面積差が減少した。

D. 結論

- 1) PTV-LVI 法は SLL 注入法より、溶媒 STD とマトリックス STD との面積差が小さくマトリックス効果を受けにくかった
- 2) SLL 注入では、起爆注入により大きな補正効果が認められたが、その場合でも PTV-LVI 法よりマトリックス STD との面積差が大きかった
- 3) PTV-LVI 法においても起爆注入を行った方がより溶媒 STD とマトリックス STD 間の面積差がなくなり補正効果が見られた
- 4) PTV-LVI 法はキャピラリー GC 測定において、SLL 注入法よりも試料マトリックスの影響を受けにくいことがわかった PTV-LVI 法を用いることにより、濃縮操作を簡略化して試験溶液の調製時間の短縮が図れるとともに、定量に溶媒 STD を用いた場合でも試料マトリックスの影響を抑えてより正確な定量が可能となり、分析精度の向上が期待できる

E 参考文献

- 1) D R Erney et al, Explanation of the matrix-induced chromatographic response enhancement of organophosphorus pesticides during open tubular column gas chromatography with splitless or hot on-column injection and flame photometric detection *J Chromatogr*, **638**, 57-63(1993)
- 2) J L Bernal et al, Matrix effects in the determination of acaricides and fungicides in must by gas chromatography with electron-capture and nitrogen-phosphorus detection *J Chromatogr A*, **778**, 111-117(1997)
- 3) J Hajšlová et al, Matrix-induced effects a critical point in the gas chromatographic analysis of pesticide residues *J Chromatogr A*, **800**, 283-295(1998)
- 4) Ministry of agriculture fisheries and Food "Quality control for pesticide residues analysis Second edition" (1996)

表 1 農薬の保持時間(t_r)及び定量用イオン(m/z)

Pesticides	t _r (min)	m/z (amu)	Pesticides	t _r (min)	m/z (amu)
Organochlorine pesticides (17)			Carbamate pesticides (17)		
Aldrin	15.72	260.8	Aldicarb ²⁾	4.79	115.0
alpha-BHC	12.83	218.9	Bendiocarb	12.43	151.0
beta-BHC	13.34	218.9	Butylate	9.75	146.0
gamma-BHC	14.09	218.9	Carbaryl	14.93	115.0
delta-BHC	13.52	218.9	Chlorpropham	12.29	213.0
Captafol	19.7	79.0	Diethofencarb	15.60	151.0
Captan	16.64	79.0	EPTC	8.96	86.0
Chlorobenzilate	18.18	250.9	Esprocarb	15.46	222.1
p,p-DDD	18.36	235.0	Ethiofencarb	14.37	107.1
p,p-DDE	17.56	245.9	Fenobucarb	11.72	121.0
o,p-DDT	18.41	234.9	Isoprocarb	10.95	121.0
p,p-DDT	19.07	234.9	Methiocarb	15.32	168.0
Dicofol	20.20	251.0	Oxamyl	10.89	72.0
DCBP ¹⁾	15.92	139.0	Pharmicarb	14.18	166.1
Dieldrin	17.71	262.8	Propamocarb	9.64	58.0
Endrin	18.11	262.8	Propoxur	11.74	110.0
Heptachlor	15.00	271.7	Thiobencarb	15.64	100.1
Heptachlor epoxide	16.47	352.8	Other pesticides (3)		
Pyrethroid pesticides (13)			Benfuresate	14.52	163.0
Acrinathrin	21.04	181.0	Dimethipin	13.33	54.1
Cyfluthrin	22.34	226.0	Methoprene	16.70	111.0
Cyhalothrin	20.89	197.0			
Cypermethrin	22.67	162.9			
Deltamethrin	24.54	181.0			
Etofenprox	22.93	163.0			
Fenvalerate	23.58	167.0			
Flucythrinate	22.74	199.0			
Fluvalinate	23.77	250.0			
Halfenprox	22.67	262.9			
Permethrin	21.85	183.0			
Silafluofen	23.08	258.0			
Tefluthrin	13.94	177.0			

1) The decomposition product of dicofol 4,4'-dichlorobenzophenone.

2) The decomposition product was measured

Pesticides	t _r (min)	m/z (amu)	Pesticides	t _r (min)	m/z (amu)
Organophosphorus pesticides (44)			Organonitrogen pesticides (37)		
Acceptate	9.88	136.0	Acetamiprid	19.85	126.0
Azinphos-ethyl	21.28	160.0	Azintraz	20.88	293.2
Azinphos-methyl	20.70	160.0	Benalaxyl	18.79	148.1
Bromophos-ethyl	16.83	302.8	Bitertanol	21.68	170.1
Butamifos	17.16	286.0	Chloranthonat	16.96	233.9
Cadusafos	12.62	158.9	Cyproconazole	17.99	222.0
(E)-Chlorfenvinphos	16.22	266.9	Dichlofuanid	15.44	223.9
(Z)-Chlorfenvinphos	16.43	266.9	Difenoconazole	24.24	323.0
Chlorpyrifos	15.59	198.9	Fenarmol	21.15	138.9
Chlorpyrifos-methyl	14.66	285.9	Flusilazole	17.65	233.0
Diazinon	13.68	179.1	Flutolanil	17.29	173.0
Dichlorvos	7.75	109.0	Imibenconazole	25.94	125.0
Dimethoate	13.08	87.0	Imibenconazole Met.1 ¹⁾	8.77	160.9
(Z)-Dimethylvinphos	15.64	294.9	Imibenconazole Met.2 ²⁾	17.74	235.0
Dioxabenzofos	12.47	215.9	Iprodione	19.77	313.9
Disulfoton	13.94	88.0	Iprodione metabolite	20.44	186.8
Edifenphos	18.93	310.0	Lenacil	19.01	153.0
EPN	19.97	169.0	Metenacet	20.85	192.0
Ethion	18.33	152.9	Mepronil	18.59	119.1
Ethoprophos	12.06	157.9	Metolachlor	15.56	162.1
Etrinfos	14.02	292.0	Metribuzin	14.67	198.0
Fenitrothion	15.29	277.0	Myclobutanil	17.62	179.0
Fensulfotlion	18.22	292.0	Paclobutrazol	17.02	236.0
Fenitron	15.68	278.0	Pendimethalin	16.23	252.1
Fosfiazate	16.12	194.9	Pretilachlor	17.40	238.1
Isofenphos	16.41	213.0	Propiconazole	19.02	174.9
Isofenphos oxon	15.77	228.9	Pyridaben	21.90	147.1
Malaoxon	14.70	127.0	(E) Pyrifenox	16.93	261.9
Malathion	15.45	173.1	(Z) Pyrifenox	16.43	261.9
Methamidophos	7.67	94.0	Pyrimidifen	23.35	184.0
Metidathion	16.85	144.9	Pyriproxyfen	20.75	136.0
Parathion	15.75	291.0	Tebuconazole	19.32	125.0
Parathion methyl	14.80	262.9	Tebuconazole	20.21	333.1
Phenthoate	16.5	273.9	Thenylchlor	19.23	127.0
Phosalone	20.60	181.9	Tradimenol	15.80	57.1
Phosmet	19.94	160.0	Tradimenol	16.65	112.1
Pirimphos methyl	15.20	290.0	Tricyclazole	17.52	188.9
Prothiofos	17.39	309.0			
Pyridofos	21.40	360.0			
Quinalphos	16.57	146.0			
Terbufos	13.58	231.0			
Thiometon	12.96	88.0			
Tolclofos-methyl	14.82	264.9			
Vamidothion	17.00	145.0			

1) Imibenconazole Met.1: 2,4-Dichloroaniline

2) Imibenconazole Met.2: Imibenconazole des benzyl type

表 2 PTV-LVI 条件

Injection solvent	acetone hexane (1 1, v/v)
Inlet liner	multibaffle liner (deactivated)
Syringe size	10 μ L
Injection volume	25 μ L (5 μ L \times 5)
Injection mode	solvent vent
Injection speed	high
Injection delay	0 sec
Venting temperature	10 $^{\circ}$ C
Vent flow rate	50 mL/min
Venting time	0.44 min
Injection ramp rate	720 $^{\circ}$ C/min
Transfer temperature	300 $^{\circ}$ C
Transfer time	1.16 min
PTV inlet temperature	10 $^{\circ}$ C (0.44 min) \rightarrow 720 $^{\circ}$ C/min \rightarrow 300 $^{\circ}$ C (hold)
program	0 psi for 0.44 min
Vent pressure	50 mL/min at 2 min
Purge flow to split vent	0 psi (0.44 min) \rightarrow 9.8 psi (constant flow at 1 mL/min)
Column head pressure	50 $^{\circ}$ C (2 min) \rightarrow 25 $^{\circ}$ C/min \rightarrow 125 $^{\circ}$ C \rightarrow 10 $^{\circ}$ C/min \rightarrow 300 $^{\circ}$ C (7.5
Oven temperature program	min)

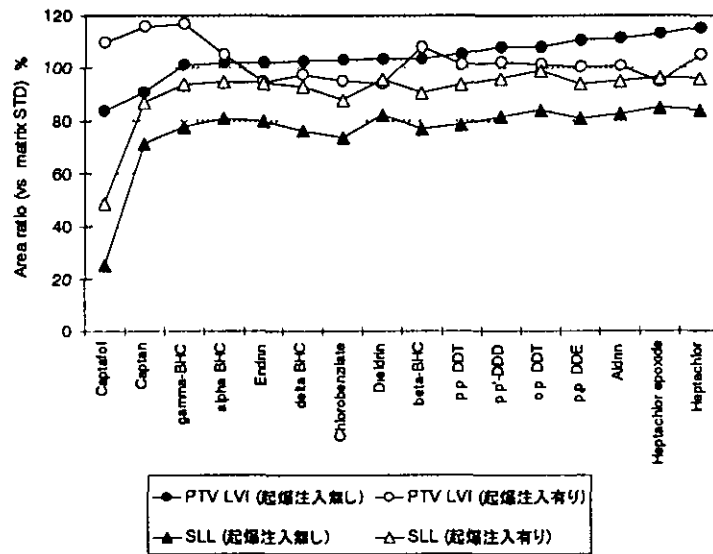


図 1-1 マトリックス STD に対する面積比の比較 (有機塩素系農薬)

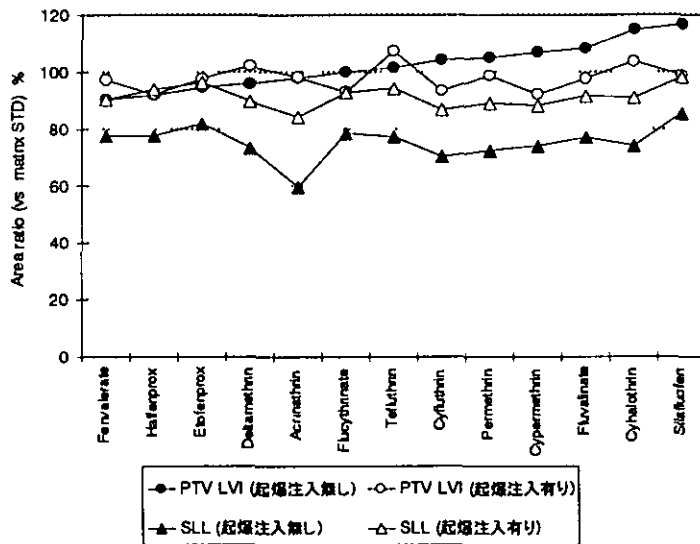


図 1-2 マトリックス STD に対する面積比の比較 (ピレスロイド系農薬)

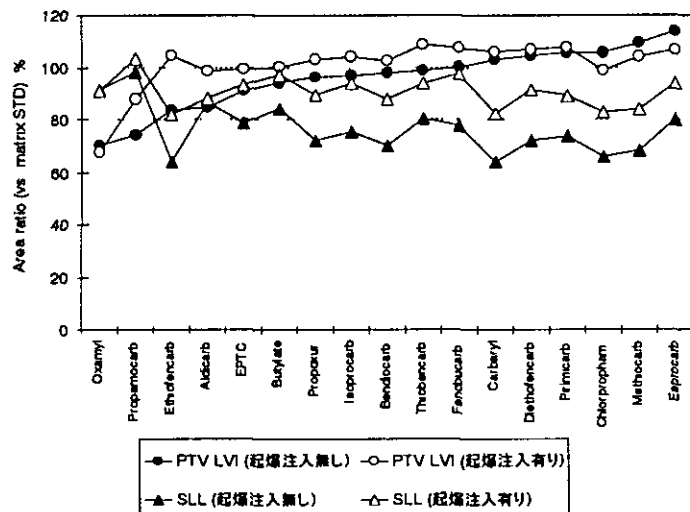


図 1-3 マトリックス STD に対する面積比の比較 (カーバメート系農薬)

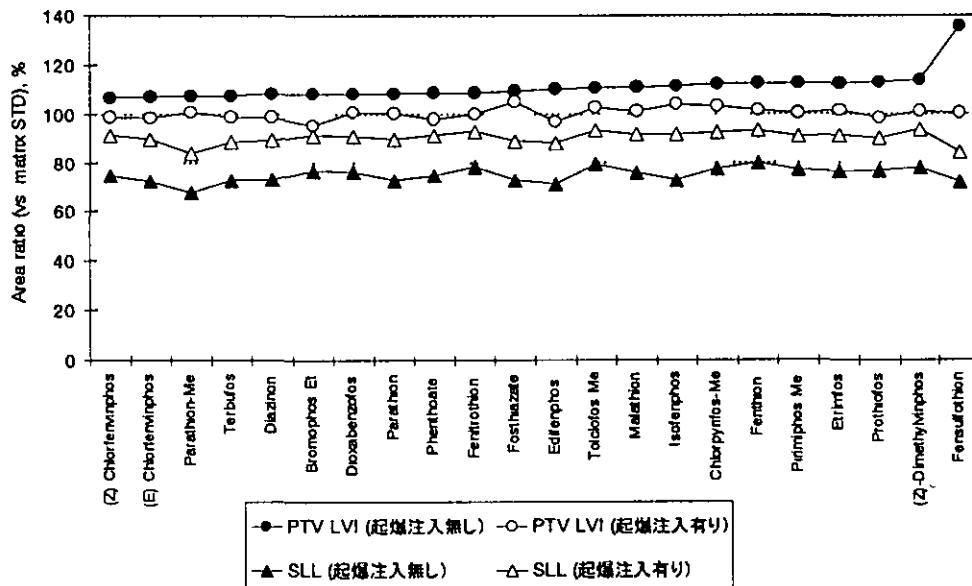
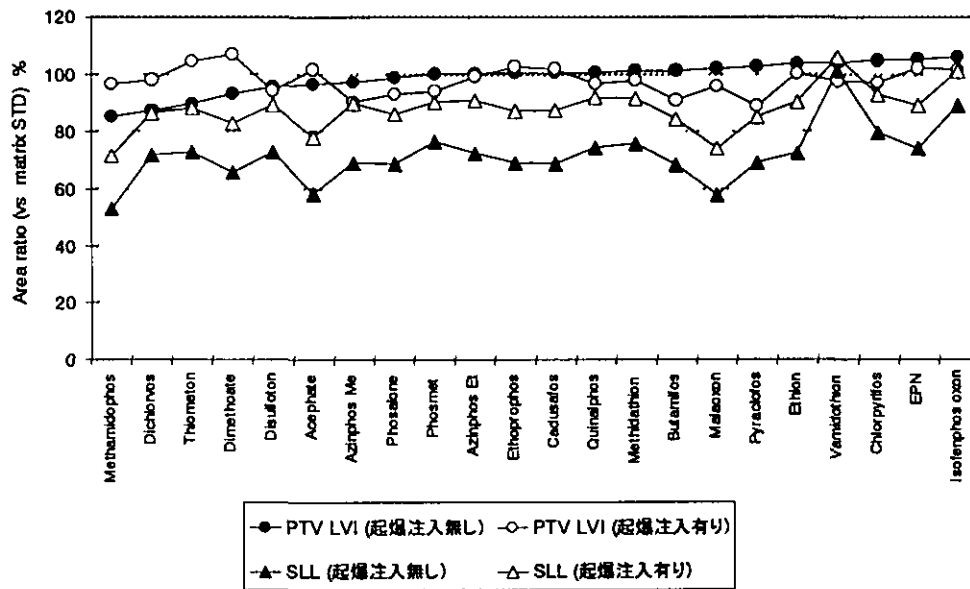


図 1-4 マトリックス STD に対する面積比の比較 (有機リン系農薬)

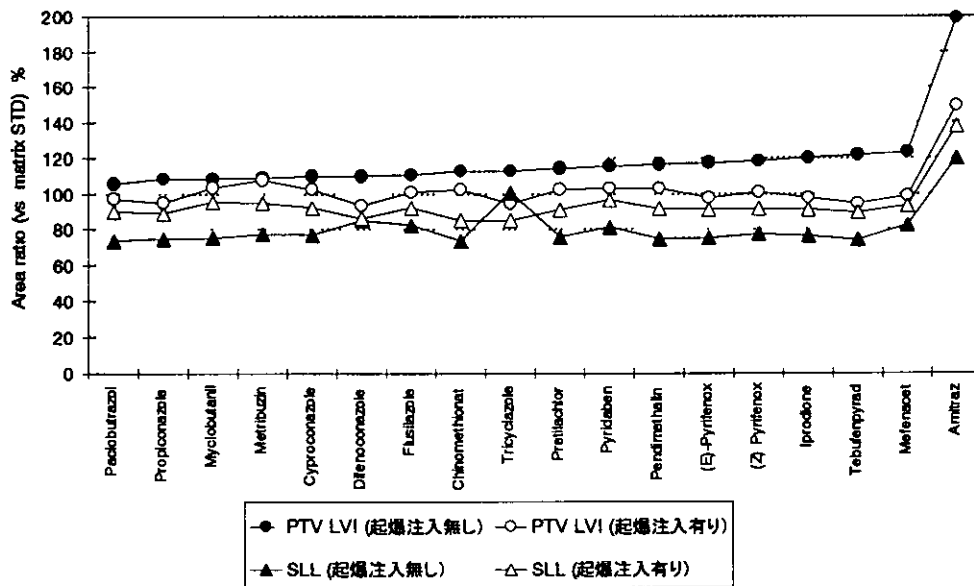
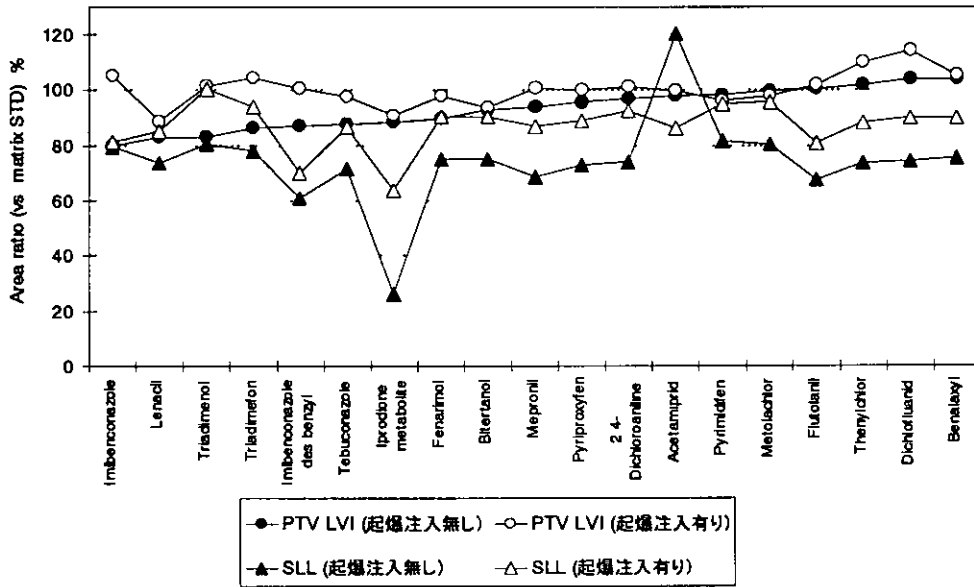


図 1-5 マトリックス STD に対する面積比の比較 (有機窒素系農薬)