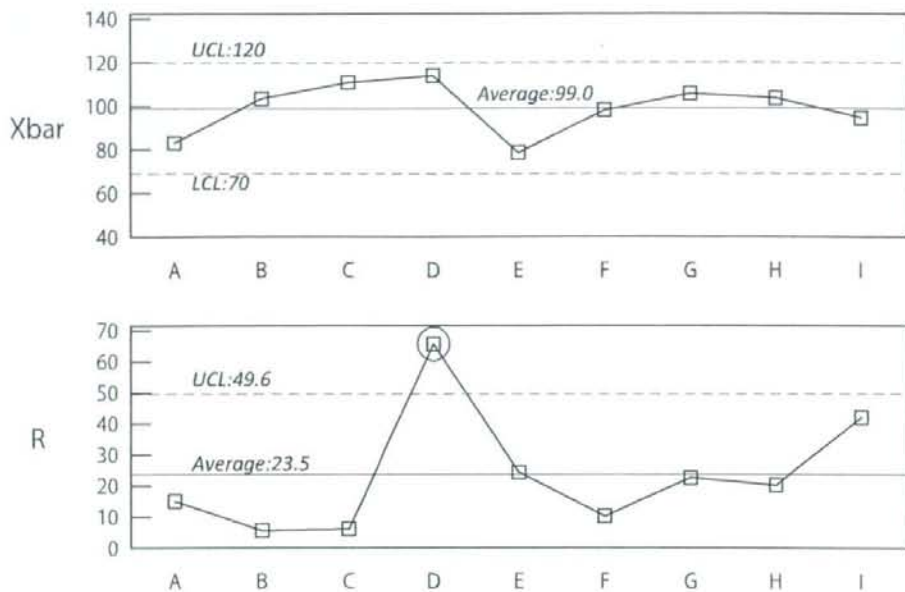


GC-MS



LC-MS/MS

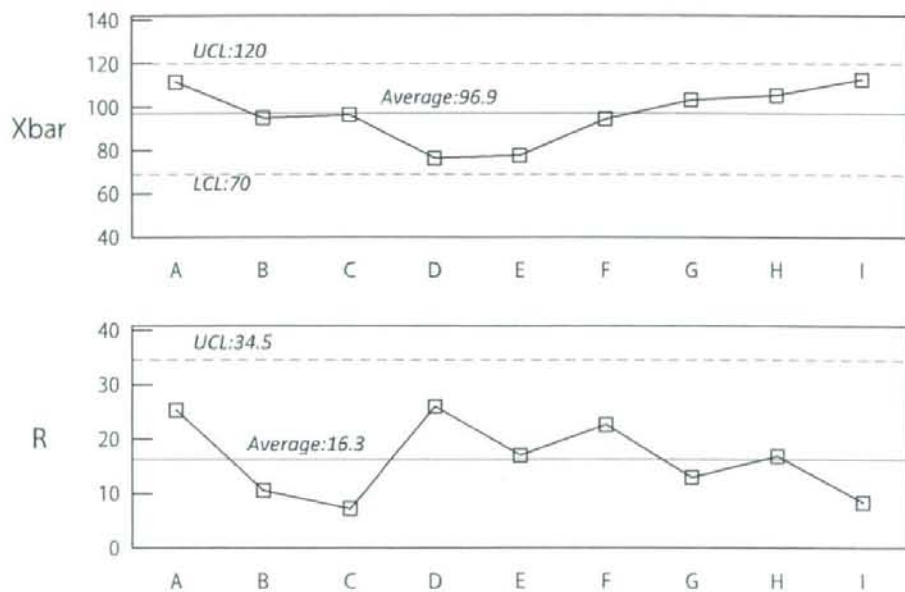
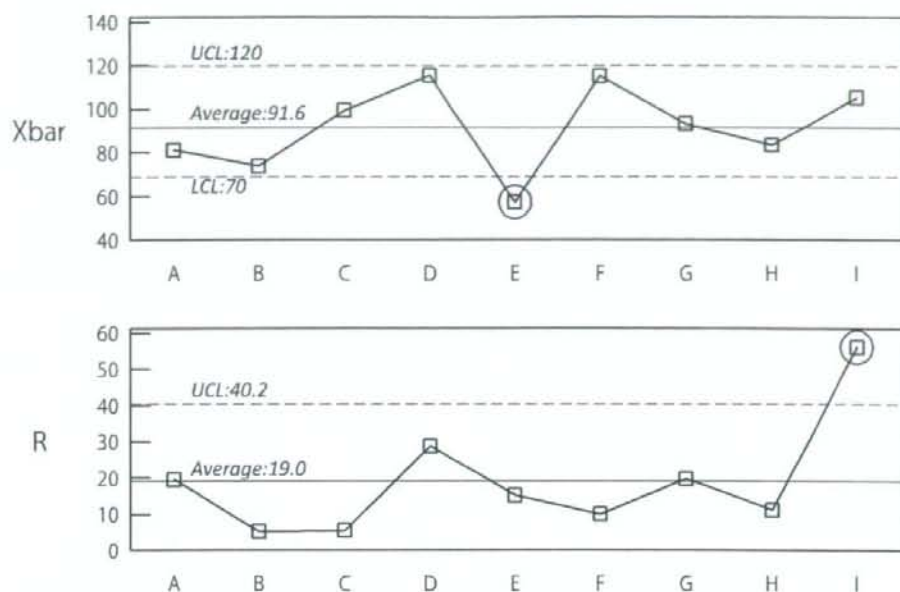


図 1-12. 外部精度管理試験結果の Xbar-R 管理図 (フェノブカルブ)

GC-MS



LC-MS/MS

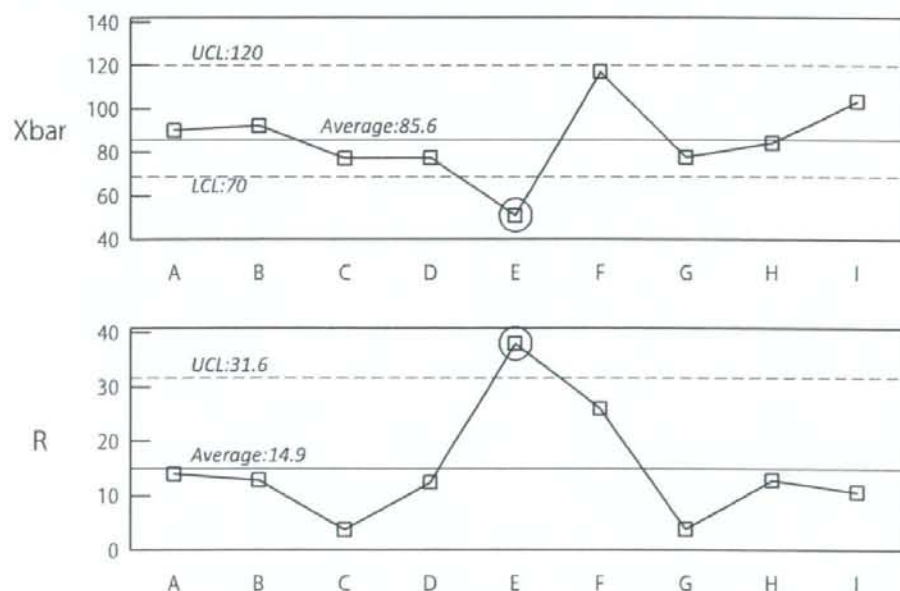
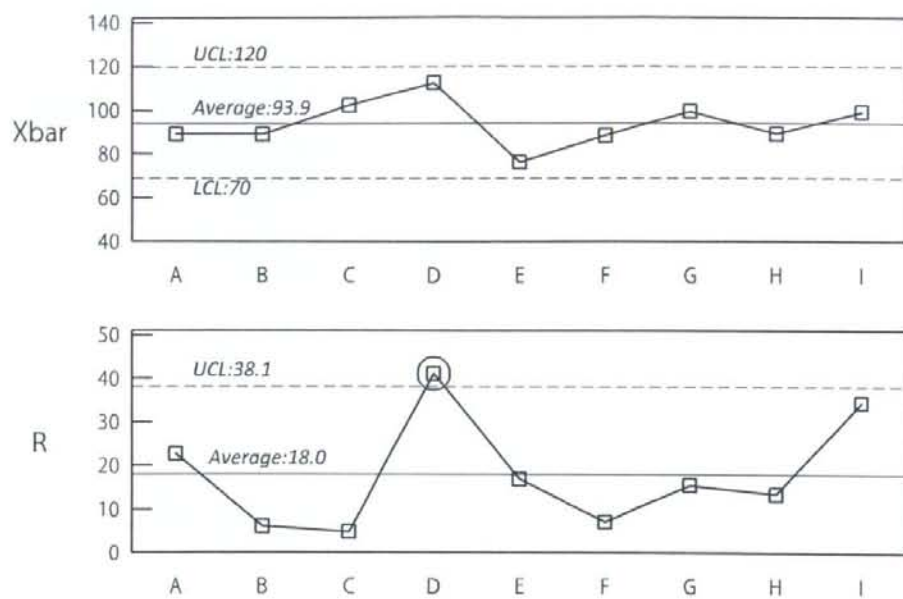


図 1-13. 外部精度管理試験結果の Xbar-R 管理図 (ベンダイオカルブ)

GC-MS



LC-MS/MS

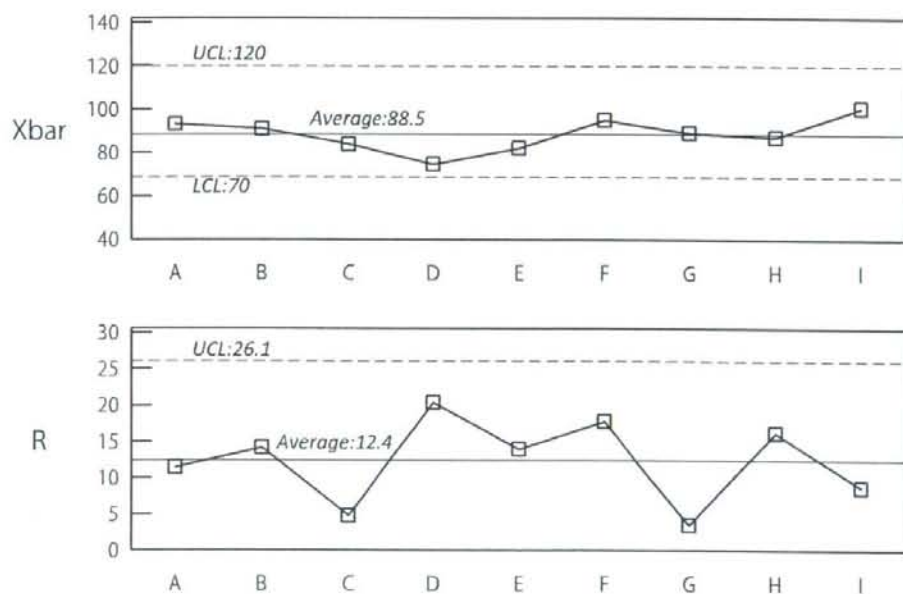
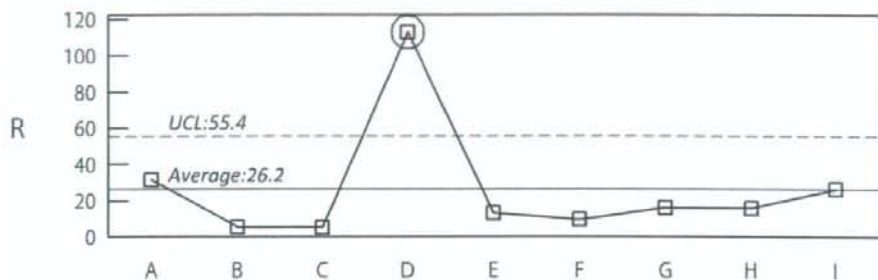
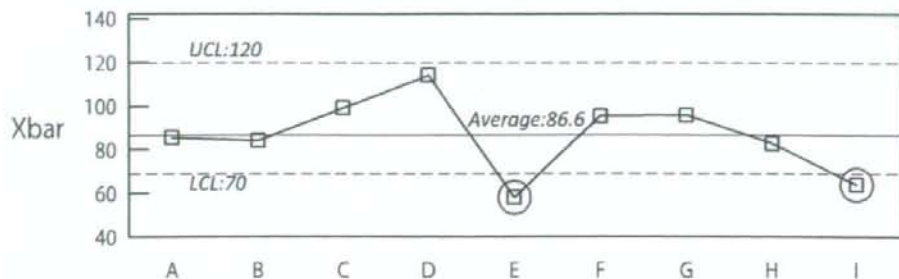


図 1-14. 外部精度管理試験結果の Xbar-R 管理図 (ピリミカーブ)

GC-MS



LC-MS/MS

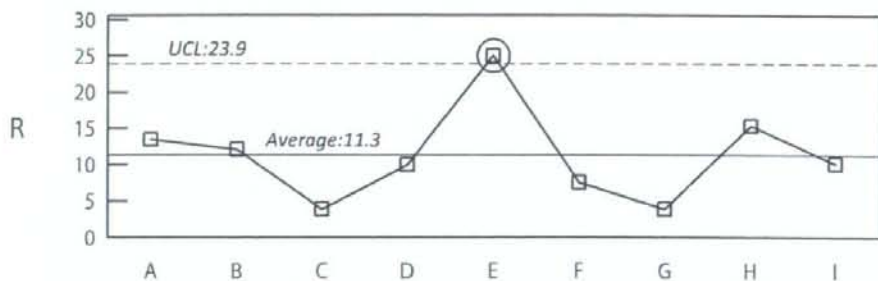
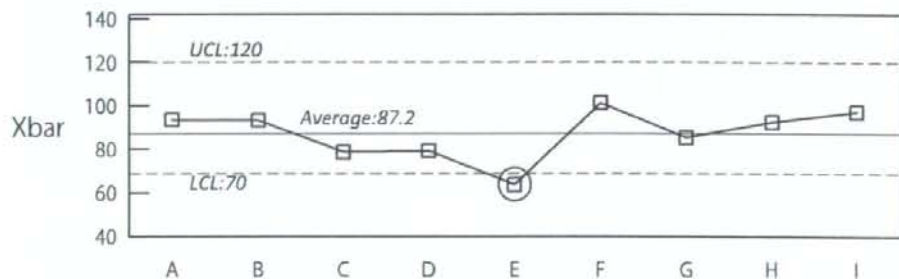


図 1-15. 外部精度管理試験結果の Xbar-R 管理図 (カルバリル)

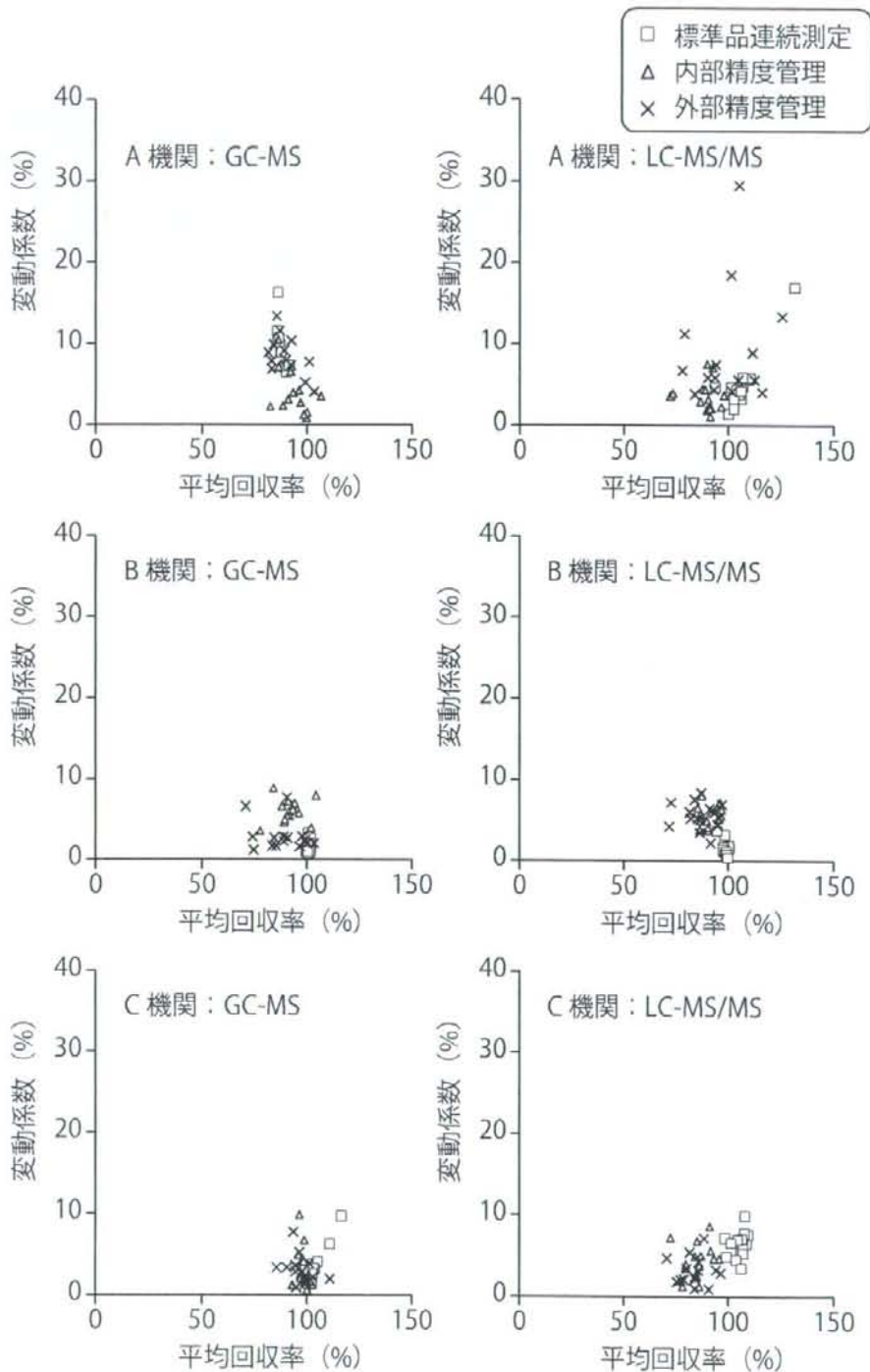


図 2-1. 精度管理試験結果まとめ

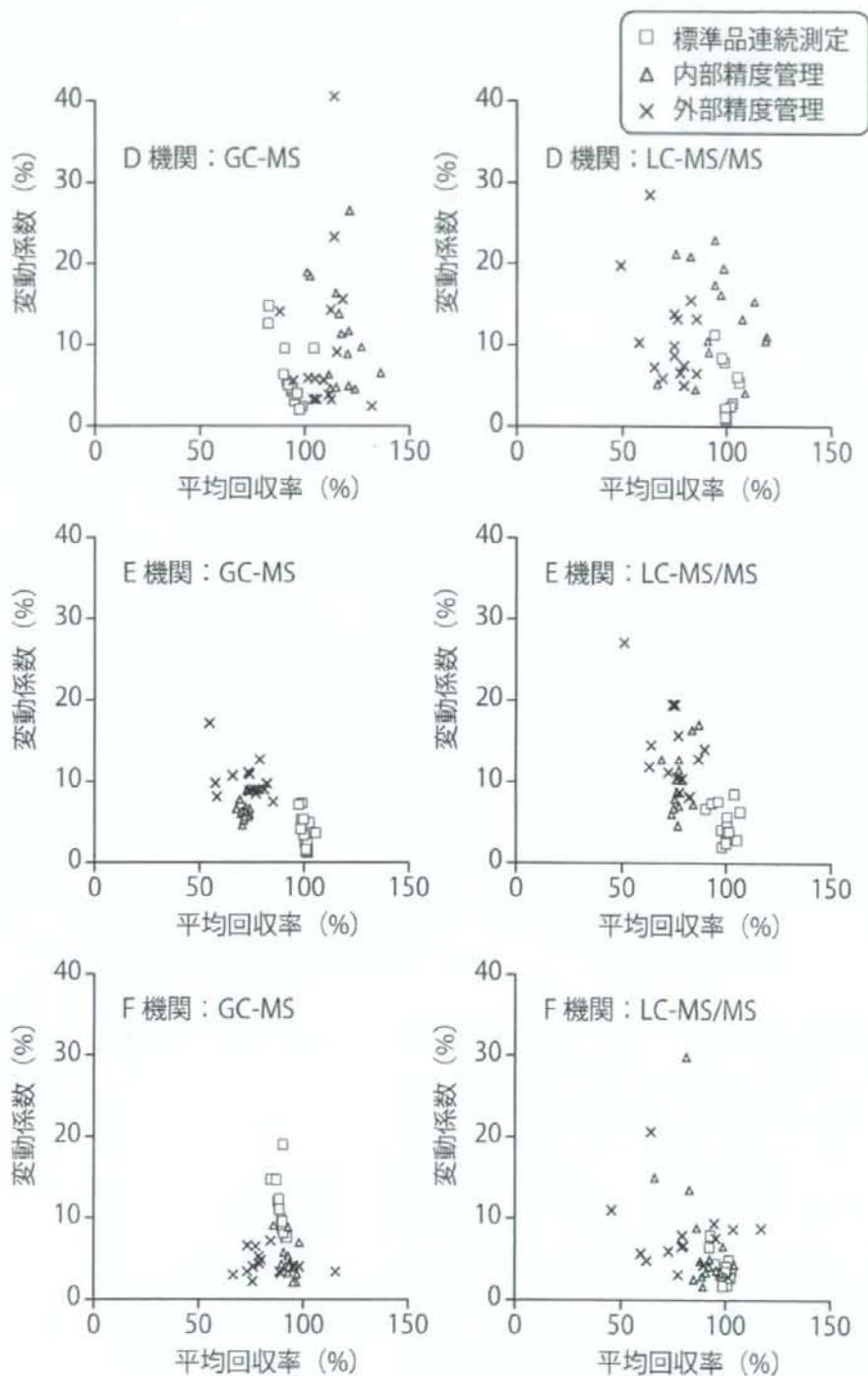


図 2-2. 精度管理試験結果まとめ

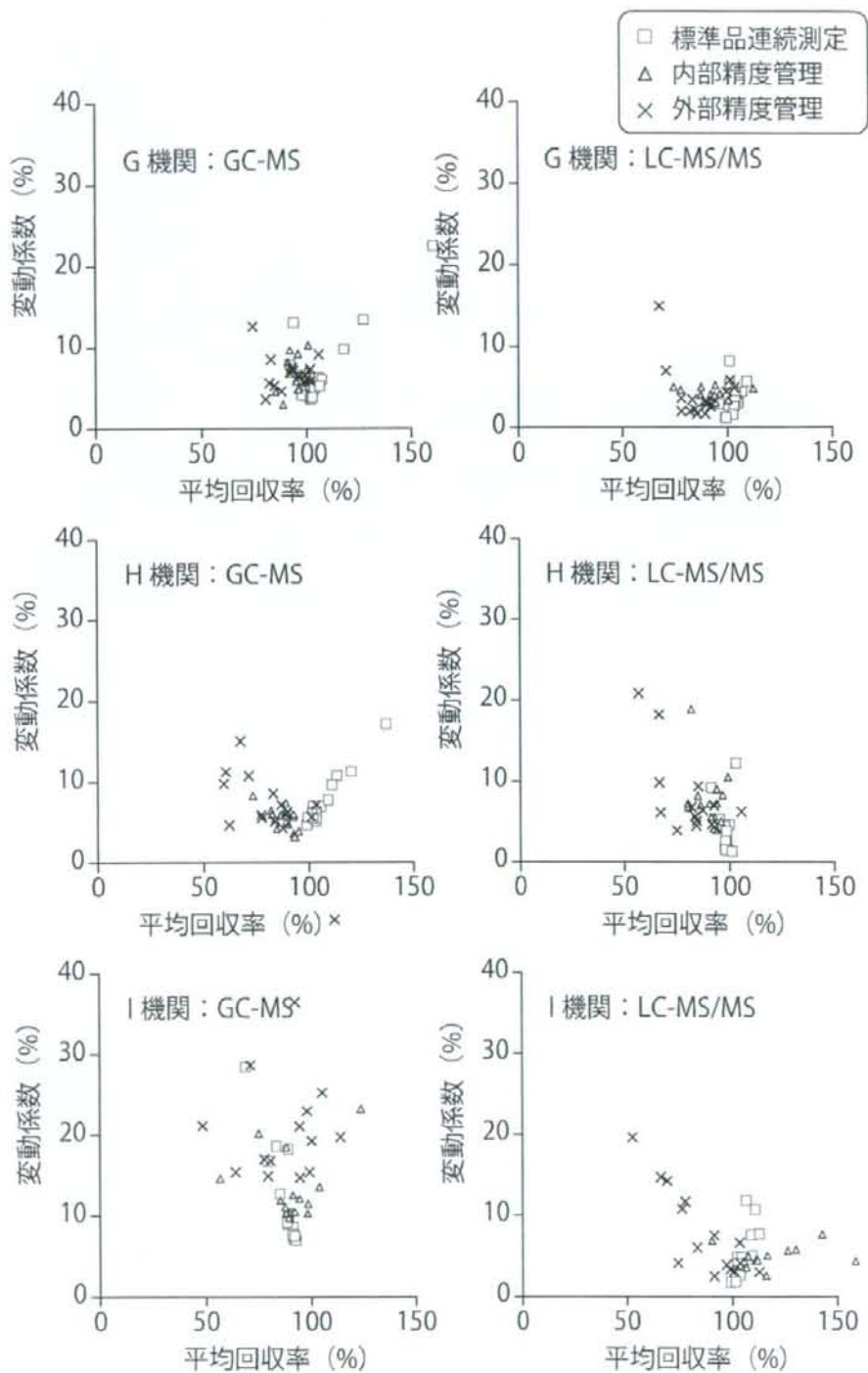


図 2-3. 精度管理試験結果まとめ

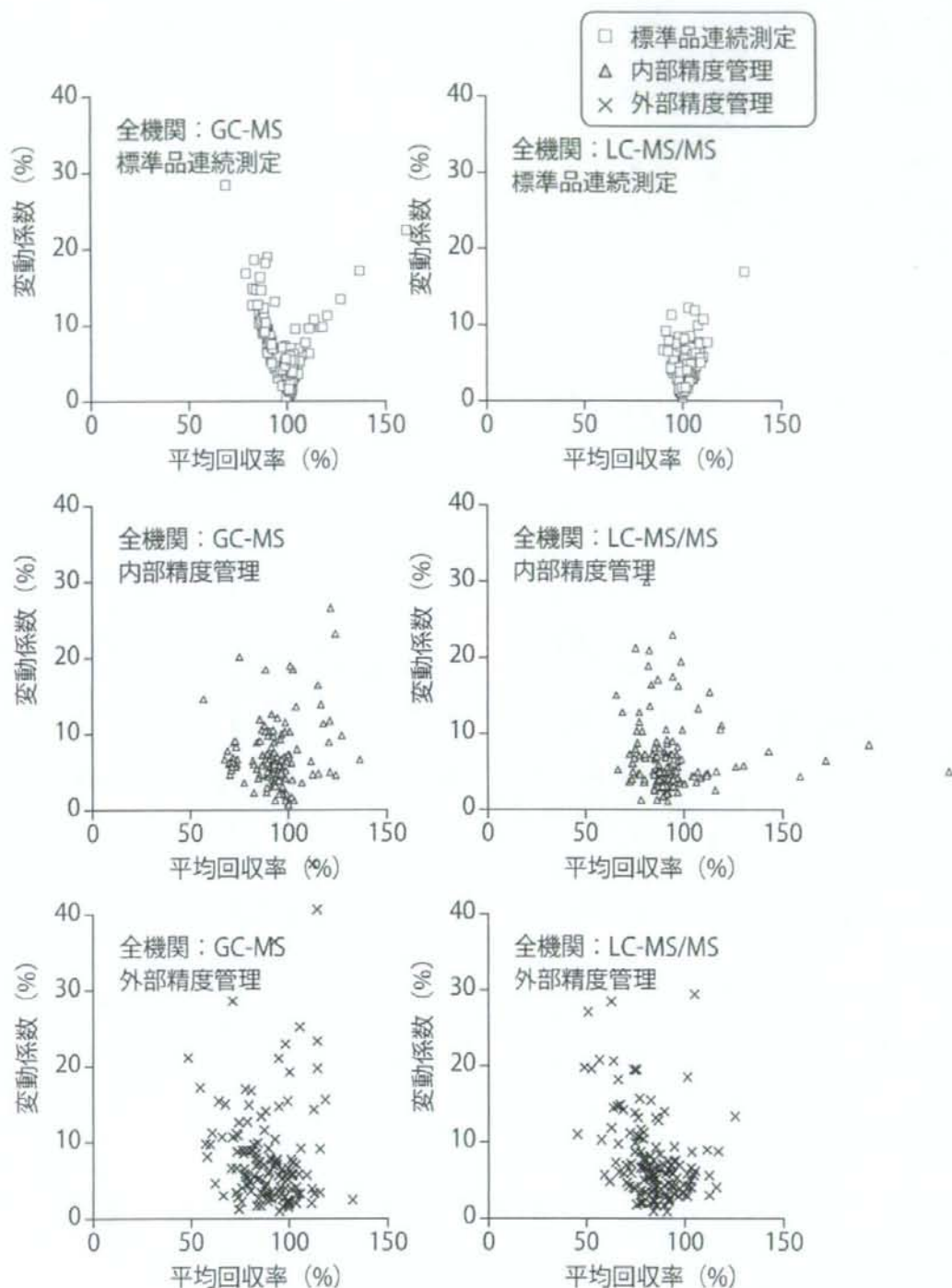


図 2-4. 精度管理試験結果まとめ

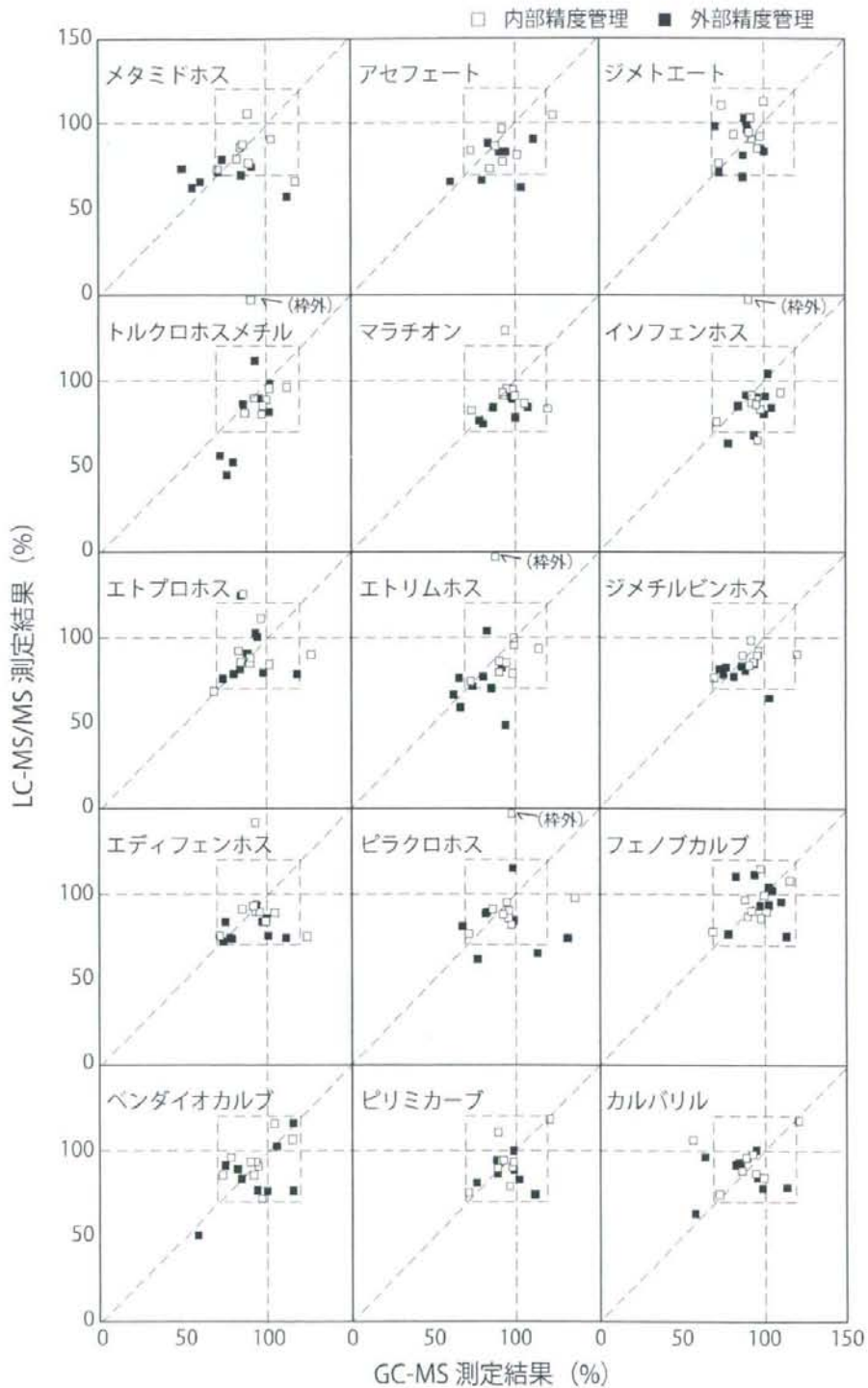
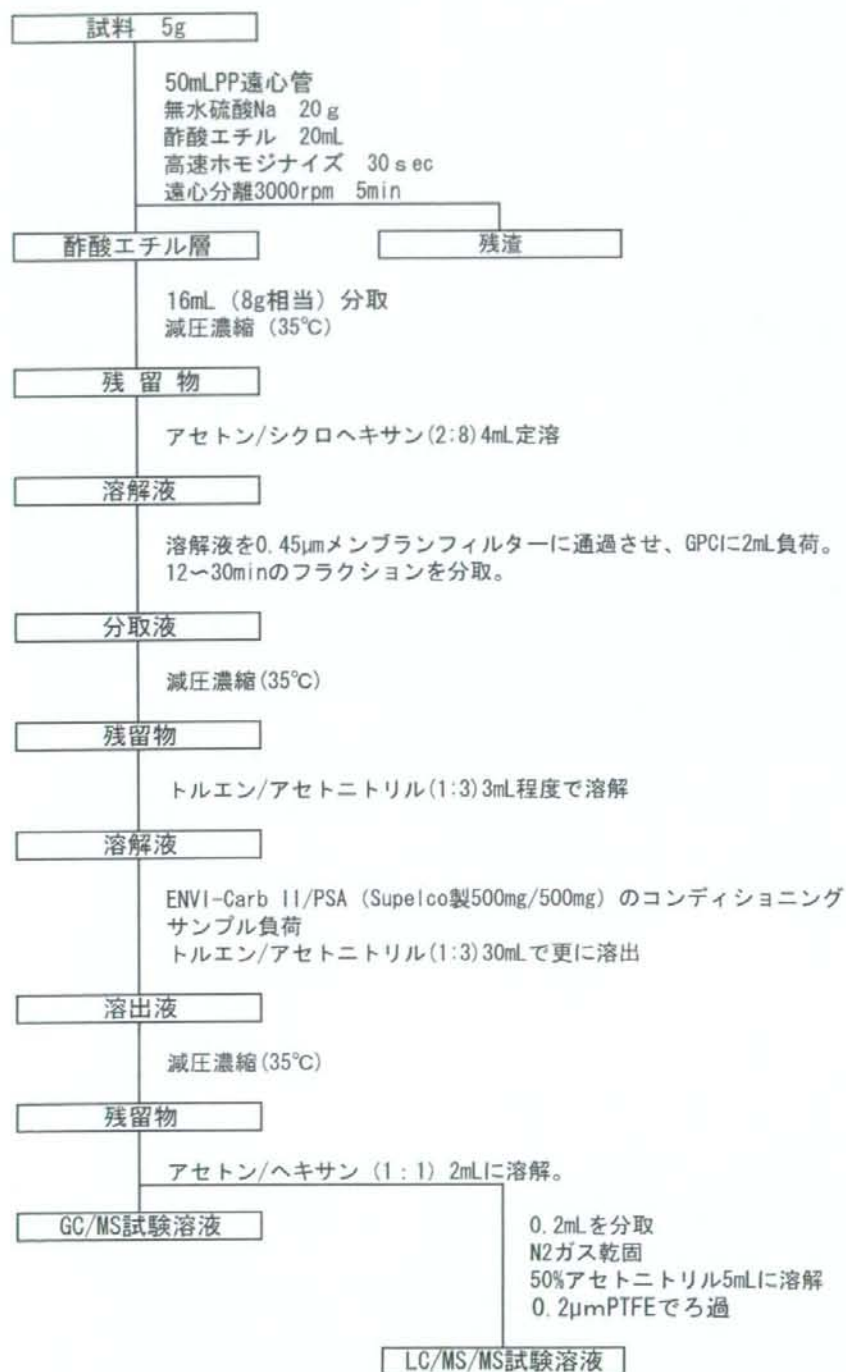


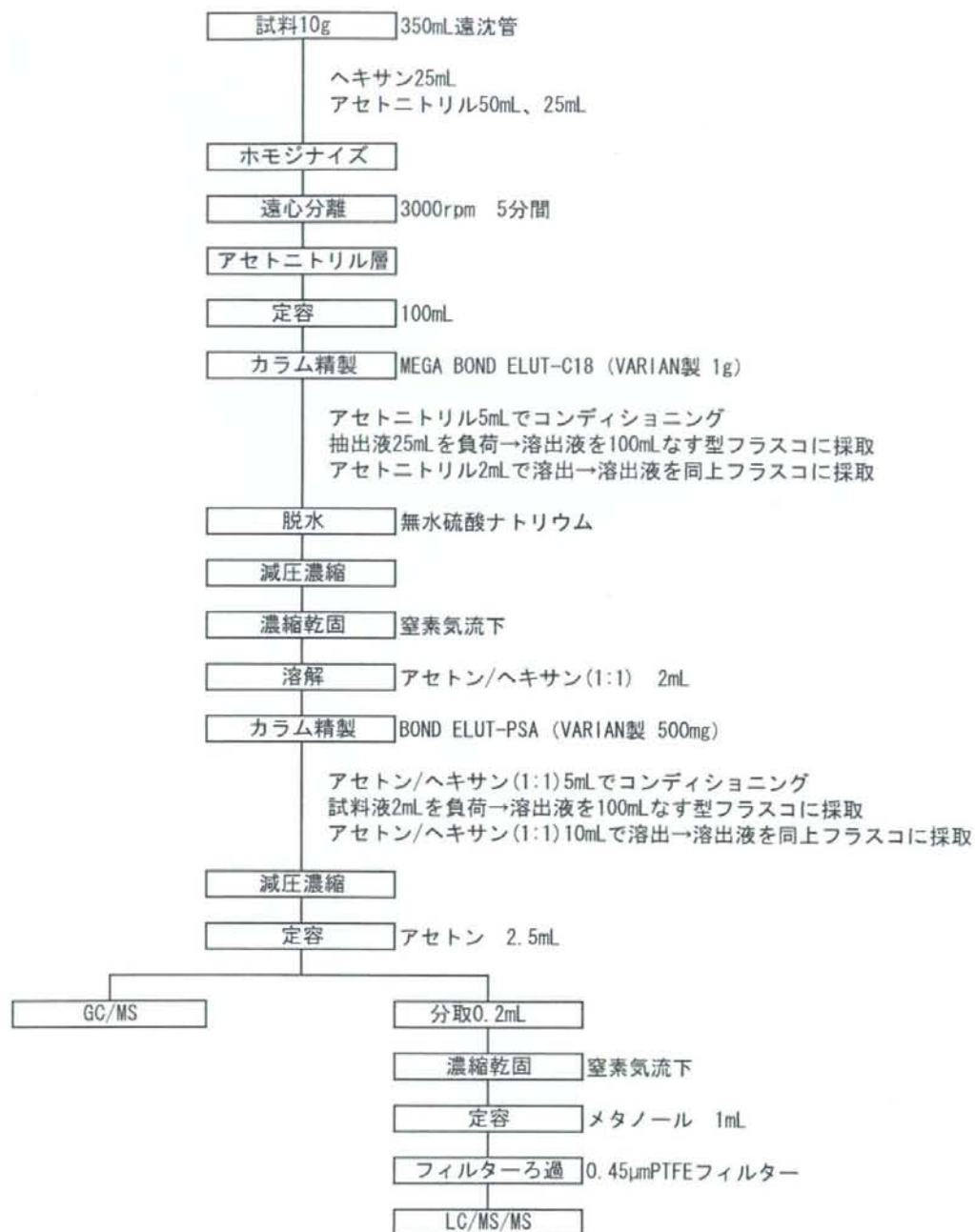
図 3. 各精度管理試験結果における測定機器間相関図

資料1-1 A機関 分析フロー

検査フロー



資料1-2 B機関 分析フロー



資料1-3 C機関 分析フロー

試料採取

レトルトカレー10 g
内部標準 (Acephate-d6、NAC-d7、Malathion-d6、Chlorpyrifos-d10、EPN-d5) 1 μ g
(標準1 μ g)
30分間放置

水、アセトン-ヘキサン (2:3) 抽出

水10 mL加え、30秒間ホモジナイズ
アセトン-ヘキサン (2:3) 100 mLで2分間ホモジナイズ抽出
毎分2,500回転で5分間遠心分離後、有機層及び水層を吸引る過
残渣をアセトン-ヘキサン (2:3) 50 mLで再度1分間ホモジナイズ抽出
毎分2,500回転で5分間遠心分離後、有機層及び水層を吸引る過
ろ液を合わせ、15 mL以下まで減圧濃縮

多孔性ケイソウ土カラム (20 mL保持用) 抽出

Extrelut (Merck)

塩化ナトリウム5 gを加え、残渣を負荷
酢酸エチル150 mLで洗い込み、注入
溶出液を40°C以下で減圧濃縮 (約1 mLまで)
緩やかに窒素を吹き付けて乾固

GPC分画およびグラファイトカーボンカラム精製

残渣をアセトン-シクロヘキサン (1:4) に溶解して10 mLに定容
毎分3,000回転で10分間遠心分離後、上清4 mLを注入
59~75 mLおよび75~130 mLの画分を分取
59~75 mLの画分のみグラファイトカーボンカラムに負荷
アセトン-ヘキサン (1:1) 10 mLでグラファイトカーボンカラムから溶出

SAX/PSAカートリッジカラム精製

カラムを予めアセトン10 mL、次いでヘキサン10 mLで洗浄
75~130 mLの画分、負荷液および溶出液を合わせて負荷
アセトン-ヘキサン (1:1) 20 mLで溶出
負荷液および溶出液を合わせ、40°C以下で減圧濃縮 (約1 mLまで)
緩やかに窒素を吹き付けて乾固
アセトン-ヘキサン (1:1) に溶解して4 mLに定容

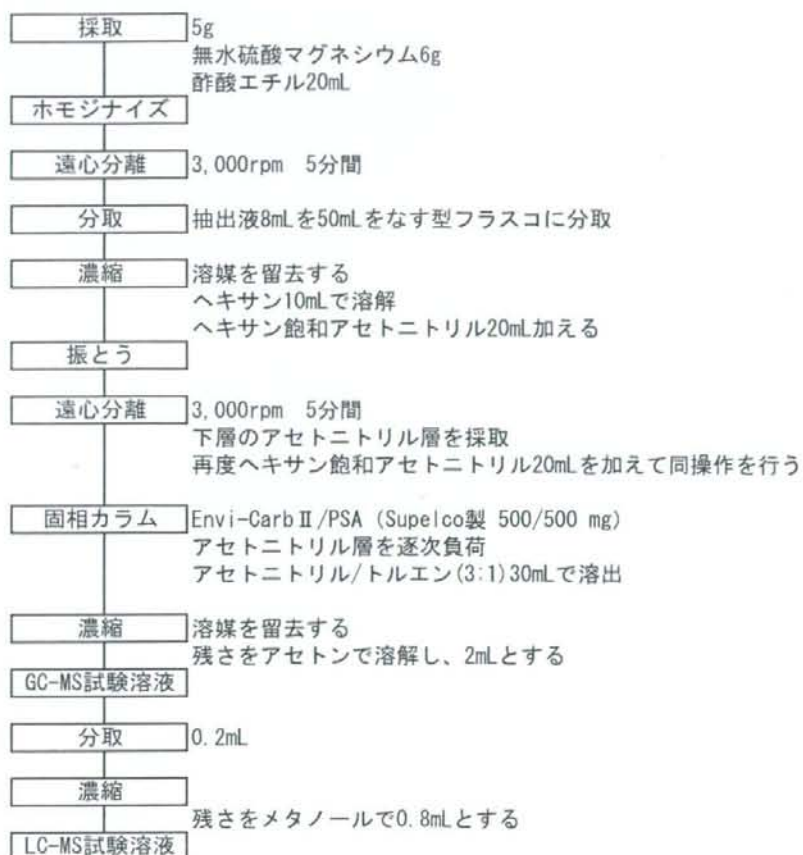
GC-MS (1 g試料/mL)

GC-MS (1 g試料/mL)

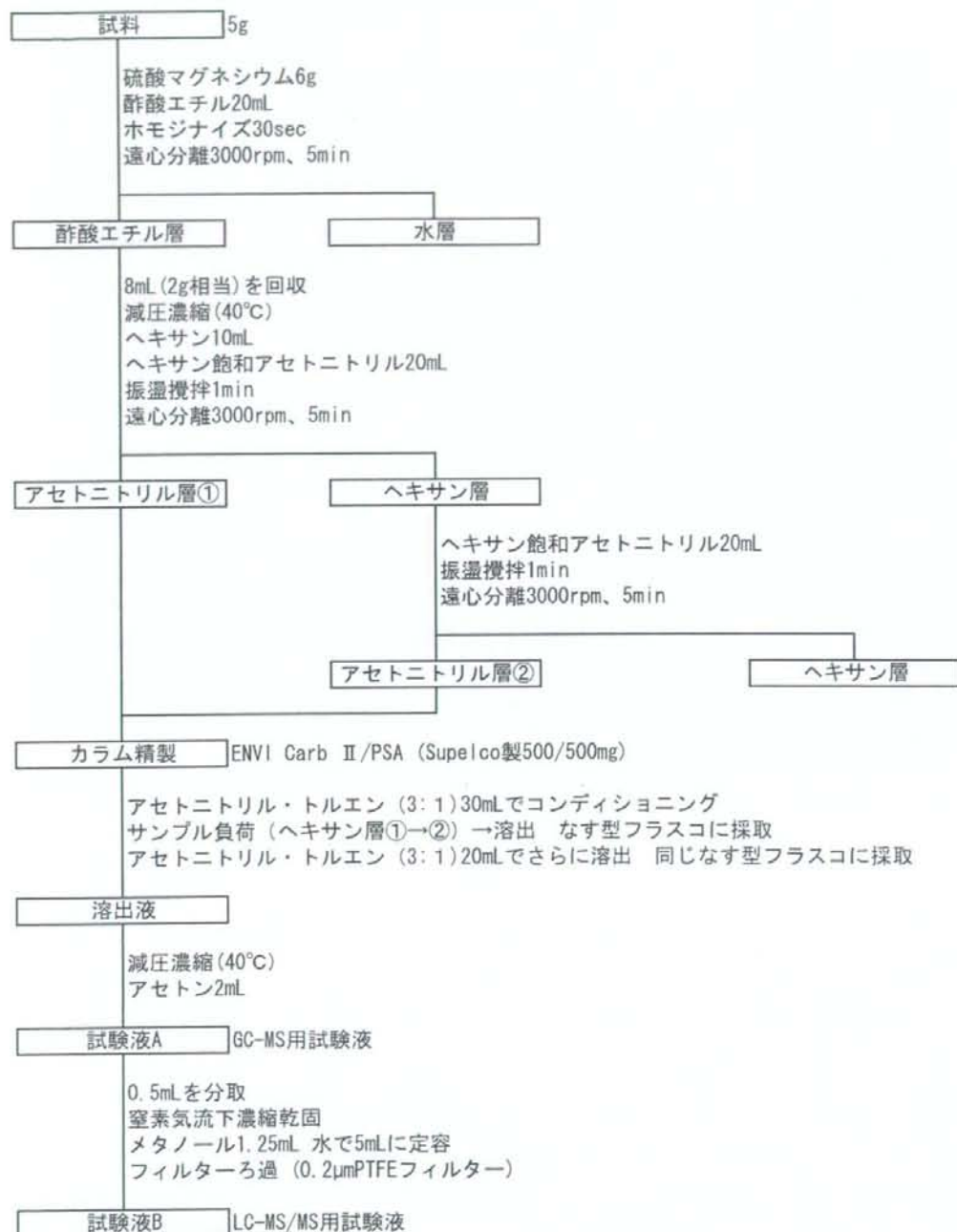
200 μ Lを分取
緩やかに窒素を吹き付けて乾固
メタノール1 mLに溶解

LC-MS/MS (0.2 g試料/mL)

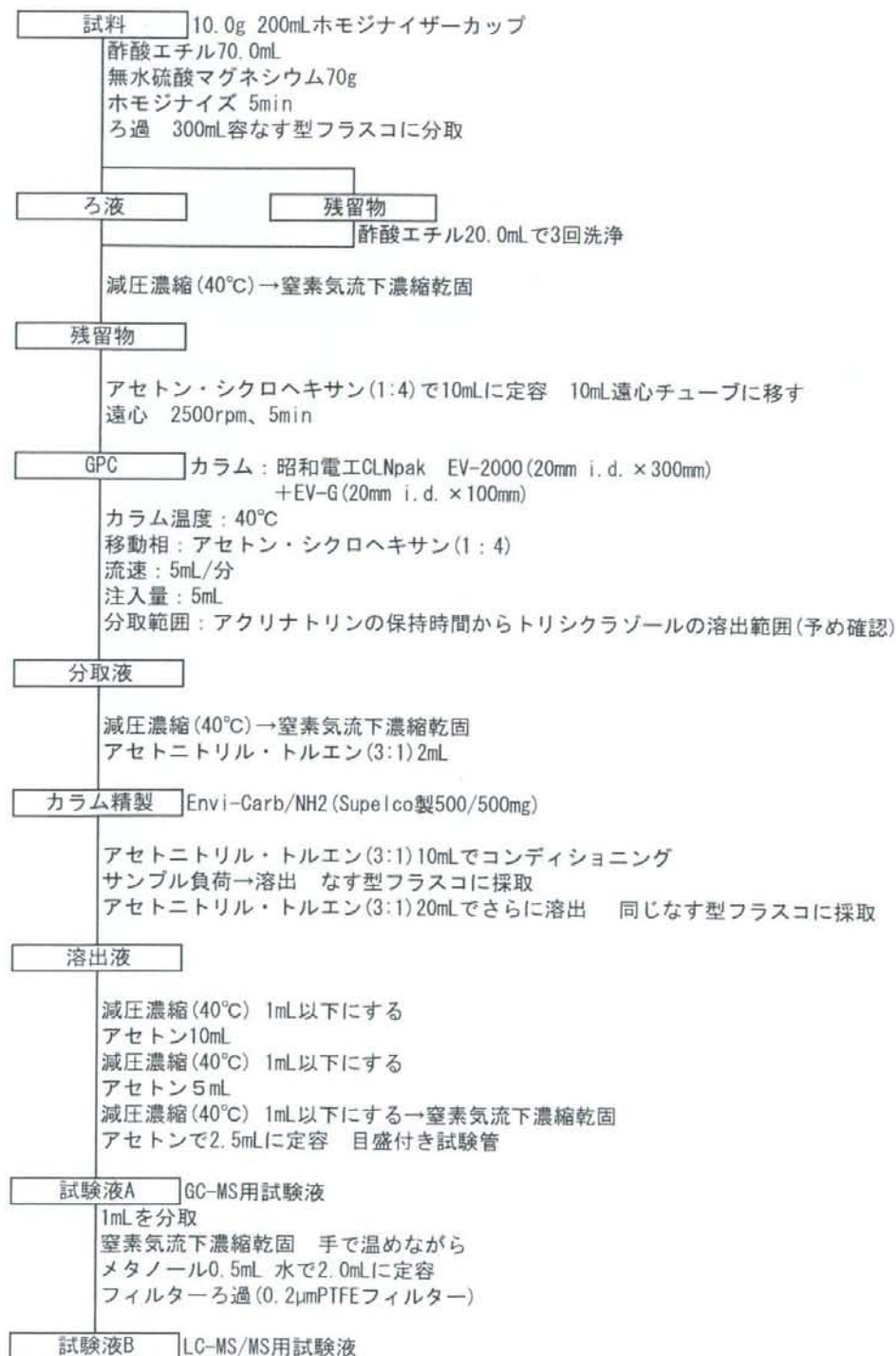
資料1-4 D機関 分析フロー



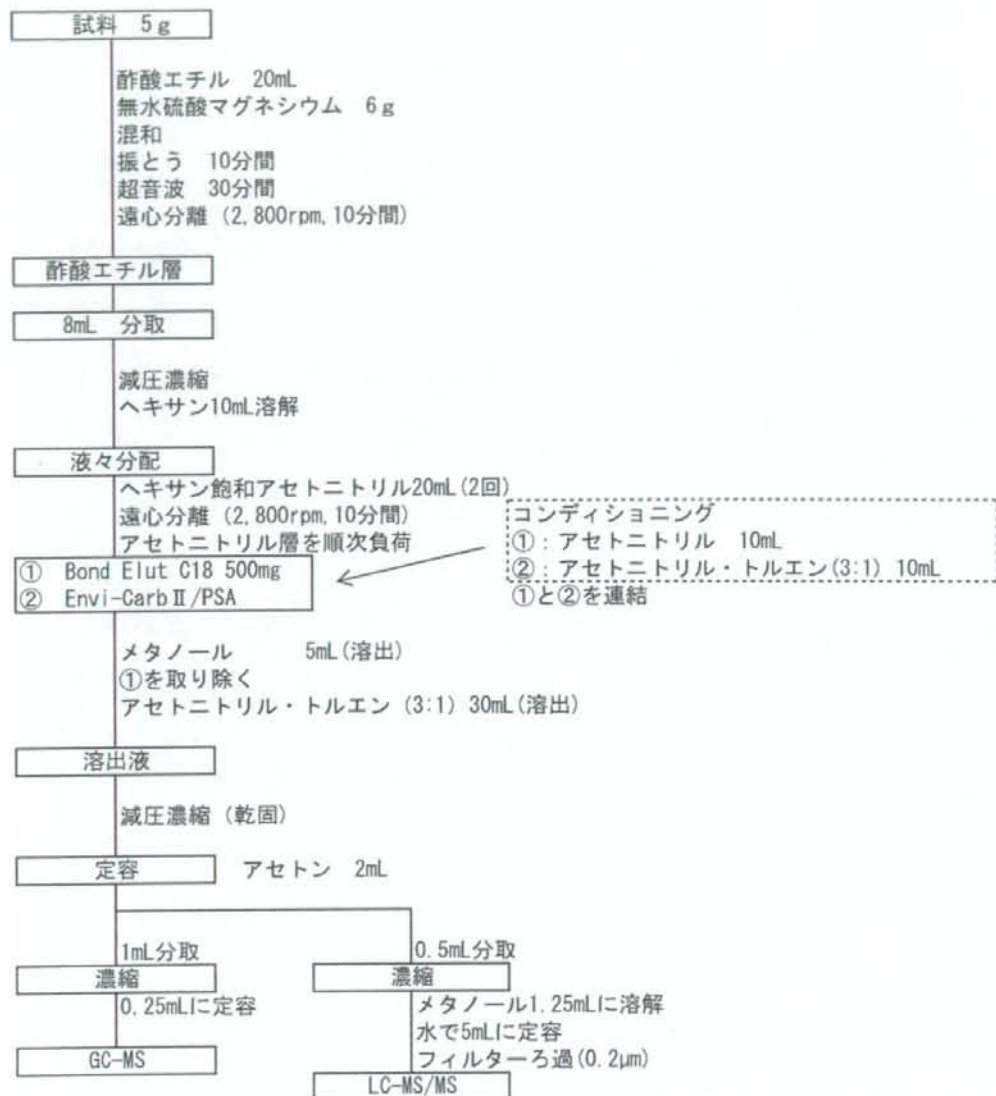
資料1-5 E機関 分析フロー



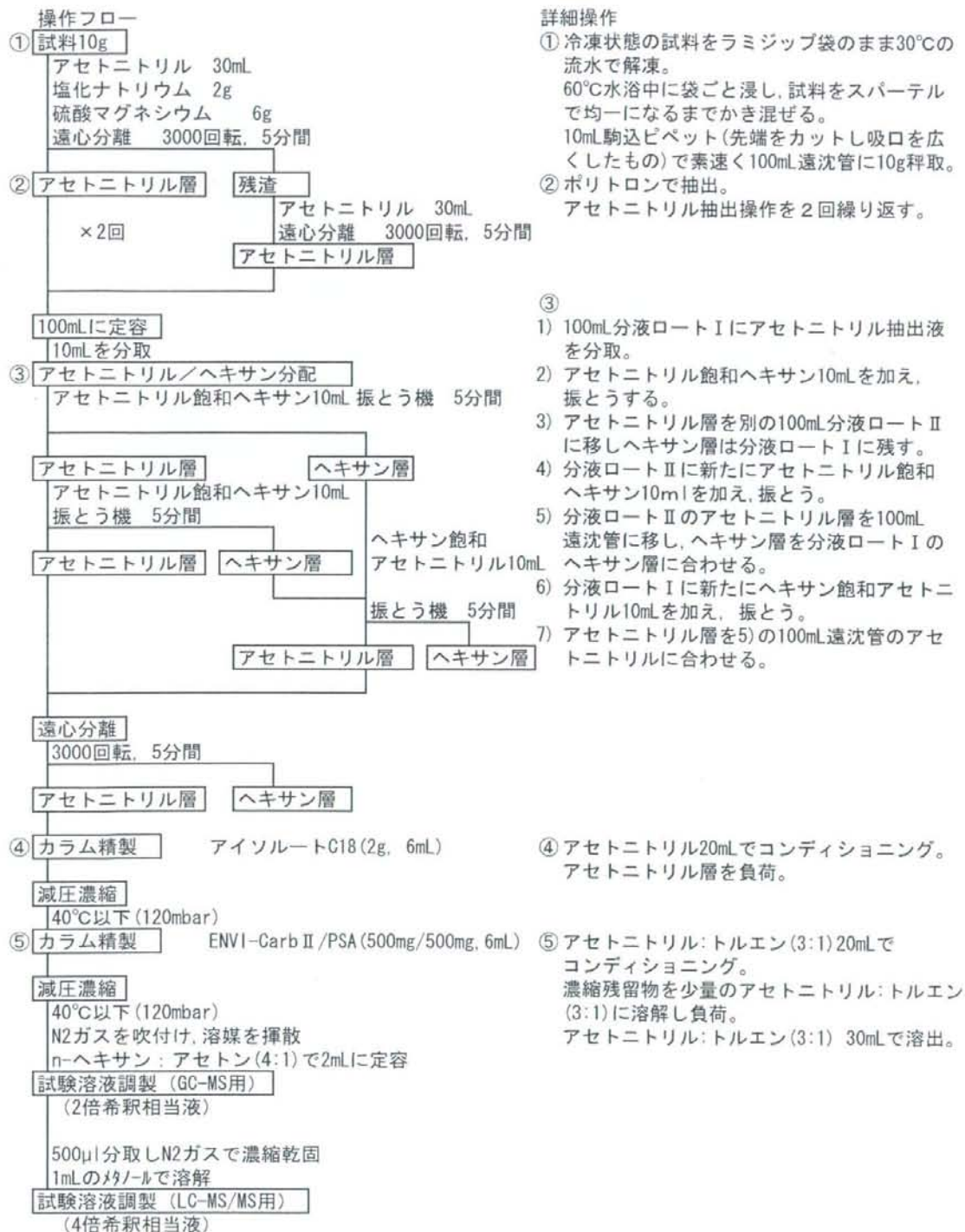
資料1-6 F機関 分析フロー



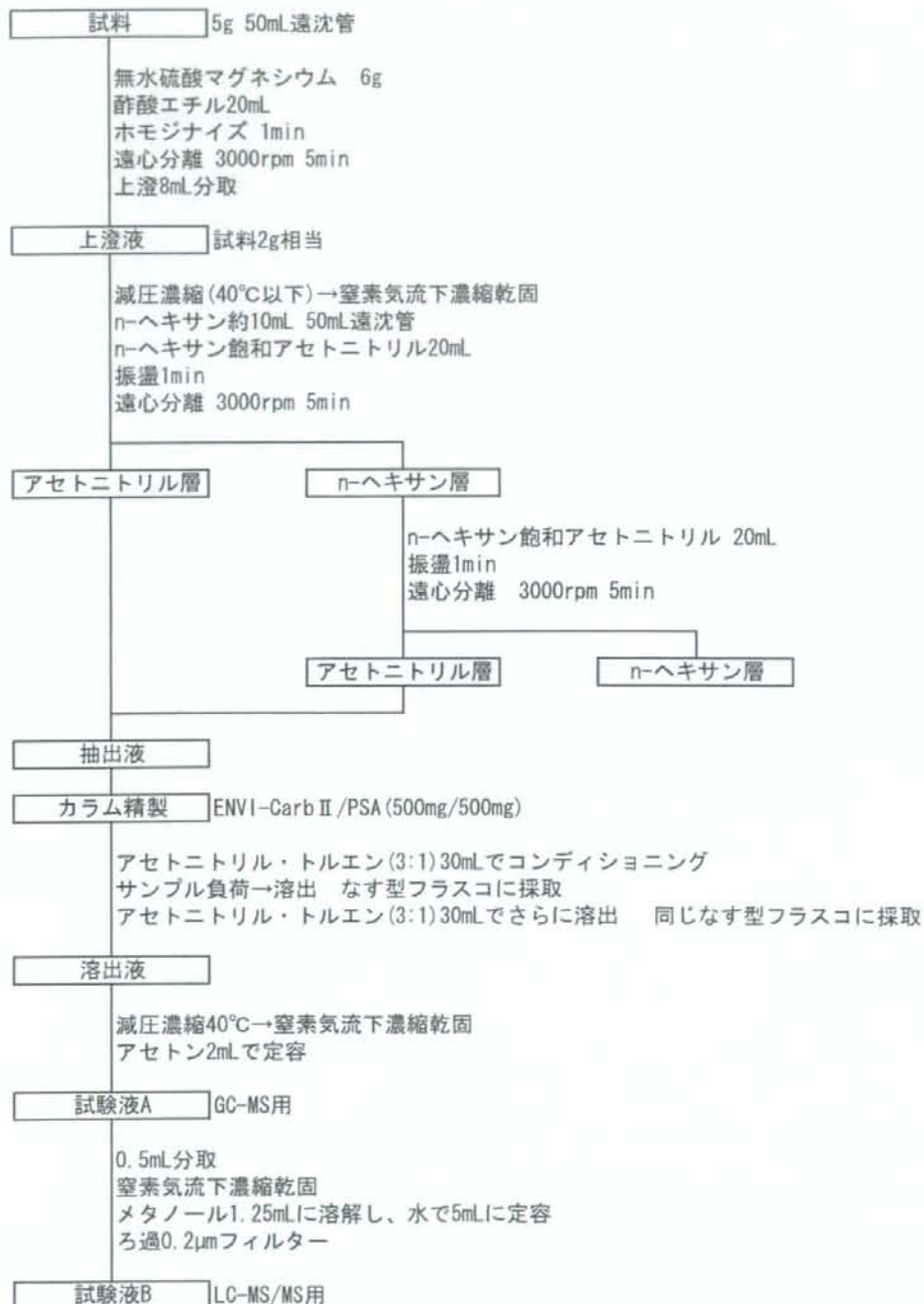
資料1-7 G機関 分析フロー



資料1-8 H機関 分析フロー



資料1-9 | 機関 分析フロー



資料2-1 GC-MS 分析条件

機関名	A		B	C	D	E	F	G	H	I
	内部精度管理	外部精度管理								
メーカー	Agilent	Agilent	Shimadzu	Shimadzu	Agilent	Shimadzu	Agilent	Shimadzu	Agilent	Agilent
機種	HP6890N	HP6890N	GCMS-OP5050A	GCMS-OP2010	HP6890	GCMS-OP2010	GC6889N	GCMS-OP5000	6890N	HP6890
使用カラム販売元	Agilent	Agilent	J&W	Restec	Agilent	Restec	Agilent	J&W	Agilent	J&W
カラム名称	HP-XLB	HP-5MS	DB-5MS	Rx1-5SIL MS	HP-5MS	Rtx-5MS	HP-5MS	DB-5MS	DB-5MS	DB-5MS
カラム内径	0.25mm	0.25mm	0.25mm	0.25mm	0.25mm	0.25mm	0.25mm	0.25mm	0.25mm	0.25mm
カラム長さ	30m	30m	30m	30m	30m	30m	30m	30m	30m	30m
カラム膜厚	0.1µm	0.25µm	0.25µm	0.25µm	0.25µm	0.25µm	0.25µm	0.25µm	0.25µm	0.25µm
キャリアーガス	ヘリウム	ヘリウム	ヘリウム	ヘリウム	ヘリウム	ヘリウム	ヘリウム	ヘリウム	ヘリウム	ヘリウム
流量制御	定圧	定圧	定流量	定流量	定流量	定流量	定圧	定圧	定流量	定流量
流量/圧力	10.9psi	15.5psi	1.5ml/min	40cm/sec	1.0mL/min	1.47ml/min	20.89psi	68 kPa	1.0mL/min	1.0mL/min
注入方式	スプリットレス	スプリットレス	スプリットレス	スプリットレス	スプリットレス	スプリットレス	スプリットレス	スプリットレス	スプリットレス	スプリットレス
試料注入量	2µl	2µl	2µl	1µl	2µl	1µl	2µl	2µl	2µl	2µl
注入口温度	250°C	250°C	250°C	250°C	250°C	250°C	250°C	290°C	250°C	250°C
昇温条件	50°C (1min) →	50°C (1min) →	50°C (1min) →	60°C (1min) →	50°C (1min) →	50°C (1min) →	70°C (2min) → 25°C/min →	50°C (2min) →	50°C (1min) →	50°C (1min) →
	25°C/min → 125°C	25°C/min → 125°C	25°C/min → 125°C	20°C/min → 160°C	25°C/min → 125°C	25°C/min → 125°C	→ 150°C → 3°C/min →	25°C/min → 125°C	25°C/min → 125°C	25°C/min → 125°C
	→ 10°C/min →	→ 10°C/min →	→ 10°C/min →	→ 10°C/min →	→ 10°C/min →	→ 10°C/min →	200°C → 8°C/min →	→ 10°C/min →	→ 10°C/min →	→ 10°C/min →
	300°C (6min)	300°C (6min)	300°C (10min)	300°C (10min)	300°C (20.5min)	300°C (6min)	280°C (10min) →	290°C (6.25min)	300°C (7.5min)	300°C (6min)

MS

機関名	A		B	C	D	E	F	G	H	I
	内部精度管理	外部精度管理								
メーカー	Agilent	Agilent	Shimadzu	Shimadzu	Agilent	Shimadzu	Agilent	Shimadzu	Agilent	JEOL
機種	5973inert	5973inert	GCMS-OP5050A	GCMS-OP2010	HP5972A	GCMS-OP2010	MS5975	GCMS-OP5000	5973Network	Automass Sun
イオンソース温度	290°C	290°C	280°C	300°C	280°C	250°C	280°C	270°C	280°C	260°C
イオン源温度	230°C	230°C	280°C	200°C	169°C	200°C	230°C	210°C	230°C	200°C
測定方式	SIM	SIM	SIM	SIM	SIM	SIM	SIM	SIM	SIM	SIM

資料2-2 GC-MS測定イオン

農薬名	A		B		C		D		E		F		G		H		I	
	Ion	(m/z)	Ion	(m/z)	Ion	(m/z)	Ion	(m/z)	Ion	(m/z)	Ion	(m/z)	Ion	(m/z)	Ion	(m/z)	Ion	(m/z)
メタミドホス	94		94	141	94	141	94	94	94	94	94	94	141	141	141	141	94	94
アセフエート	136		136	136.05	136	136.05	136	136	136	136	136	136	136	136	136	136	136	136
ジメトエート	87		87	87	87	87	93	93	87	87	125	125	229	229	87	87	93	93
トルクロホスメチル	265		265	265	265	265	265	265	265	265	265	265	265	265	265	265	265	265
馬拉チオン	173		173	158	173	158	173	173	173	173	173.1	173.1	173	173	173	173	173	173
イソフエンホス	213		213	255	213	255	213	213	213	213	213.1	213.1	255	255	255	255	213	213
エトプロホス	158		158	242.05	158	242.05	158	158	158	158	158	158	200	200	158	158	158	158
エトリムホス	292		292	292	292	292	292	292	292	292	292	292	292	292	292	292	292	292
ジメチルピホス	295		109	295	295	295	295	295	295	295	295	295	295	295	295	295	295	295
エディフェンホス	310		310	310	310	310	310	310	310	310	173	173	310	310	173	173	310	310
ピラクロホス	360		360	360	360	360	360	360	360	360	194	194	360	360	360	360	360	360
フェノブカルブ	121		121	150.1	121	150.1	121	121	121	121	121.1	121.1	150	150	121	121	121	121
ベンダイオカルブ	151		151	166.05	151	166.05	151	151	151	151	151.1	151.1	151	151	151	151	151	151
ピリミカーブ	166		166	238.1	166	238.1	166	166	166	166	166.1	166.1	166	166	166	166	166	166
カルバリル	144		144	144.05	144	144.05	144	144	144	144	144	144	144	144	144	144	144	144