

表 33 実験 S500 の結果 (ピーク面積の平均値、 $n = 4$)

| 農薬 | PHN-d10 | | | | | | TPP | | | | | |
|--------|---------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| | 機関a | 機関b | 機関c | 機関d | 機関e | 機関f | 機関a | 機関b | 機関c | 機関d | 機関e | 機関f |
| 対象3農薬 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| +58農薬 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 1.2 | 1.3 | 1.3 | 1.5 | 1.9 | 2.4 | 4.0 | 4.1 | 1.5 |
| +108農薬 | 1.1 | 1.2 | 1.2 | 1.6 | 1.4 | 1.3 | 1.5 | 2.0 | 2.6 | 4.4 | 4.8 | 1.6 |
| +166農薬 | 1.1 | 1.2 | 1.2 | 1.6 | 1.5 | 1.4 | 1.8 | 2.7 | 3.6 | 6.2 | 8.4 | 1.7 |

いずれも対象3農薬溶液での平均面積値を1としてノーマライズしたときの値

表 34 実験 S500 の結果 (ピーク面積の RSD (%), $n = 4$)

| 農薬 | PHN-d10 | | | | | | TPP | | | | | |
|--------|---------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| | 機関a | 機関b | 機関c | 機関d | 機関e | 機関f | 機関a | 機関b | 機関c | 機関d | 機関e | 機関f |
| 対象3農薬 | 4 | 2 | 19 | 5 | 16 | 5 | 2 | 5 | 29 | 20 | 27 | 5 |
| +58農薬 | 6 | 2 | 7 | 7 | 7 | 5 | 1 | 4 | 11 | 14 | 24 | 5 |
| +108農薬 | 4 | 3 | 5 | 7 | 6 | 2 | 4 | 4 | 4 | 13 | 19 | 13 |
| +166農薬 | 3 | 3 | 5 | 5 | 4 | 4 | 3 | 3 | 4 | 6 | 11 | 4 |

表 35 実験 S500 の結果 (ピーク面積の平均値、n = 4)

| データの種類 | 農薬 | マラチオン | | | | | | プロシミドン | | | | | | フルシトリネート | | | | | | |
|-----------|--------|-------|-----|-----|-----|-----|-----|--------|-----|-----|-----|-----|-----|----------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| | | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | |
| | | a | b | c | d | e | f | a | b | c | d | e | f | a | b | c | d | e | f | |
| 面積値 | 対象3農薬 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| | +58農薬 | 1.3 | 1.2 | 1.4 | 1.8 | 1.5 | 1.2 | 1.2 | 1.1 | 1.2 | 1.2 | 1.2 | 1.1 | 1.3 | 1.6 | 1.5 | 2.0 | 1.6 | 1.2 | |
| | +108農薬 | 1.2 | 1.6 | 1.7 | 2.6 | 2.4 | 1.0 | 1.3 | 1.2 | 1.3 | 1.4 | 1.4 | 1.0 | 1.3 | 1.8 | 1.7 | 2.7 | 1.9 | 1.3 | |
| | +166農薬 | 1.5 | 1.8 | 1.9 | 3.1 | 3.4 | 1.0 | 1.3 | 1.3 | 1.4 | 1.4 | 1.5 | 1.1 | 1.6 | 2.4 | 2.3 | 3.8 | 3.3 | 1.4 | |
| 対TPP比 | 対象3農薬 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| | +58農薬 | 0.9 | 0.6 | 0.6 | 0.4 | 0.4 | 0.8 | 0.8 | 0.6 | 0.5 | 0.3 | 0.3 | 0.7 | 0.9 | 0.8 | 0.7 | 0.5 | 0.4 | 0.8 | |
| | +108農薬 | 0.8 | 0.8 | 0.6 | 0.6 | 0.5 | 0.6 | 0.8 | 0.6 | 0.5 | 0.3 | 0.3 | 0.6 | 0.9 | 0.9 | 0.6 | 0.6 | 0.4 | 0.8 | |
| | +166農薬 | 0.9 | 0.7 | 0.5 | 0.5 | 0.4 | 0.6 | 0.7 | 0.5 | 0.4 | 0.2 | 0.2 | 0.6 | 0.9 | 0.9 | 0.7 | 0.6 | 0.4 | 0.8 | |
| 対PHN-d10比 | 対象3農薬 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| | +58農薬 | 1.3 | 1.1 | 1.3 | 1.5 | 1.2 | 0.9 | 1.1 | 1.0 | 1.2 | 1.0 | 1.0 | 0.8 | 1.2 | 1.4 | 1.5 | 1.7 | 1.3 | 0.9 | |
| | +108農薬 | 1.1 | 1.4 | 1.5 | 1.6 | 1.7 | 0.7 | 1.2 | 1.1 | 1.1 | 0.9 | 1.0 | 0.8 | 1.2 | 1.5 | 1.4 | 1.7 | 1.4 | 1.0 | |
| | +166農薬 | 1.4 | 1.4 | 1.6 | 1.9 | 2.3 | 0.7 | 1.1 | 1.1 | 1.2 | 0.9 | 1.0 | 0.7 | 1.4 | 1.9 | 1.9 | 2.3 | 2.2 | 1.0 | |

いずれも対象3農薬溶液での平均面積値を1としてノーマライズしたときの値

表 36 実験 S500 の結果 (ピーク面積のRSD (%), n = 4)

| データの種類 | 農薬 | マラチオン | | | | | | プロシミドン | | | | | | フルシトリネート | | | | | | |
|-----------|--------|-------|----|----|----|----|----|--------|----|----|----|----|----|----------|----|----|----|----|----|--|
| | | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | |
| | | a | b | c | d | e | f | a | b | c | d | e | f | a | b | c | d | e | f | |
| 面積値 | 対象3農薬 | 2 | 4 | 28 | 19 | 26 | 7 | 4 | 3 | 22 | 5 | 17 | 8 | 5 | 3 | 28 | 13 | 9 | 4 | |
| | +58農薬 | 1 | 3 | 7 | 16 | 20 | 3 | 3 | 4 | 7 | 6 | 7 | 8 | 5 | 2 | 12 | 18 | 11 | 4 | |
| | +108農薬 | 5 | 2 | 5 | 17 | 19 | 5 | 3 | 2 | 4 | 8 | 6 | 4 | 5 | 2 | 6 | 22 | 13 | 4 | |
| | +166農薬 | 3 | 3 | 6 | 9 | 15 | 6 | 4 | 3 | 4 | 5 | 4 | 2 | 6 | 2 | 9 | 13 | 14 | 4 | |
| 対TPP比 | 対象3農薬 | 1 | 2 | 5 | 3 | 1 | 10 | 3 | 3 | 6 | 17 | 11 | 13 | 3 | 4 | 4 | 12 | 20 | 5 | |
| | +58農薬 | 2 | 1 | 5 | 3 | 5 | 8 | 2 | 1 | 3 | 10 | 20 | 6 | 4 | 2 | 4 | 5 | 15 | 4 | |
| | +108農薬 | 2 | 2 | 3 | 4 | 1 | 10 | 2 | 2 | 1 | 6 | 14 | 15 | 4 | 2 | 3 | 10 | 6 | 15 | |
| | +166農薬 | 3 | 2 | 3 | 4 | 4 | 7 | 2 | 1 | 1 | 2 | 8 | 3 | 4 | 2 | 5 | 7 | 3 | 7 | |
| 対PHN-d10比 | 対象3農薬 | 4 | 2 | 9 | 14 | 12 | 4 | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 8 | 6 | 2 | 8 | 8 | 10 | 5 | |
| | +58農薬 | 6 | 2 | 1 | 10 | 15 | 8 | 3 | 3 | 1 | 2 | 0 | 7 | 2 | 1 | 5 | 12 | 5 | 3 | |
| | +108農薬 | 3 | 1 | 1 | 11 | 14 | 7 | 1 | 1 | 2 | 1 | 0 | 2 | 5 | 2 | 2 | 16 | 8 | 4 | |
| | +166農薬 | 1 | 1 | 2 | 5 | 11 | 6 | 4 | 1 | 2 | 0 | 0 | 5 | 4 | 2 | 4 | 9 | 10 | 5 | |

表 37 絶対検量線による定量結果 平均定量率 (%)

| 試験液 | 検量線用STD | | マラチオン | | | | | | プロシモドン | | | | | | フルシトリネート | | | | | |
|-----------------------|---------|--------|-------|-----|-----|-----|-----|-----|--------|-----|-----|-----|-----|-----|----------|-----|-----|-----|-----|-----|
| | 記号 | 農薬 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 |
| | | | a | b | c | d | e | f | a | b | c | d | e | f | a | b | c | d | e | f |
| 最小限希釈 試験液(※1) | A1 | 3mix | 94 | 96 | 93 | 95 | 91 | 114 | 99 | 95 | 96 | 96 | 94 | 111 | 94 | 92 | 89 | 92 | 89 | 109 |
| | A2 | 169mix | 87 | 89 | 77 | 95 | 80 | 233 | 89 | 91 | 87 | 95 | 95 | 128 | 69 | 84 | 54 | 80 | 65 | 109 |
| 40倍希釈試験液(※2) | B1 | 3mix | 98 | 100 | 98 | 92 | 105 | 87 | 92 | 108 | 104 | 94 | 103 | 93 | 103 | 103 | 101 | 93 | 100 | 87 |
| | B2 | 169mix | 63 | 81 | 84 | 66 | 62 | 62 | 78 | 84 | 73 | 75 | 60 | 83 | 62 | 84 | 94 | 68 | 76 | 47 |
| 40倍希釈試験液 +GSBm(※3) | C1 | 3mix | 89 | 105 | 97 | 104 | 112 | 101 | 90 | 104 | 105 | 104 | 109 | 102 | 89 | 105 | 101 | 105 | 110 | 97 |
| | C2 | 169mix | 85 | 91 | 88 | 83 | 98 | 92 | 92 | 94 | 89 | 90 | 106 | 96 | 89 | 85 | 85 | 80 | 86 | 74 |
| 40倍希釈試験液 +VFJm(※3) | D1 | 3mix | 89 | 93 | 107 | 87 | 91 | 101 | 92 | 93 | 99 | 91 | 96 | 103 | 92 | 91 | 102 | 83 | 87 | 91 |
| | D2 | 169mix | 82 | 85 | 103 | 84 | 81 | 96 | 92 | 92 | 100 | 93 | 93 | 102 | 83 | 82 | 97 | 75 | 71 | 82 |
| 40倍希釈試験液 +PEG(※4) | E1 | 3mix | 89 | 93 | 93 | 89 | 88 | 97 | 95 | 88 | 94 | 98 | 95 | 101 | 89 | 110 | 95 | 92 | 88 | 100 |
| | E2 | 169mix | 82 | 82 | 94 | 77 | 71 | 91 | 87 | 96 | 94 | 94 | 93 | 96 | 64 | 73 | 98 | 71 | 63 | 73 |

(※1) 3mix 各 2000 ng/mL、GSBm 1 g/mL(機関fは3mix 各 1000 ng/mL、GSBm 0.5 g/mL)

(※2) 3mix 各 50 ng/mL、GSBm 0.025 g/mL

(※3) 機関a~eは1 g/mL、機関fは0.5 g/mL

(※4) 機関aは0.5 mg/mL、機関b~eは0.25 mg/mL、機関fは0.02 mg/mL

表 38 絶対検量線による定量結果 RSD (%)

| 試験液 | 検量線用STD | | マラチオン | | | | | | プロシモドン | | | | | | フルシトリネート | | | | | |
|-----------------------|---------|--------|-------|----|----|----|----|----|--------|----|----|----|----|----|----------|----|----|----|----|----|
| | 記号 | 農薬 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 |
| | | | a | b | c | d | e | f | a | b | c | d | e | f | a | b | c | d | e | f |
| 最小限希釈 試験液(※1) | A1 | 3mix | 4 | 0 | 13 | 2 | 1 | 8 | 5 | 3 | 12 | 2 | 1 | 8 | 3 | 2 | 15 | 2 | 2 | 6 |
| | A2 | 169mix | 6 | 2 | 2 | 2 | 2 | 4 | 4 | 2 | 2 | 2 | 1 | 2 | 7 | 1 | 6 | 2 | 2 | 3 |
| 40倍希釈試験液(※2) | B1 | 3mix | 2 | 10 | 14 | 6 | 11 | 6 | 2 | 11 | 11 | 7 | 12 | 3 | 14 | 9 | 10 | 6 | 6 | 5 |
| | B2 | 169mix | 4 | 1 | 10 | 5 | 3 | 3 | 3 | 2 | 3 | 6 | 3 | 4 | 2 | 1 | 10 | 2 | 4 | 4 |
| 40倍希釈試験液 +GSBm(※3) | C1 | 3mix | 7 | 2 | 16 | 4 | 4 | 3 | 4 | 1 | 15 | 4 | 1 | 1 | 10 | 3 | 23 | 4 | 4 | 1 |
| | C2 | 169mix | 4 | 4 | 8 | 4 | 3 | 4 | 4 | 4 | 11 | 4 | 2 | 3 | 3 | 5 | 4 | 3 | 4 | 4 |
| 40倍希釈試験液 +VFJm(※3) | D1 | 3mix | 12 | 5 | 4 | 6 | 3 | 2 | 1 | 4 | 3 | 5 | 1 | 2 | 3 | 5 | 7 | 6 | 6 | 1 |
| | D2 | 169mix | 7 | 2 | 2 | 3 | 5 | 1 | 6 | 2 | 6 | 2 | 2 | 1 | 4 | 2 | 6 | 5 | 4 | 3 |
| 40倍希釈試験液 +PEG(※4) | E1 | 3mix | 8 | 0 | 11 | 5 | 3 | 2 | 1 | 1 | 9 | 3 | 1 | 1 | 1 | 6 | 8 | 11 | 7 | 1 |
| | E2 | 169mix | 3 | 3 | 8 | 8 | 2 | 2 | 2 | 3 | 3 | 3 | 0 | 3 | 1 | 15 | 5 | 26 | 3 | 1 |

(※1) 3mix 各 2000 ng/mL、GSBm 1 g/mL(機関fは3mix 各 1000 ng/mL、GSBm 0.5 g/mL)

(※2) 3mix 各 50 ng/mL、GSBm 0.025 g/mL

(※3) 機関a~eは1 g/mL、機関fは0.5 g/mL

(※4) 機関aは0.5 mg/mL、機関b~eは0.25 mg/mL、機関fは0.02 mg/mL

表 39 TPP を IS とした相対検量線による定量結果 平均定量率 (%)

| 試験液 | 検量線用STD | | マラチオン | | | | | | プロシモドン | | | | | | フルシトリネート | | | | | |
|-----------------------|---------|--------|-------|-----|-----|-----|-----|-----|--------|-----|-----|-----|-----|-----|----------|-----|-----|-----|-----|-----|
| | 記号 | 農薬 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 |
| | | | a | b | c | d | e | f | a | b | c | d | e | f | a | b | c | d | e | f |
| 最小限希釈 試験液(※1) | A1 | 3mix | 95 | 103 | 105 | 103 | 97 | 108 | 101 | 103 | 109 | 104 | 101 | 106 | 95 | 99 | 100 | 99 | 94 | 105 |
| | A2 | 169mix | 100 | 119 | 236 | 120 | 101 | 252 | 103 | 122 | 276 | 119 | 123 | 144 | 77 | 110 | 141 | 97 | 80 | 122 |
| 40倍希釈試験液(※2) | B1 | 3mix | 102 | 98 | 93 | 100 | 96 | 89 | 92 | 106 | 98 | 101 | 94 | 95 | 105 | 101 | 95 | 100 | 91 | 88 |
| | B2 | 169mix | 77 | 120 | 101 | 133 | 183 | 95 | 99 | 125 | 101 | 167 | 173 | 133 | 77 | 124 | 111 | 139 | 260 | 63 |
| 40倍希釈試験液 +GSBm(※3) | C1 | 3mix | 95 | 100 | 91 | 102 | 100 | 95 | 96 | 98 | 97 | 101 | 96 | 96 | 94 | 101 | 91 | 103 | 99 | 91 |
| | C2 | 169mix | 90 | 105 | 109 | 91 | 91 | 100 | 98 | 109 | 109 | 99 | 98 | 105 | 94 | 96 | 101 | 88 | 81 | 79 |
| 40倍希釈試験液 +VFJm(※3) | D1 | 3mix | 90 | 100 | 109 | 96 | 97 | 100 | 94 | 101 | 102 | 100 | 102 | 102 | 94 | 97 | 104 | 91 | 92 | 90 |
| | D2 | 169mix | 88 | 93 | 112 | 93 | 89 | 98 | 99 | 102 | 110 | 105 | 103 | 103 | 89 | 90 | 106 | 82 | 77 | 82 |
| 40倍希釈試験液 +PEG(※4) | E1 | 3mix | 96 | 105 | 101 | 92 | 92 | 96 | 101 | 99 | 101 | 102 | 100 | 100 | 96 | 128 | 103 | 95 | 93 | 98 |
| | E2 | 169mix | 91 | 87 | 109 | 85 | 78 | 93 | 99 | 104 | 109 | 106 | 104 | 98 | 72 | 76 | 107 | 77 | 67 | 74 |

(※1)3mix 各 2000 ng/mL、GSBm 1 g/mL(機関fは3mix 各 1000 ng/mL、GSBm 0.5 g/mL)

(※2)3mix 各 50 ng/mL、GSBm 0.025 g/mL

(※3)機関a~eは1 g/mL、機関fは0.5 g/mL

(※4)機関aは0.5 mg/mL、機関b~eは0.25 mg/mL、機関fは0.02 mg/mL

表 40 TPP を IS とした相対検量線による定量結果 RSD (%)

| 試験液 | 検量線用STD | | マラチオン | | | | | | プロシモドン | | | | | | フルシトリネート | | | | | |
|-----------------------|---------|--------|-------|----|----|----|----|----|--------|----|----|----|----|----|----------|----|----|----|----|----|
| | 記号 | 農薬 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 |
| | | | a | b | c | d | e | f | a | b | c | d | e | f | a | b | c | d | e | f |
| 最小限希釈 試験液(※1) | A1 | 3mix | 1 | 4 | 4 | 1 | 0 | 2 | 2 | 2 | 2 | 1 | 1 | 1 | 0 | 6 | 7 | 0 | 1 | 3 |
| | A2 | 169mix | 1 | 2 | 1 | 0 | 0 | 2 | 3 | 2 | 2 | 0 | 1 | 1 | 3 | 1 | 6 | 0 | 0 | 2 |
| 40倍希釈試験液(※2) | B1 | 3mix | 7 | 2 | 8 | 1 | 3 | 1 | 3 | 11 | 11 | 0 | 2 | 4 | 9 | 3 | 12 | 2 | 7 | 3 |
| | B2 | 169mix | 2 | 2 | 5 | 1 | 1 | 3 | 3 | 1 | 8 | 2 | 1 | 5 | 2 | 3 | 3 | 5 | 5 | 1 |
| 40倍希釈試験液 +GSBm(※3) | C1 | 3mix | 9 | 2 | 10 | 1 | 3 | 1 | 5 | 1 | 10 | 1 | 1 | 2 | 10 | 4 | 2 | 1 | 3 | 3 |
| | C2 | 169mix | 5 | 1 | 2 | 0 | 0 | 4 | 2 | 2 | 7 | 1 | 0 | 2 | 5 | 2 | 2 | 1 | 2 | 2 |
| 40倍希釈試験液 +VFJm(※3) | D1 | 3mix | 11 | 3 | 3 | 2 | 2 | 5 | 3 | 3 | 4 | 0 | 0 | 3 | 1 | 3 | 3 | 2 | 6 | 4 |
| | D2 | 169mix | 6 | 4 | 10 | 1 | 3 | 2 | 4 | 4 | 7 | 1 | 0 | 2 | 2 | 3 | 8 | 3 | 3 | 2 |
| 40倍希釈試験液 +PEG(※4) | E1 | 3mix | 9 | 2 | 5 | 1 | 3 | 1 | 3 | 1 | 7 | 1 | 0 | 1 | 2 | 4 | 1 | 10 | 6 | 1 |
| | E2 | 169mix | 3 | 4 | 4 | 5 | 1 | 2 | 4 | 4 | 9 | 3 | 1 | 0 | 1 | 11 | 7 | 24 | 3 | 2 |

(※1)3mix 各 2000 ng/mL、GSBm 1 g/mL(機関fは3mix 各 1000 ng/mL、GSBm 0.5 g/mL)

(※2)3mix 各 50 ng/mL、GSBm 0.025 g/mL

(※3)機関a~eは1 g/mL、機関fは0.5 g/mL

(※4)機関aは0.5 mg/mL、機関b~eは0.25 mg/mL、機関fは0.02 mg/mL

表 41 PHN-d10 を IS とした相対検量線による定量結果 平均定量率 (%)

| 試験液 | 検量線用STD | | マラチオン | | | | | | プロシミドン | | | | | | フルシトリネート | | | | | |
|-----------------------|---------|--------|-------|-----|-----|-----|-----|-----|--------|-----|-----|-----|-----|-----|----------|-----|-----|-----|-----|-----|
| | 記号 | 農薬 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 |
| | | | a | b | c | d | e | f | a | b | c | d | e | f | a | b | c | d | e | f |
| 最小限希釈 試験液(※1) | A1 | 3mix | 96 | 102 | 97 | 102 | 97 | 105 | 102 | 102 | 101 | 104 | 101 | 103 | 96 | 98 | 93 | 98 | 94 | 102 |
| | A2 | 169mix | 92 | 96 | 104 | 103 | 82 | 204 | 94 | 99 | 119 | 103 | 98 | 118 | 72 | 91 | 69 | 85 | 66 | 101 |
| 40倍希釈試験液(※2) | B1 | 3mix | 103 | 102 | 96 | 95 | 100 | 89 | 95 | 110 | 101 | 97 | 98 | 95 | 108 | 105 | 98 | 96 | 95 | 88 |
| | B2 | 169mix | 71 | 88 | 74 | 69 | 77 | 68 | 90 | 91 | 85 | 80 | 74 | 91 | 70 | 91 | 81 | 72 | 97 | 50 |
| 40倍希釈試験液 +GSBm(※3) | C1 | 3mix | 93 | 105 | 97 | 104 | 105 | 97 | 94 | 104 | 103 | 103 | 103 | 98 | 93 | 106 | 95 | 105 | 104 | 93 |
| | C2 | 169mix | 89 | 103 | 101 | 89 | 91 | 93 | 97 | 106 | 101 | 96 | 98 | 97 | 94 | 94 | 95 | 85 | 80 | 74 |
| 40倍希釈試験液 +VFJm(※3) | D1 | 3mix | 90 | 98 | 102 | 93 | 97 | 99 | 94 | 99 | 95 | 97 | 102 | 101 | 94 | 96 | 96 | 88 | 92 | 89 |
| | D2 | 169mix | 85 | 89 | 109 | 87 | 85 | 94 | 96 | 97 | 108 | 98 | 98 | 100 | 87 | 86 | 103 | 77 | 74 | 80 |
| 40倍希釈試験液 +PEG(※4) | E1 | 3mix | 92 | 100 | 99 | 91 | 93 | 97 | 97 | 94 | 100 | 100 | 100 | 101 | 92 | 120 | 101 | 93 | 93 | 99 |
| | E2 | 169mix | 87 | 86 | 92 | 81 | 76 | 92 | 93 | 102 | 92 | 99 | 101 | 96 | 68 | 76 | 97 | 74 | 66 | 73 |

(※1)3mix 各 2000 ng/mL、GSBm 1 g/mL(機関fは3mix 各 1000 ng/mL、GSBm 0.5 g/mL)

(※2)3mix 各 50 ng/mL、GSBm 0.025 g/mL

(※3)機関a~eは1 g/mL、機関fは0.5 g/mL

(※4)機関aは0.5 mg/mL、機関b~eは0.25 mg/mL、機関fは0.02 mg/mL

表 42 PHN-d10 を IS とした相対検量線による定量結果 RSD (%)

| 試験液 | 検量線用STD | | マラチオン | | | | | | プロシミドン | | | | | | フルシトリネート | | | | | |
|-----------------------|---------|--------|-------|----|----|----|----|----|--------|----|----|----|----|----|----------|----|----|----|----|----|
| | 記号 | 農薬 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 | 機関 |
| | | | a | b | c | d | e | f | a | b | c | d | e | f | a | b | c | d | e | f |
| 最小限希釈 試験液(※1) | A1 | 3mix | 1 | 3 | 1 | 1 | 1 | 4 | 1 | 4 | 1 | 1 | 0 | 5 | 1 | 3 | 4 | 1 | 2 | 2 |
| | A2 | 169mix | 0 | 1 | 2 | 0 | 1 | 1 | 3 | 1 | 3 | 0 | 0 | 1 | 2 | 1 | 3 | 0 | 1 | 1 |
| 40倍希釈試験液(※2) | B1 | 3mix | 6 | 3 | 2 | 1 | 1 | 4 | 2 | 11 | 3 | 1 | 3 | 0 | 10 | 3 | 4 | 1 | 4 | 5 |
| | B2 | 169mix | 3 | 1 | 8 | 1 | 1 | 1 | 1 | 2 | 8 | 1 | 1 | 1 | 3 | 0 | 10 | 4 | 4 | 2 |
| 40倍希釈試験液 +GSBm(※3) | C1 | 3mix | 8 | 3 | 17 | 1 | 3 | 3 | 4 | 5 | 16 | 1 | 0 | 2 | 10 | 1 | 9 | 1 | 4 | 1 |
| | C2 | 169mix | 3 | 2 | 2 | 1 | 1 | 3 | 5 | 2 | 5 | 0 | 0 | 1 | 4 | 2 | 6 | 1 | 2 | 1 |
| 40倍希釈試験液 +VFJm(※3) | D1 | 3mix | 12 | 3 | 0 | 1 | 2 | 2 | 1 | 1 | 2 | 1 | 0 | 0 | 1 | 2 | 3 | 2 | 6 | 1 |
| | D2 | 169mix | 6 | 5 | 5 | 0 | 3 | 2 | 3 | 6 | 1 | 1 | 0 | 2 | 1 | 3 | 4 | 3 | 2 | 5 |
| 40倍希釈試験液 +PEG(※4) | E1 | 3mix | 5 | 2 | 6 | 2 | 3 | 2 | 2 | 2 | 10 | 0 | 0 | 3 | 2 | 8 | 11 | 10 | 6 | 2 |
| | E2 | 169mix | 2 | 5 | 6 | 6 | 1 | 0 | 6 | 3 | 3 | 1 | 0 | 2 | 3 | 16 | 4 | 24 | 3 | 0 |

(※1)3mix 各 2000 ng/mL、GSBm 1 g/mL(機関fは3mix 各 1000 ng/mL、GSBm 0.5 g/mL)

(※2)3mix 各 50 ng/mL、GSBm 0.025 g/mL

(※3)機関a~eは1 g/mL、機関fは0.5 g/mL

(※4)機関aは0.5 mg/mL、機関b~eは0.25 mg/mL、機関fは0.02 mg/mL

表 43 検量線の傾き比 ([Slope 169mix]/[Slope 3mix])

| 検量線の 種類 | 実験 | マラチオン | | | | | | プロシドン | | | | | | フルシトリネート | | | | | |
|------------------------|----|-------|------|------|------|------|------|-------|------|------|------|------|------|----------|------|------|------|------|------|
| | | 機関a | 機関b | 機関c | 機関d | 機関e | 機関f | 機関a | 機関b | 機関c | 機関d | 機関e | 機関f | 機関a | 機関b | 機関c | 機関d | 機関e | 機関f |
| 絶対 | A | 1.13 | 0.90 | 0.86 | 1.13 | 1.18 | 0.41 | 1.01 | 0.97 | 0.87 | 1.18 | 0.98 | 0.66 | 1.45 | 1.01 | 1.34 | 1.45 | 1.48 | 0.74 |
| | B | 1.56 | 1.12 | 0.62 | 2.29 | 1.82 | 1.53 | 1.19 | 1.19 | 0.47 | 1.71 | 1.75 | 1.19 | 1.13 | 1.18 | 0.73 | 2.19 | 1.41 | 2.73 |
| | C | 1.13 | 1.26 | 0.53 | 1.02 | 1.39 | 1.11 | 0.97 | 1.17 | 0.69 | 1.01 | 1.04 | 1.08 | 1.08 | 1.44 | 1.01 | 1.11 | 1.77 | 1.44 |
| | D | 1.06 | 1.20 | 0.82 | 1.37 | 1.26 | 1.01 | 0.99 | 1.06 | 0.83 | 1.16 | 1.09 | 1.00 | 1.14 | 1.30 | 1.09 | 1.69 | 1.43 | 1.16 |
| | E | 1.39 | 1.22 | 1.26 | 1.40 | 1.41 | 1.01 | 0.97 | 0.98 | 1.13 | 1.07 | 1.07 | 1.04 | 1.76 | 1.94 | 1.12 | 1.22 | 2.06 | 1.34 |
| 相対 (IS:TPP) | A | 0.82 | 0.71 | 0.47 | 0.77 | 0.97 | 0.44 | 0.73 | 0.77 | 0.48 | 0.81 | 0.81 | 0.70 | 1.06 | 0.79 | 0.73 | 1.00 | 1.22 | 0.77 |
| | B | 1.34 | 0.84 | 1.07 | 0.69 | 0.54 | 0.85 | 1.00 | 0.89 | 0.71 | 0.50 | 0.53 | 0.66 | 0.96 | 0.88 | 1.27 | 0.66 | 0.40 | 1.53 |
| | C | 1.10 | 1.01 | 0.92 | 1.10 | 1.25 | 0.92 | 0.94 | 0.94 | 1.18 | 1.08 | 0.93 | 0.89 | 1.05 | 1.15 | 1.72 | 1.19 | 1.58 | 1.19 |
| | D | 1.03 | 1.08 | 0.71 | 1.07 | 1.17 | 1.00 | 0.96 | 0.95 | 0.71 | 0.91 | 1.01 | 0.99 | 1.10 | 1.17 | 0.92 | 1.32 | 1.32 | 1.15 |
| | E | 1.27 | 1.08 | 0.71 | 1.26 | 1.26 | 0.96 | 0.88 | 0.87 | 0.63 | 0.95 | 0.96 | 0.99 | 1.60 | 1.71 | 0.69 | 1.10 | 1.84 | 1.27 |
| 相対 (IS:PHN- d10) | A | 1.09 | 1.05 | 0.75 | 0.97 | 1.32 | 0.52 | 0.97 | 1.13 | 0.76 | 1.02 | 1.08 | 0.83 | 1.40 | 1.17 | 1.18 | 1.25 | 1.67 | 0.92 |
| | B | 1.41 | 1.00 | 1.63 | 1.65 | 1.34 | 1.35 | 1.06 | 1.07 | 0.92 | 1.22 | 1.29 | 1.05 | 1.01 | 1.06 | 1.97 | 1.58 | 1.03 | 2.41 |
| | C | 1.12 | 1.14 | 0.88 | 1.12 | 1.42 | 1.06 | 0.96 | 1.05 | 1.14 | 1.11 | 1.06 | 1.03 | 1.07 | 1.30 | 1.64 | 1.22 | 1.80 | 1.37 |
| | D | 1.05 | 1.14 | 1.06 | 1.16 | 1.25 | 1.04 | 0.99 | 1.01 | 1.06 | 0.99 | 1.08 | 1.03 | 1.14 | 1.23 | 1.38 | 1.44 | 1.41 | 1.19 |
| | E | 1.32 | 1.20 | 1.00 | 1.32 | 1.34 | 1.02 | 0.91 | 0.97 | 0.88 | 1.00 | 1.02 | 1.05 | 1.66 | 1.90 | 0.92 | 1.16 | 1.95 | 1.35 |

表 44 検量線の傾き比 ([Slope 169mix]/[Slope 3mix]) を 4 つのカテゴリーで分類した結果

| 検量線の種類 | 実験 | マラチオン | | | | | | プロシミドン | | | | | | フルシトリネート | | | | | |
|--------------------|----|-------|-----|-----|-----|-----|-----|--------|-----|-----|-----|-----|-----|----------|-----|-----|-----|-----|-----|
| | | 機関a | 機関b | 機関c | 機関d | 機関e | 機関f | 機関a | 機関b | 機関c | 機関d | 機関e | 機関f | 機関a | 機関b | 機関c | 機関d | 機関e | 機関f |
| 絶対 | A | III | II | IV | III | III | IV | I | II | IV | III | II | IV | III | I | III | III | III | IV |
| | B | III | III | IV | III | III | III | III | III | IV | III | III | III | III | III | IV | III | III | III |
| | C | III | III | IV | I | III | III | II | III | IV | I | I | I | I | III | I | III | III | III |
| | D | I | III | IV | III | III | I | II | I | IV | III | I | II | III | III | I | III | III | III |
| | E | III | III | III | III | III | I | II | II | III | I | I | I | III | III | III | III | III | III |
| 相対 (IS:TPP) | A | IV | IV | IV | IV | II | IV | IV | IV | IV | IV | IV | IV | I | IV | IV | II | III | IV |
| | B | III | IV | I | IV | IV | IV | II | IV | IV | IV | IV | IV | II | IV | III | IV | IV | III |
| | C | I | I | II | I | III | II | II | II | III | I | II | IV | I | III | III | III | III | III |
| | D | I | I | IV | I | III | II | II | II | IV | II | I | II | III | III | II | III | III | III |
| | E | III | I | IV | III | III | II | IV | IV | IV | II | II | II | III | III | IV | III | III | III |
| 相対 (IS:PHN-d10) | A | I | I | IV | II | III | IV | II | III | IV | I | I | IV | III | III | III | III | III | II |
| | B | III | I | III | III | III | III | I | I | II | III | III | I | I | I | III | III | III | III |
| | C | III | III | IV | III | III | I | II | I | III | III | I | I | I | III | III | III | III | III |
| | D | I | III | I | III | III | I | II | I | I | II | I | I | III | III | III | III | III | III |
| | E | III | III | II | III | III | I | II | II | IV | I | I | I | III | III | II | III | III | III |

I: $1.0 \leq [\text{Slope } 169\text{mix}]/[\text{Slope } 3\text{mix}] \leq 1.1$
 II: $0.9 \leq [\text{Slope } 169\text{mix}]/[\text{Slope } 3\text{mix}] < 1.0$
 III: $1.1 < [\text{Slope } 169\text{mix}]/[\text{Slope } 3\text{mix}]$
 IV: $[\text{Slope } 169\text{mix}]/[\text{Slope } 3\text{mix}] < 0.9$

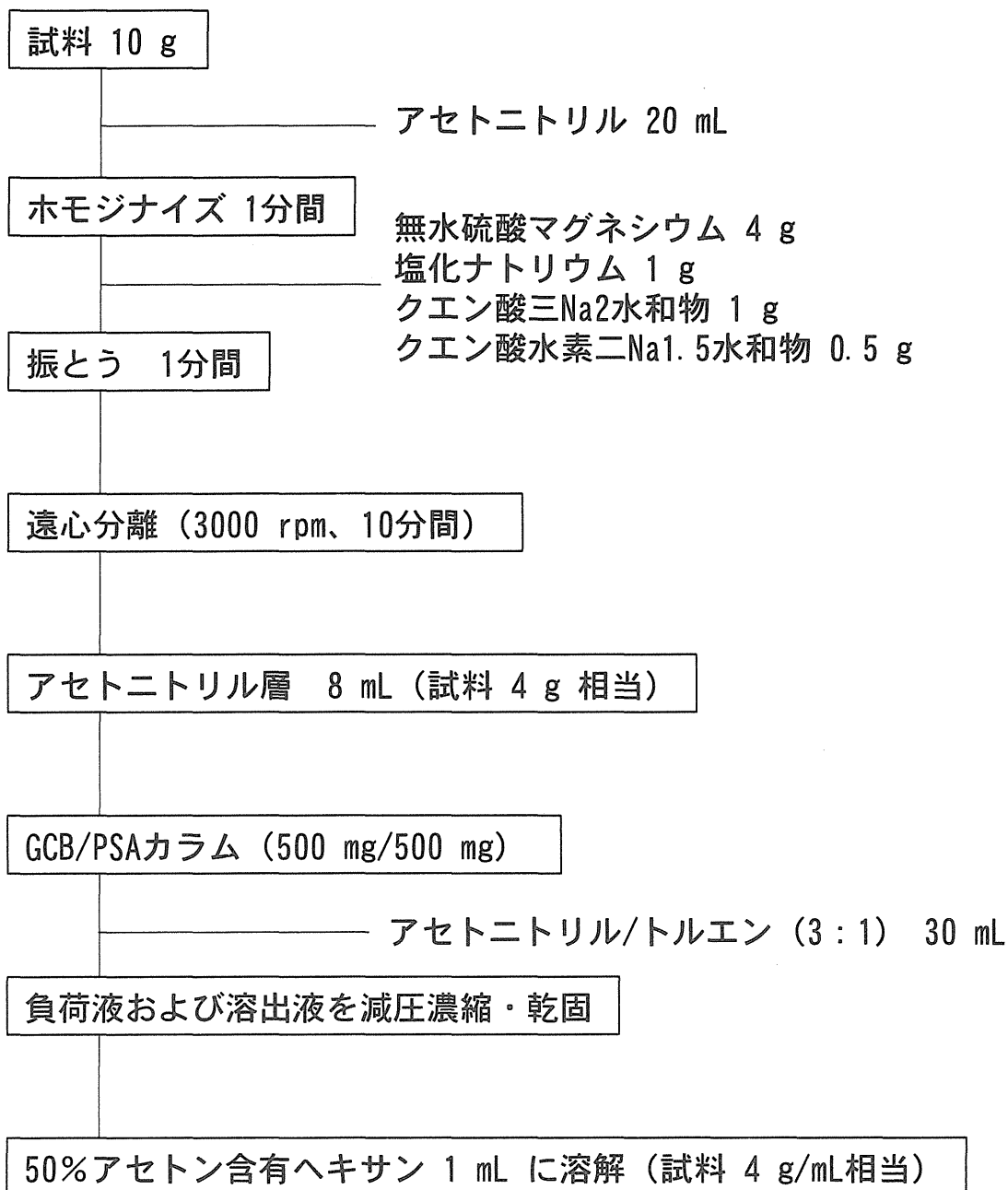


図1 大阪府の試料の抽出精製液の調製方法

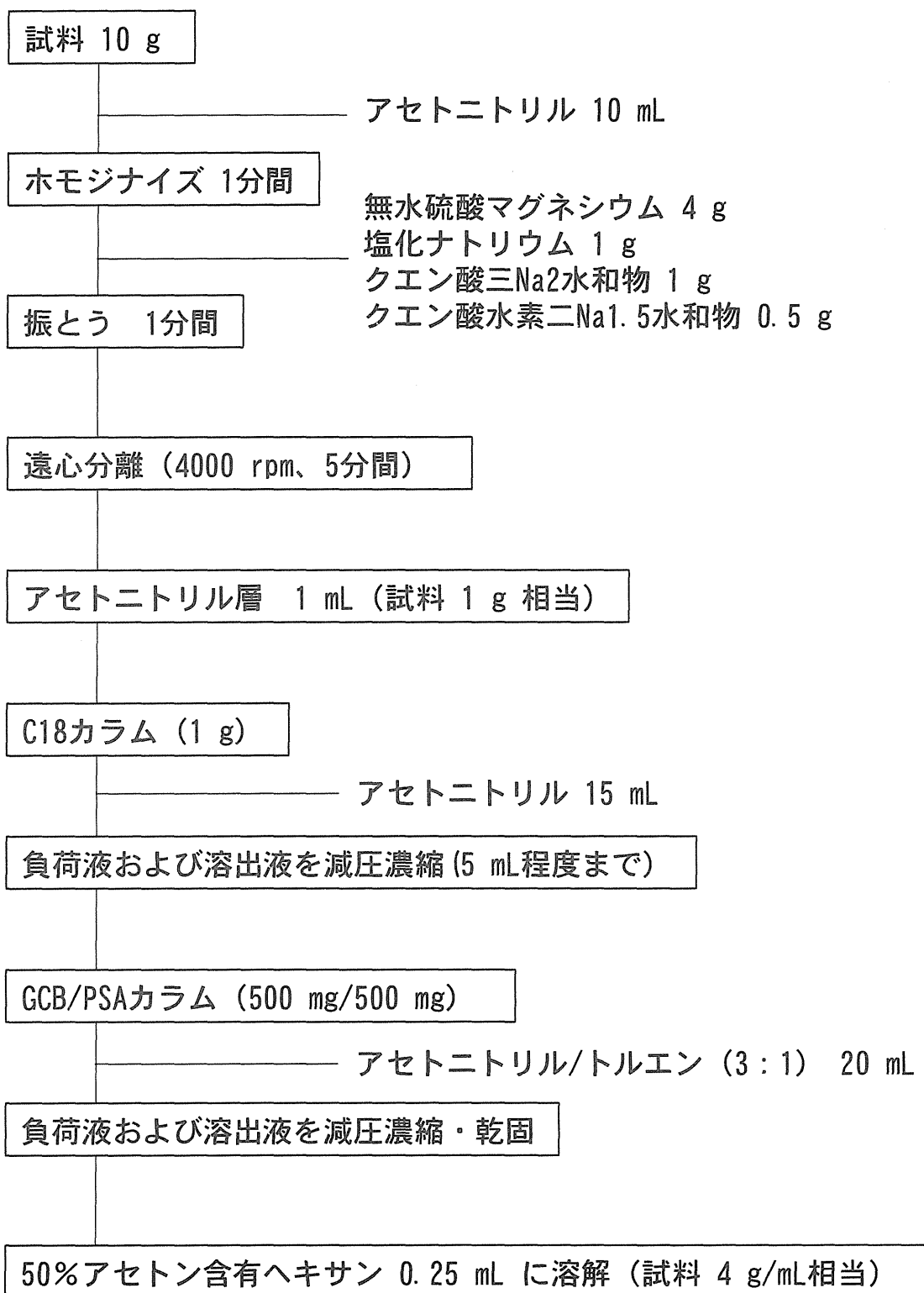


図2 機関 a の試料の抽出精製液の調製方法

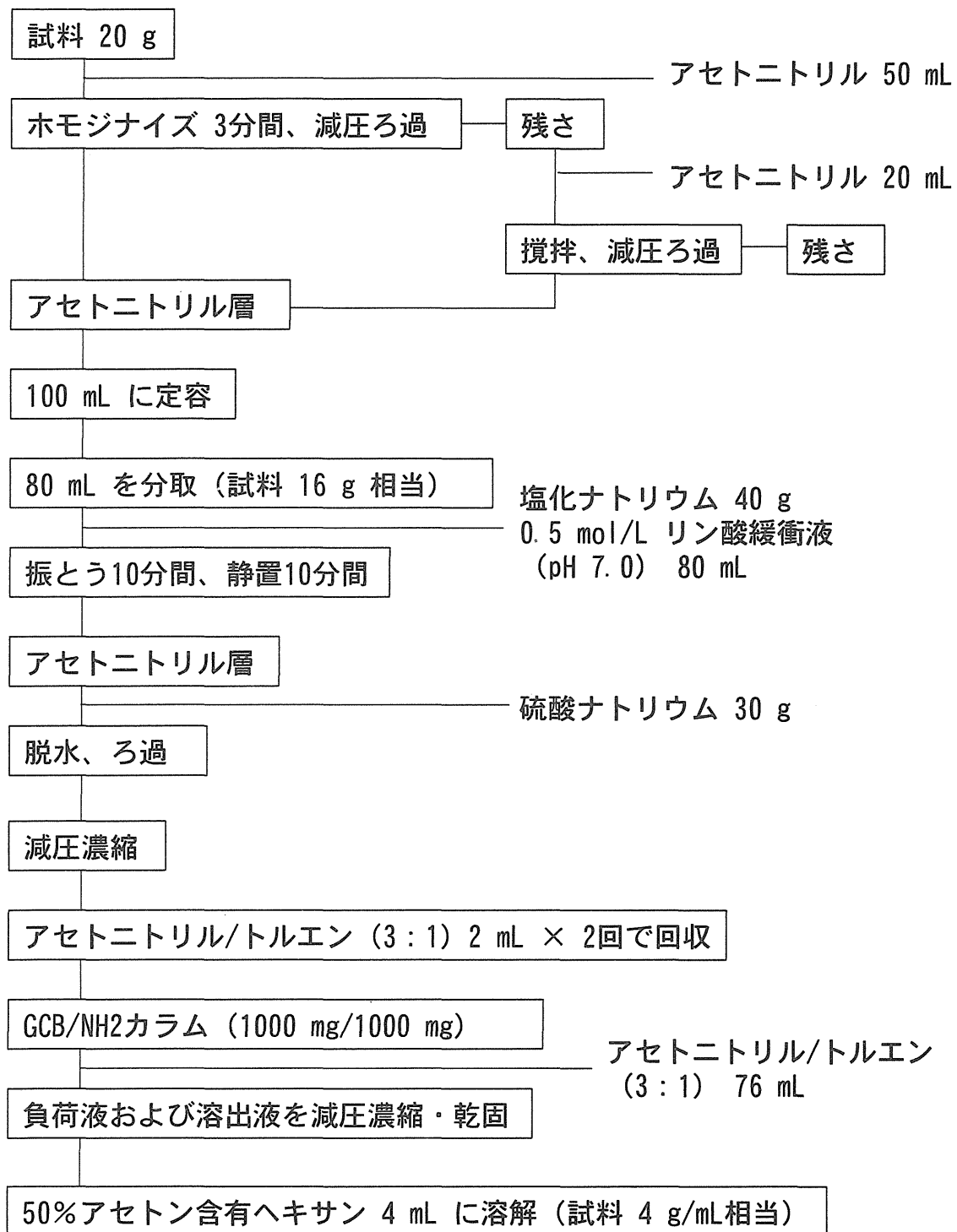


図3 機関bの試料の抽出精製液の調製方法

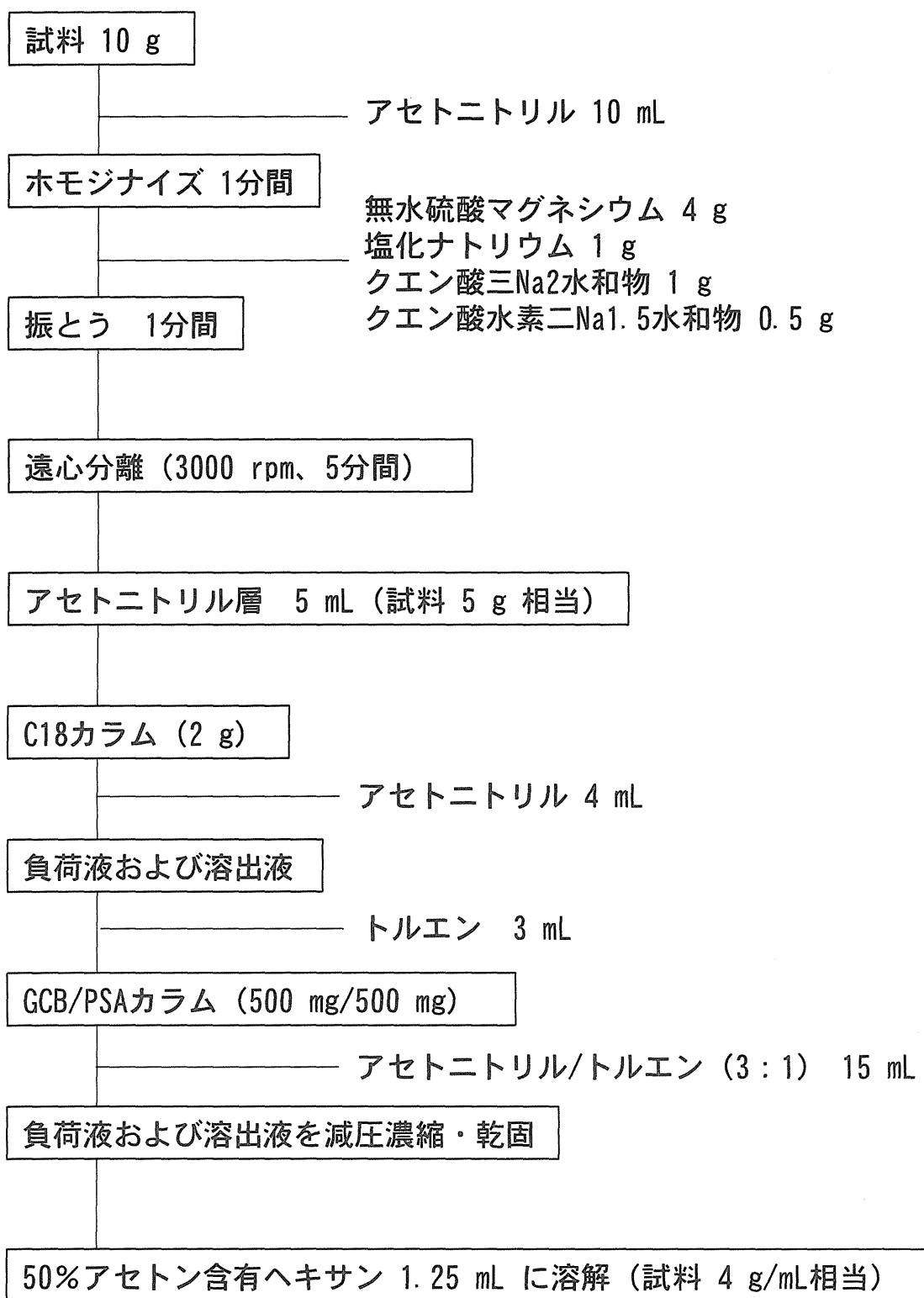


図 4 機関 c の試料の抽出精製液の調製方法

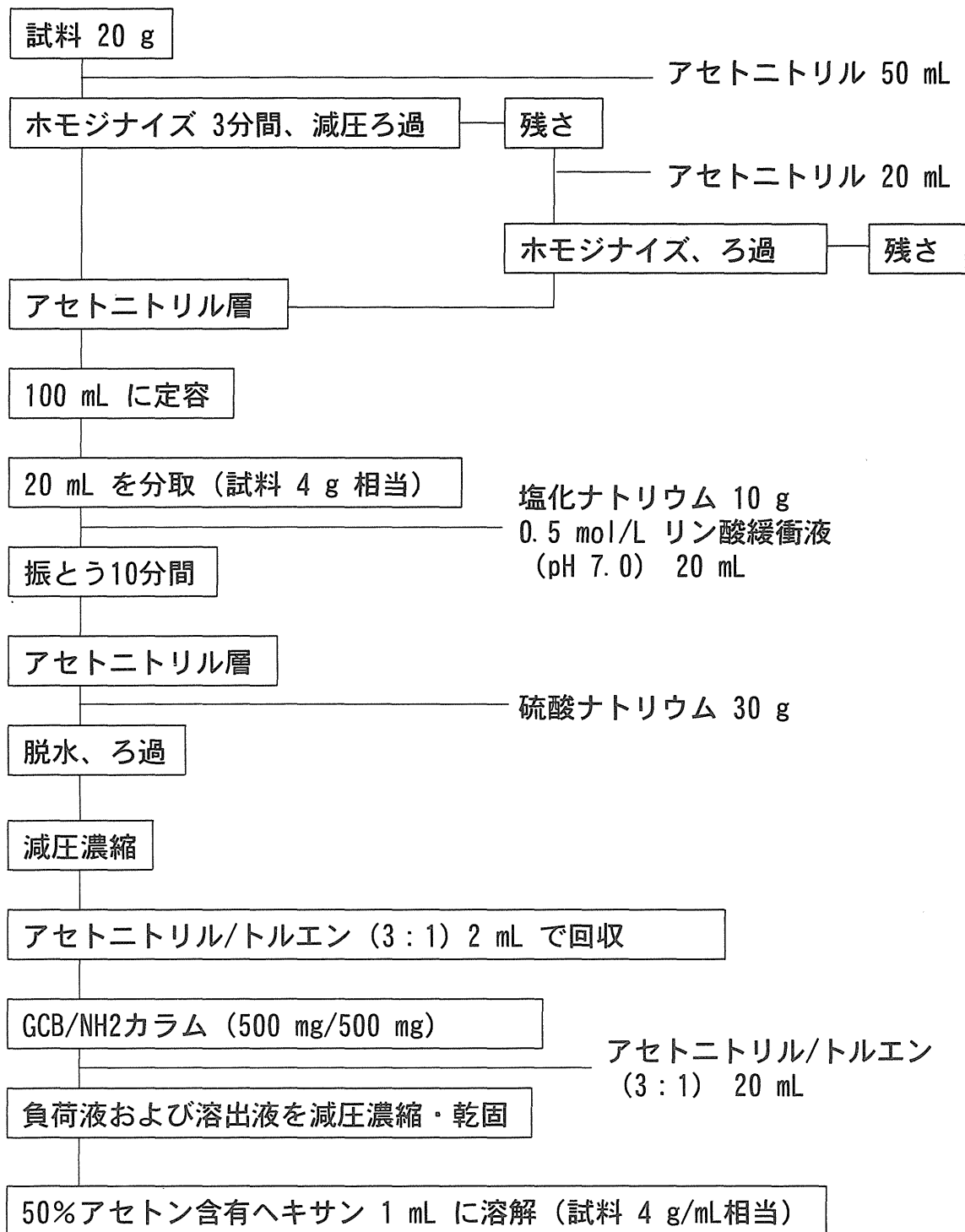


図 5 機関 d の試料の抽出精製液の調製方法

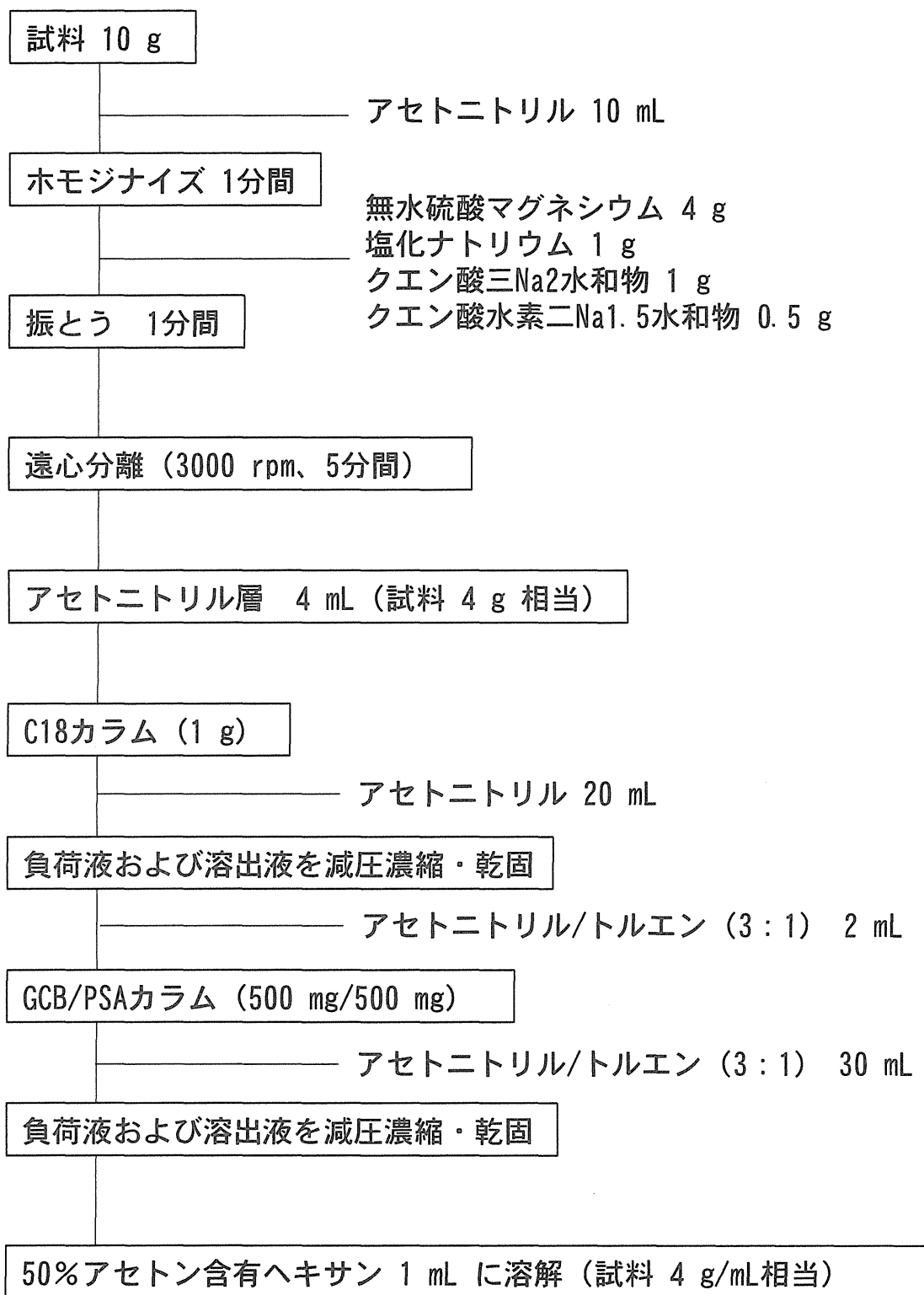


図 6 機関 e の試料の抽出精製液の調製方法

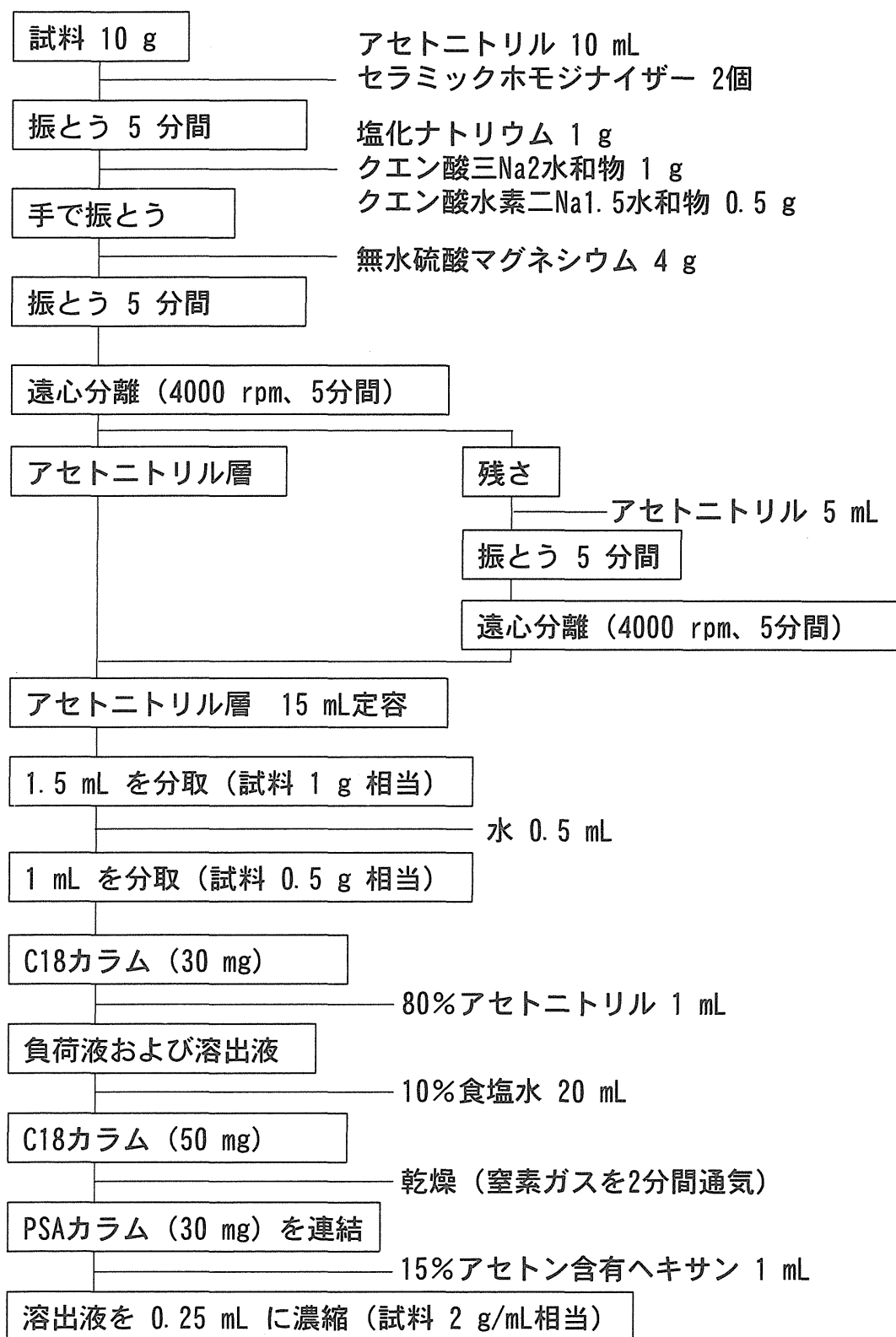


図 7 機関 f の試料の抽出精製液の調製方法

| A | B | C | D | E | F | G | H | I | J | K | L | | | | | | | |
|----|---------------------------|--------------------------------|-----------|---------------|---|----------------------|---------------------------|------|---|---------------|-------|-------|------------|-------------------|--|--------|--|--|
| 1 | 研究機関名 (| | 機関名選択メニュー | | | | | | | | | | | | | | | |
| 2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 3 | 確認事項 | 通常の行政検査で「えだまめ」試料をスクリーニング分析する際の | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 4 | | GC-MS(/MS) 測定試験液中の試料濃度をご記入ください | | | | | 1 | g/mL | | | | | | | | | | |
| 5 | | その際のGC注入量をご記入ください | | | | | 1 | μL | | | | | | | | | | |
| 6 | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 7 | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 8 | 実験Aの試験溶液調製濃度(自動計算) | | | | | 実験B~Eの試験溶液調製濃度(自動計算) | | | | | | | | | | | | |
| 9 | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 10 | 試験液濃度 | 1 | g/mL | ※1g/mLが上限です | | | | | | | 試験液濃度 | 0.025 | g/mL | ※固定値(0.025g/mL)です | | | | |
| 11 | GC注入量 | 1 | μL | | | | | | | | GC注入量 | 1 | μL | | | | | |
| 12 | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 13 | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 14 | 1) ブランク試験液 | | | 最終試験溶液濃度 | | | 1) 希釈ブランク試験液 | | | 最終試験溶液濃度 | | | | | | | | |
| 15 | 4 g/mLの試験液を調製 | | | → | | | 1 g/mL | | | → | | | 0.025 g/mL | | | | | |
| 16 | 2) 添加用標準溶液(3Mix) | | | | | | 2) 添加用標準溶液(3Mix) | | | | | | | | | | | |
| 17 | 8000 ppb溶液を調製 | | | → | | | 2000 ppb | | | → | | | 50 ppb | | | | | |
| 18 | 3) 検量線 | | | | | | 3) 検量線 | | | | | | | | | | | |
| 19 | 1600 ppb | | | → | | | 400 ppb | | | → | | | 10 ppb | | | | | |
| 20 | 3200 ppb | | | → | | | 800 ppb | | | → | | | 20 ppb | | | | | |
| 21 | 8000 ppb | | | → | | | 2000 ppb | | | → | | | 50 ppb | | | | | |
| 22 | 12000 ppb | | | → | | | 3000 ppb | | | → | | | 75 ppb | | | | | |
| 23 | 16000 ppb | | | → | | | 4000 ppb | | | → | | | 100 ppb | | | | | |
| 24 | の5点検量線を調製 | | | | | | の5点検量線を調製 | | | | | | | | | | | |
| 25 | 4) ISmix溶液(PHN-d10, TPP) | | | ※固定値(50ppb)です | | | 4) ISmix溶液(PHN-d10, TPP) | | | ※固定値(50ppb)です | | | | | | | | |
| 26 | 200 ppb溶液を調製 | | | → | | | 50 ppb | | | → | | | 50 ppb | | | | | |
| 27 | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 28 | 5) PEG溶液 | | | ※注入量500ng相当 | | | 5) PEG溶液 | | | ※注入量500ng相当 | | | | | | | | |
| 29 | 2000 ppm溶液を調製 | | | → | | | 500 ppm | | | → | | | 500 ppm | | | | | |
| 30 | 6) 補助マトリックス溶液(GSBm, VFJm) | | | | | | 6) 補助マトリックス溶液(GSBm, VFJm) | | | | | | → | | | 1 g/mL | | |

図8 各協力機関に配布した計算シート

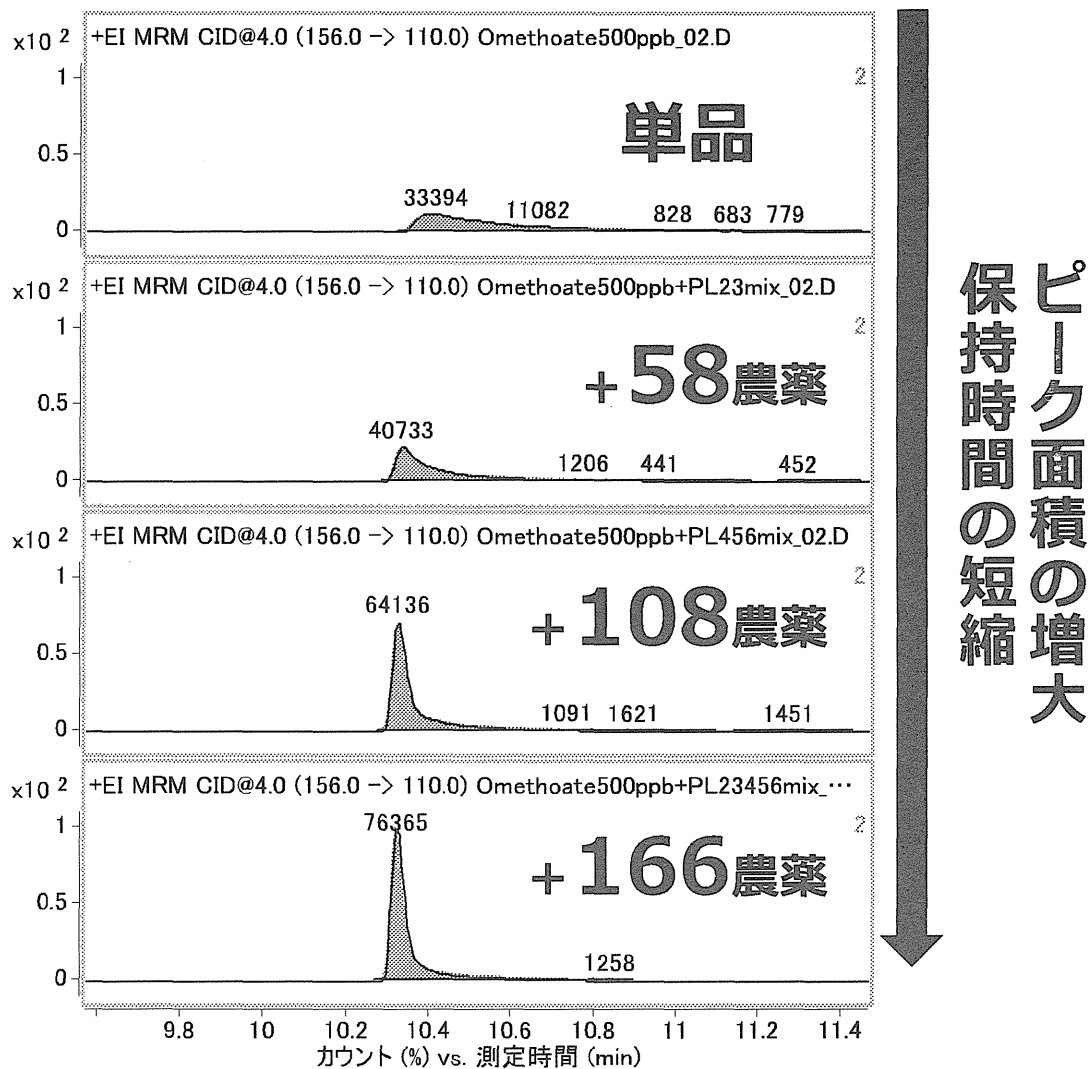
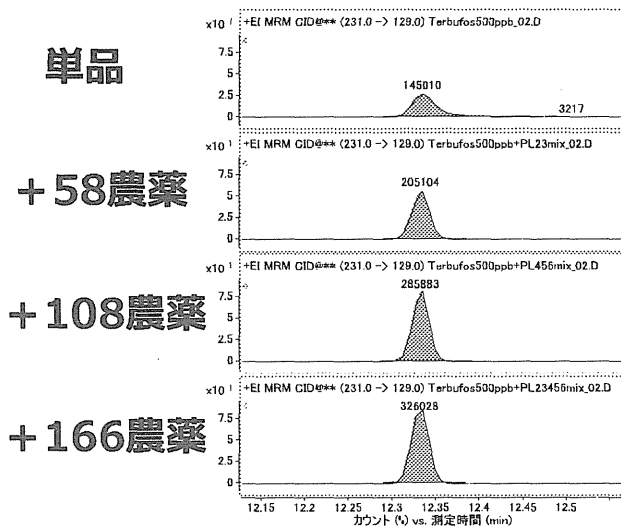


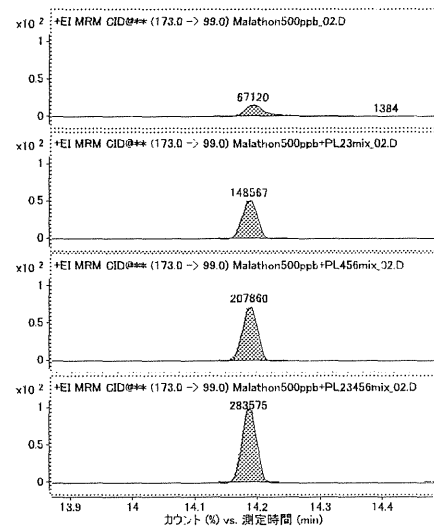
図9 共存農薬数の増加によるオメトエートのピーク面積および保持時間の変化（大阪府の事前検討1の結果、各500 ng/mL）

（上段から順にオメトエート単品、オメトエート+58農薬（PL2・3）、+108農薬（PL4～6）、+166農薬（PL2～6）、いずれも500 ng/mLの4種ISを含む50%A/H溶液）

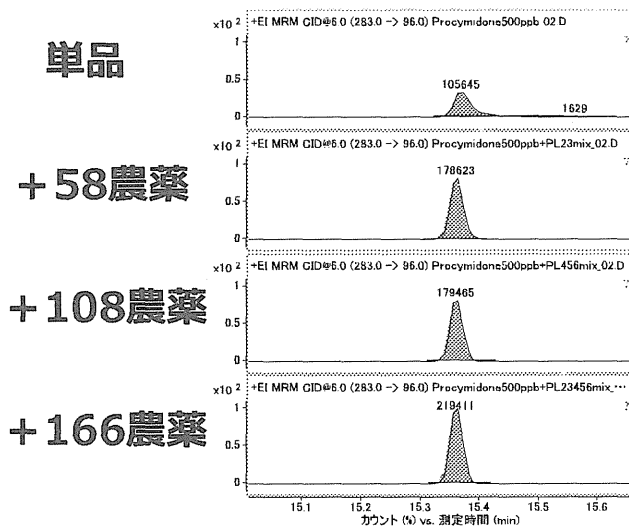
テルブホス



マラチオン



プロシミドン



ペルメトリン

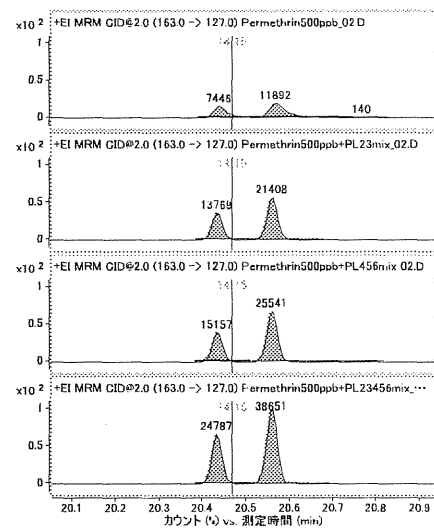


図 10 共存農薬数の増加による 4 種類の評価対象農薬のピーク面積の変化

(大阪府の事前検討 1 の結果、各 500 ng/mL)

(上段から順に評価対象農薬単品、評価対象農薬+58 農薬、+108 農薬、+166 農薬、

いずれも 500 ng/mL の 4 種 IS を含む 50%A/H 溶液)

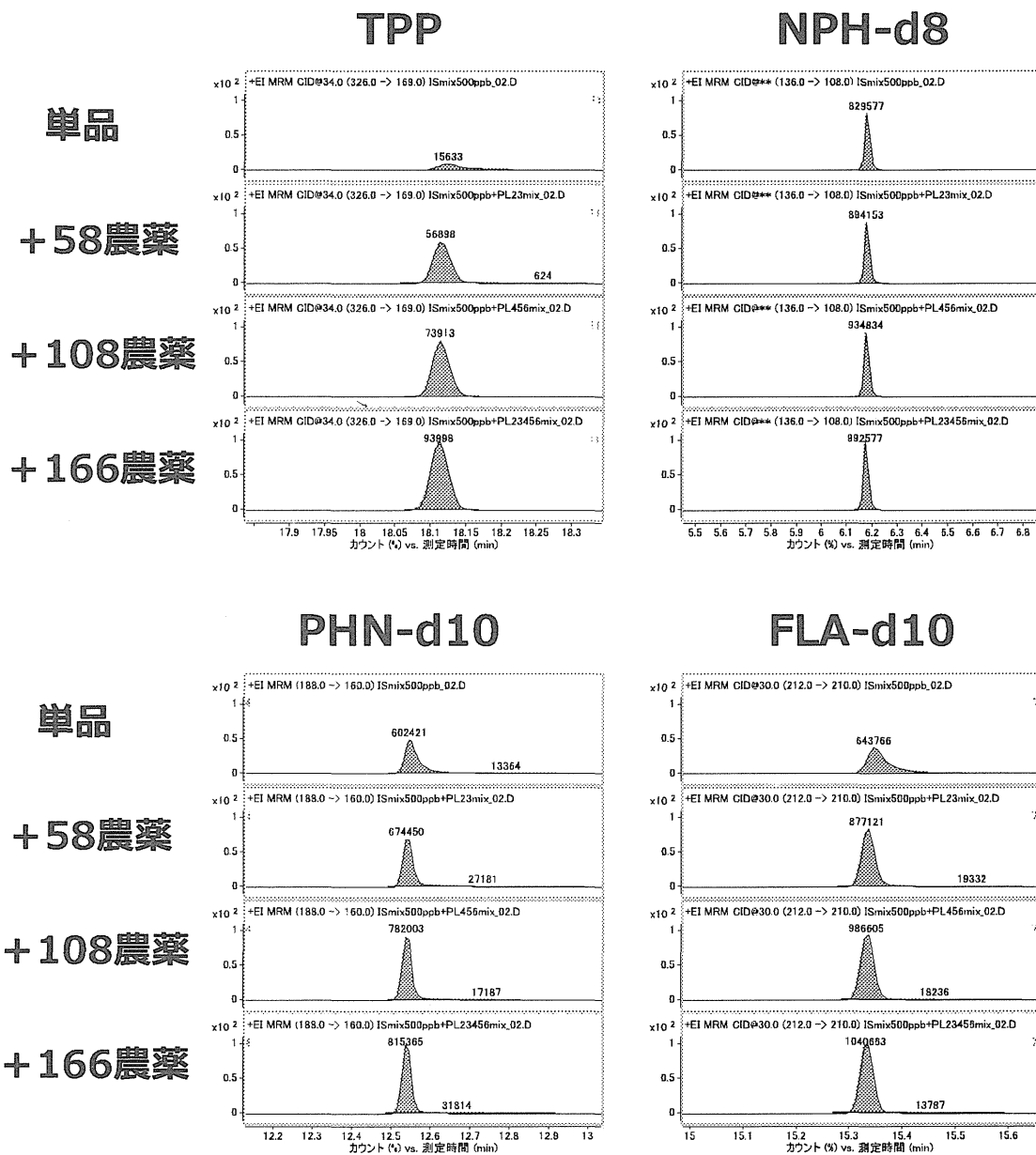


図 11 共存農薬数の増加による 4 種類の内標準物質のピーク面積の変化
(大阪府の事前検討 1 の結果、各 500 ng/mL)

(上段から順に内標準物質単品、内標準物質+58 農薬、+108 農薬、+166 農薬、いずれも 50%A/H 溶液)

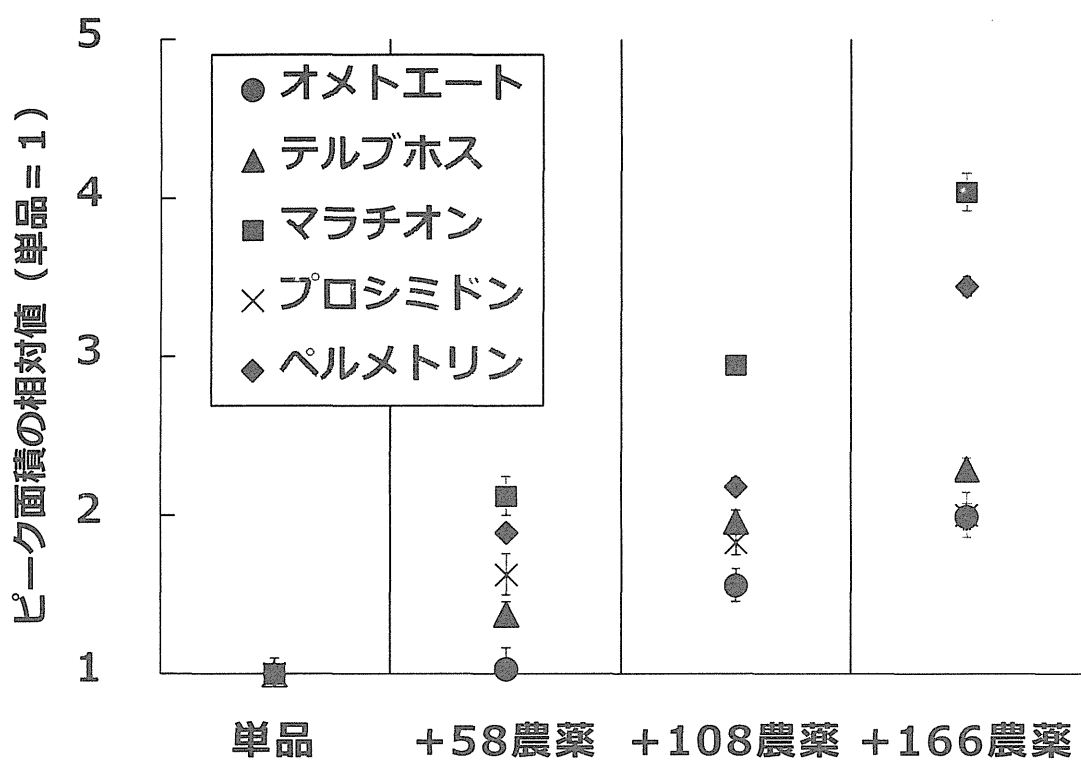


図 12 共存農薬数が異なる溶媒標準溶液における 5 種類の評価対象農薬のピーク面積の比較 (大阪府の事前検討 1 の結果、各 500 ng/mL、 $n = 3$)
 左から順に評価対象農薬単品、評価対象農薬+58 農薬、+108 農薬、+166 農薬、いずれも 500 ng/mL の 4 種 IS を含む 50%A/H 溶液

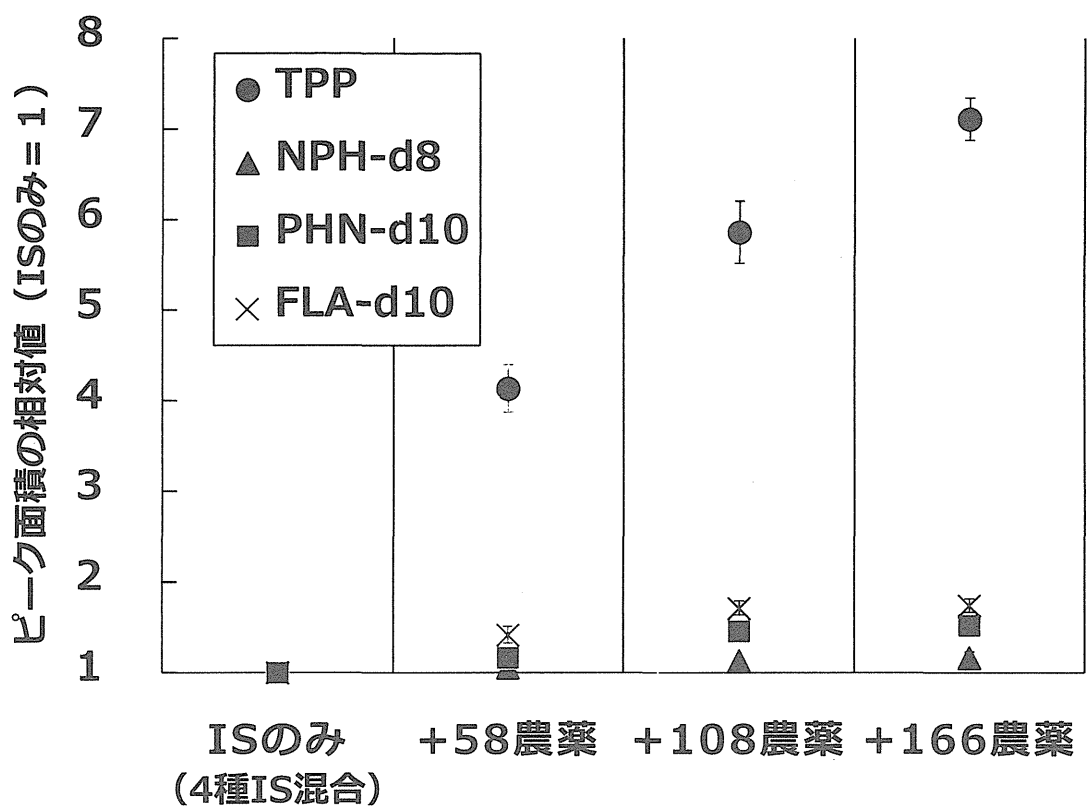


図 13 共存農薬数が異なる溶媒標準溶液における 4 種類の内標準物質のピーク面積の比較 (大阪府の事前検討 1 の結果、各 500 ng/mL、 $n = 3$)
 左から順に 4 種 IS 混合溶液、4 種 IS+58 農薬、+108 農薬、+166 農薬、いずれも 50% A/H 溶液