

検査機関の信頼性確保に関する研究

研究分担報告書

同位体希釈質量分析法による残留農薬の高信頼性分析に関する研究

研究代表者	渡辺 卓穂	（財）食品薬品安全センター秦野研究所 部長
研究分担者	鎗田 孝	（国研）産業技術総合研究所 グループリーダー
研究協力者	大竹 貴光	（国研）産業技術総合研究所 主任研究員

研究要旨

食品の安全性を確保するためには、試験・検査等の信頼性の確保が重要であるため、食品衛生法に基づく検査機関には外部精度管理調査への参加が求められている。一方、技能試験に関する国際規格である ISO/IEC 17043 では、技能試験の付与値の不確かさをより小さくする方法として、絶対測定法による決定が挙げられている。そこで、外部精度管理調査試料中農薬の正確な分析法を確立し、同調査の信頼性をより向上させることを目的として、同位体希釈質量分析法（IDMS）の適用を検討している。

昨年度の検討では、マトリックスマッチング法を適用した IDMS によって、平成 27 年度外部精度管理調査試料を分析することにより、その妥当性を検証した。その結果、分析対象の 2 農薬について、本法による定量値は調査試料の調製濃度とよく一致していた。また、外部精度管理調査においても多くの検査機関が適用している、簡易分析法の QuEChERS 法に IDMS 法を適用し、玄米試料中の農薬を対象として本法の正確さを精密に評価した。その結果、検討した 3 種類の農薬について、平成 17 年 1 月 24 日付け食安発第 0124001 号の通知試験法（一斉試験法）と同等の分析値が得られることを確認した。

今年度は、玄米以外の食品および異なる種類の農薬についても適用の可能性を検討すべく、試料に残留農薬分析用の大豆およびリンゴ認証標準物質（CRM）を用いて、IDMS 法により QuEChERS 法の精密な評価を行った。その結果、本法で得られた分析値は、大豆、リンゴとも CRM の認証値とよく一致していた。さらに、改良 QuEChERS 法として国内で特に多く使われている STQ 法について、技能試験の比較玄米試料を用いて評価を行ったところ、一斉試験法や QuEChERS 法と同等の分析値が得られた。

A. 研究目的

食品の安全性を確保するためには、試験・検査等の信頼性の確保が重要である。そのため、食品衛生法に基づく検査機関に

は様々な分析精度管理が求められており、その一つとして外部精度管理調査への参加が求められている。一方、外部精度管理調査を含む多くの技能試験では、付与値と

して参加機関の分析結果から算出した合意値を採用し、この値を基準として各参加機関の技能評価を行うことが一般的である。これに対し、技能試験に関する国際規格である ISO/IEC 17043: 2010 では、付与値の不確かさをより小さくする方法として、絶対測定法による決定が挙げられている。同位体希釈質量分析法 (IDMS) は、分析対象化合物の安定同位体置換化合物(標識体)を内標準に用いた定量法であり、極めて正確な(正確で精度がよい)分析を行うことができる方法である。そこで本研究では、同調査の信頼性をより向上させることを目的として、IDMS による食品中農薬の高信頼性分析を検討している。昨年度の検討では、マトリックスマッチング法を適用した IDMS によって、平成 27 年度外部精度管理調査試料を分析し、分析対象農薬のクロルピリホスとマラチオンについて、本法による定量値が調査試料の調製濃度とよく一致していたことを示した。また、外部精度管理調査においても多くの検査機関が適用している、簡易分析法の QuEChERS 法に IDMS 法を適用し、玄米試料中の農薬を対象として本法の正確さを精密に評価した。その結果、検討した 3 種類の農薬について、平成 17 年 1 月 24 日付け食安発第 0124001 号の通知試験法(一斉試験法)と同等の分析値が得られることを確認した。そこで本年度は、玄米以外の食品および異なる種類の農薬についても適用の可能性を検討すべく、試料に残留農薬分析用の大豆およびリンゴ認証標準物質 (CRM) を用い、IDMS により QuEChERS 法の精密な評価を行った。さらに、改良 QuEChERS 法として国内で特に多く使われ

ている STQ 法 (Solid Phase Extraction Technique with QuEChERS 法の略) について、玄米試料を用いて精密に評価を行った。

B. 研究方法

(1) QuEChERS 法の評価

大豆粉末 CRM (7509-a) およびリンゴ粉末 CRM (7510-a) を試料とし、QuEChERS 法によって分析を行った。得られた結果は、CRM に付与されている認証値と比較した。抽出前に分析対象農薬の標識体を添加する IDMS を適用することにより、各分析法の正確さを精密に比較した。

(2) STQ 法の評価

対象農薬が残留した玄米粉末を STQ 法によって分析し、昨年度本研究で得られた一斉試験法および QuEChERS 法による分析値と比較した。(1)と同様に、IDMS を適用することにより、各分析法の正確さを精密に比較した。

1. 試料基材および試薬

(1) 試料

QuEChERS 法の評価には、産業技術総合研究所が開発した、残留農薬分析用の大豆粉末 CRM (7509-a) およびリンゴ粉末 CRM (7510-a) を用いた。また STQ 法の評価には、産業技術総合研究所が平成 27 年度に実施した技能試験の比較試料である玄米粉末を用いた。対象農薬を含まない大豆、リンゴ、玄米試料には市場流通品を用いた。

(2) 標準品

測定対象農薬の高純度標準品として、和光純薬工業製ダイアジノン、フェントロチ

オン、エトフェンプロックス、クロルピリホス、ペルメトリン、シペルメトリン、チアメトキサムを用いた。標識体の標準品として、林純薬工業製ダイアジノン- d_{10} 、フェニトロチオン- d_6 、エトフェンプロックス- d_5 、クロルピリホス- d_{10} 、CIL 製ペルメトリン- $^{13}C_6$ 、シペルメトリン- $^{13}C_6$ 、Fluka 製チアメトキサム- d_3 を用いた。シリンジスパイク標準品として CIL 製イミダクロプリド- d_4 と GL サイエンス製アラクロールを用いた。

(3) 試薬

アセトニトリル (AN)、アセトン (Ac)、トルエン (Tol)、酢酸エチル (EA)、ヘキサン (Hex)、メタノール (MeOH)、無水 Na_2SO_4 は関東化学製ポリ塩化ビフェニル・残留農薬分析用を用いた。QuEChERS 法で用いた PSA、グラファイトカーボンブラック、C18 は Agilent Technologies 社製のものを用いた。他の試薬は試薬級を用い、水は超純水を用いた。

2. 検量線溶液、内標準溶液、シリンジスパイク溶液

質量比混合法によって以下の溶液を調製した。

(1) QuEChERS 法の評価用

大豆の分析用にダイアジノン- d_{10} 、フェニトロチオン- d_6 、クロルピリホス- d_{10} 、ペルメトリン- $^{13}C_6$ 、またリンゴの分析用にダイアジノン- d_{10} 、フェニトロチオン- d_6 、ペルメトリン- $^{13}C_6$ 、シペルメトリン- $^{13}C_6$ を含む Ac 溶液を調製し、それぞれ内標準溶液 A および B とした。アラクロールを Ac に溶解した溶液を大豆およびリンゴ用に調

製し(それぞれアラクロール溶液 A および B)、さらにこの一部を Ac に希釈してシリンジスパイク溶液 A および B を調製した。一方、大豆の分析用にダイアジノン、フェニトロチオン、クロルピリホス、ペルメトリンを Ac に溶解させ農薬混合溶液 A を調製し、リンゴの分析用にダイアジノン、フェニトロチオン、ペルメトリン、シペルメトリンを Ac に溶解させ農薬混合溶液 B を調製した。さらに、農薬混合溶液 A (または B)、内標準溶液 A (または B)、アラクロール溶液 A (または B)、Ac を混合することにより、検量線溶液 A (または B) を調製した (A は大豆、B はリンゴの分析用)。検量線溶液 A, B 中の各成分濃度は、3(1)に示す前処理法によって大豆またはリンゴの試料を処理して得られる試料溶液中の各農薬濃度と等しくなるように調整した。

次に、あらかじめ分析対象農薬とその標識体を含有しないことを確認した大豆およびリンゴの試料を 3(1)に示す前処理法によって処理した。得られたブランク溶液を窒素気流で乾固し、前述の検量線溶液 A (または検量線溶液 B) に溶解させることにより、マトリックスマッチ検量線溶液 A (大豆用) およびマトリックスマッチ検量線溶液 B (リンゴ用) を調製した。

(2) STQ 法の評価用

エトフェンプロックス- d_5 とフェニトロチオン- d_6 を含む Ac 溶液を調製し、内標準溶液 C とした。また、アラクロールを Ac に溶解したアラクロール溶液 C を調製し、さらにこの一部を Ac に希釈してシリンジスパイク溶液 C を調製した。一方、エ

トフェンプロックスとフェニトロチオンを Ac に溶解させ農薬混合溶液 C を調製した。さらに、農薬混合溶液 C、内標準溶液 C、アラクロール溶液 C、Ac を混合することにより、検量線溶液 C を調製した。検量線溶液 C 中の各成分濃度は、3(2)に示す前処理法によって玄米試料を処理して得られる試料溶液中の各農薬濃度と等しくなるように調整した。

一方、チアメトキサム- d_3 を MeOH に溶解して内標準溶液 D を調製した。また、イミダクロプリド- d_4 を MeOH に溶解したイミダクロプリド- d_4 溶液を調製し、この一部を MeOH で希釈してシリンジスパイク溶液 D を調製した。一方、チアメトキサムを MeOH に溶解してチアメトキサム溶液を調製し、これと内標準溶液 D、イミダクロプリド- d_4 溶液、MeOH を混合することにより、検量線溶液 D を調製した。検量線溶液 D 中の各成分濃度は、3(2)に示す前処理法によって玄米試料を処理して得られる試料溶液中の農薬濃度と等しくなるように調整した。

次に、あらかじめ分析対象農薬とその標識体含有しないことを確認した玄米試料を 3(2)に示す前処理法によって処理した。得られたブランク溶液を窒素気流で乾固し、前述の検量線溶液 C または検量線溶液 D に溶解させることにより、マトリックスマッチ検量線溶液 C (エトフェンプロックスとフェニトロチオン用)およびマトリックスマッチ検量線溶液 D (チアメトキサム用)を調製した。

3. 分析方法

QuEChERS 法の評価では、分析法 1 を用

いて大豆およびリンゴ中の農薬を分析した。また、STQ 法の評価においては玄米中の農薬を分析法 2 によって分析した。STQ 法の結果と比較するために、一斉試験法と QuEChERS 法でも玄米中農薬を分析しているが、これらの方法は昨年度の報告書に記載した通りである。

(1) 分析法 1 (QuEChERS 法：大豆とリンゴに適用)

大豆試料の場合は 2 g、リンゴ試料の場合は 1 g を採取し、それぞれ内標準溶液 A または B の 0.4 mL を加えて静置した。水 10 mL を加えてさらに 15 分間静置し、AN10 mL を加えて 1 分間振とう(手振り)した。これに 4 g の $MgSO_4$ 、1 g の NaCl を加え、セラミックホモジナイザーを用いて 1 分間振とう(手振り)した。この抽出液を 3500 rpm で 5 分間遠心分離し、上澄み液(6 mL)に固相剤を添加して 1 分間振とう(手振り)した。このとき固相剤として、大豆には 300 mg の PSA、45 mg のグラファイトカーボンブラック、300 mg の C18、900 mg の $MgSO_4$ を、リンゴには 150 mg の PSA、45 mg のグラファイトカーボンブラック、900 mg の $MgSO_4$ を加えた。再び 3500 rpm で 5 分間遠心分離した後、上澄み液を窒素により乾固した。シリンジスパイク溶液 A または B の 0.5 mL を添加して、GC/MS 測定用の試料溶液とした。

試料溶液中の対象農薬を、GC/MS によって測定した。大豆では、ダイアジノン、フェニトロチオン、クロルピリホス、ペルメトリンを、リンゴではダイアジノン、フェニトロチオン、ペルメトリン、シペルメトリンを対象とした。測定条件は、以下の通

り。装置：6890/5973N GC/MS システム (Agilent Technologies 製)、カラム：DB-35MS (30 m×0.25 mm、膜厚 0.25 μ m、Agilent Technologies 製)、カラム温度：50 で 1 分間保持した後、+20 /分で 180 まで昇温し、さらに +5 /分で 300 まで昇温し、10 分間保持、注入口温度：220、検出器温度：230 (イオン源)、注入方式：スプリットレス、キャリアガス：ヘリウム、注入量：1 μ L、イオン化条件：EI、定量に用いた m/z：304 (ダイアジノン)、314 (ダイアジノン- d_{10})、277 (フェニトロチオン)、283 (フェニトロチオン- d_6)、314 (クロルピリホス)、324 (クロルピリホス- d_{10})、183 (ペルメトリン)、189 (ペルメトリン- $^{13}C_6$)、181 (シペルメトリン)、187 (シペルメトリン- $^{13}C_6$)、160 (アラクロール)。

(2) 分析法 2 (STQ 法：玄米に適用)

玄米試料の 5 g を採取し、内標準溶液 C または D の 0.4 mL を加えて静置した。水 10 mL を加えてさらに 15 分間静置し、AN10 mL を加えてホモジナイザーを用いて 2 分間細砕した。これに 4 g の $MgSO_4$ 、1 g の NaCl、1 g のクエン酸 $3Na_2$ 水和物、0.5 g のクエン酸水素 $2Na_{1.5}$ 水和物を加え、1 分間振とう(手振り)した。この抽出液を 3500 rpm で 5 分間遠心分離し、上澄み液 (1 mL) を精製した。すなわち、アイスティサイエンス製 C18-50 mg 固相ミニカートリッジ (Smart-SPE) を Ac2 mL および AN2 mL でそれぞれコンディショニングした後、前述の上澄み液を負荷し、さらに AN0.2 mL を注入した。溶出液には、ToI0.4 mL を添加した。アイスティサイエンス製 GCS-20 mg と

PSA-30 mg の固相ミニカートリッジ (Smart-SPE) を連結させ、ここに 0.3 g の $MgSO_4$ を積層させたものにより、試料液をさらに精製した：Ac2 mL と AN/ToI (3:1) 混液 2 mL で、それぞれコンディショニングした後、試料液を負荷し、さらに AN/ToI (3:1) 混液 0.6 mL を添加した。得られた溶出液を窒素により乾固し、シリジスパイク溶液 C または D の 0.5 mL を添加して、GC/MS 測定用および LC/MS 測定用の試料溶液とした。

試料溶液中のエトフェンプロックスとフェニトロチオンを、GC/MS によって測定した。測定条件は、以下の通り。装置：6890/5973N GC/MS システム (Agilent Technologies 製)、カラム：DB-35MS (30 m×0.25 mm、膜厚 0.25 μ m、Agilent Technologies 製)、カラム温度：50 で 1 分間保持した後、+20 /分で 180 まで昇温し、さらに +5 /分で 300 まで昇温し、10 分間保持、注入口温度：60 で 0.5 分保持した後、+100 /分で 290 まで昇温し、23 分間保持、検出器温度：230 (イオン源)、注入方式：大量注入法 (アイスティサイエンス、LVI-S200)、キャリアガス：ヘリウム、注入量：10 μ L、イオン化条件：EI、定量に用いた m/z：163 (エトフェンプロックス)、168 (エトフェンプロックス- d_6)、277 (フェニトロチオン)、283 (フェニトロチオン- d_6)、160 (アラクロール)。

一方、試料溶液 (LC 用) 中のチアメトキサムを LC/MS によって測定した。測定条件は以下の通り。装置：1260LC/6120MS システム (Agilent Technologies 製)、カラム：Zorbax Eclipse Plus C18 (150 mm×2.1 mm、粒径 3.5 μ m、Agilent Technologies 製)、

カラム温度：40、溶離液 A：5 mmol/L 酢酸アンモニウム水溶液、溶離液 B：5 mmol/L 酢酸アンモニウム - メタノール(体積割合) 溶液、グラジエント条件：15 %B (0分) 40 %B (1分) 40 %B (3.5分) 50 %B (3.6分 ~ 6分) 55 %B (6.1分 ~ 8分) 95 %B (8.1分 ~ 17.5分) 95 %B (30分) 15 %B (30.1分 ~ 35分)、注入量：5 μ L、イオン化条件：ESI、定量に用いた m/z：211(チアメトキサム)、214(チアメトキサム- d_3)、213(イミダクロプリド- d_4)。

4. 評価方法

(1) 農薬濃度の算出

3 で示した分析方法で得られた結果を基に、以下の式によって農薬濃度を算出した。

$$C = F_e \times \frac{R_s}{R_c} \times \frac{F_c \times M_c \times C_c \times P \times M_{sp(s)}}{M_s \times M_{sp(c)}} \quad (1)$$

ただし、 C ：試料中の農薬濃度、 F_e ：前処理の精度に関わる係数(= 1)、 R_s ：試料溶液測定における分析対象農薬の標識体に対する面積比、 R_c ：検量線溶液の測定における分析対象農薬の標識体に対する面積比、 F_c ：検量線溶液の調製ばらつきに関わる係数(= 1)、 M_c ：検量線溶液中の農薬混合液の質量、 C ：農薬混合液中の測定対象農薬の高純度標準品の濃度、 P ：分析対象農薬の高純度標準品の純度、 $M_{sp(s)}$ ：試料に添加した内標準溶液の質量、 M_s ：試料量、 $M_{sp(c)}$ ：検量線溶液中の内標準溶液の質量、である。

(2) QuEChERS 法の評価

(1)式に準じて QuEChERS 法(分析法 1)による分析値を算出した。得られた結果を、大豆粉末 CRM (7509-a) およびリンゴ粉末 CRM (7510-a)の認証値と比較することにより、QuEChERS 法の正確さを評価した。なお、マトリックスマッチ検量線溶液 A およびマトリックスマッチ検量線溶液 B を用いた測定結果により評価を行ったが、比較のために、検量線溶液 A および検量線溶液 B を用いた測定結果も算出した。

(3) STQ 法の評価

(1)式に準じて STQ 法(分析法 2)による玄米中農薬の分析値を算出した。本結果と、昨年度の本研究による一斉試験法および QuEChERS 法で得られた結果を比較することにより、STQ 法の正確さを評価した。

(倫理面への配慮)

食の安全・安心に係わる研究であり、特に倫理面への配慮を必要としなかった。実験者および環境への配慮としては、特に有害な溶媒(ベンゼン等)を使用しなかった。

C. D. 研究結果および考察

1. QuEChERS 法の評価

QuEChERS 法は、食品中の残留農薬一斉分析法として開発され、操作が迅速・簡便であることから、現在では食品試料のみならず、環境試料や生体試料などを対象として、世界中で使用されている。本研究においては、食品中の正確な農薬分析の検討に用いており、上述の通り今年度は大豆とリンゴを対象とした。QuEChERS 法(分析法 1)で得られた定量値と認証値との比較を、表

1 (大豆) および表 2 (リンゴ) に示す。この結果から、大豆およびリンゴ試料の両方に対して、QuEChERS 法の定量値が認証値の不確かさの範囲内であることが示された。これより、本研究で対象とした大豆およびリンゴ中の農薬に対して、簡易分析法にもかかわらず、QuEChERS 法によって十分に対象農薬が抽出され、正確な分析値が得られることが示された。これは、昨年度報告した玄米の結果と同様であった。なお、マトリックスマッチングしていない検量線 A (大豆用) および検量線 B (リンゴ用) を用いた場合、大豆のダイアジノンおよびフェニトロチオンで各々 7.7 % と 11.1 %、リンゴのフェニトロチオンで 11.2 %、定量値が低くなった。QuEChERS 法は一斉試験法よりも精製効果が低いと考えられたため、IDMS においてもマトリックス効果の影響をより強く受ける可能性がある。QuEChERS 法によってより正確な IDMS 分析を行うためには、今後マトリックス効果に関するより詳細な確認が必要である。

2. STQ 法の評価

STQ 法は、QuEChERS 法と固相抽出法を組み合わせた残留農薬一斉分析法であり、株式会社アイステイサイエンスによって開発された QuEChERS の改良法である。操作が迅速・簡便であり、QuEChERS 法に比べて精製力がさらに優れていることから、日本国内の分析ラボにおいて、近年非常に多く使用されている。本法には、分析対象に応じて GC-A 法、GC-B 法、LC 法、MG 法が存在するが、今回は GC-A 法に IDMS 法を適用し、玄米試料中の農薬を対象として本法

の正確さを精密に評価した (分析法 2)。分析によって得られた代表的なクロマトグラムを、図 1~3 に示す。また、得られた定量値を表 3 にまとめる。表 3 には比較のため、一斉試験法および QuEChERS 法で得られた結果についても示した (これらの結果は、昨年度、本研究で得られたものである)。これより、玄米中のすべての対象農薬において、STQ 法の分析値は一斉試験法および QuEChERS 法とよく一致していた。これは、STQ 法により玄米中の対象農薬が十分に抽出され、また精製されていたことを示しており (図 1~3 においても、夾雑物質による対象農薬ピークへの阻害は、観察されなかった)、STQ 法を正確な分析に適用できる可能性が示された。今後は、より多くの食品や農薬を対象として、マトリックス効果の影響も含めた評価が必要であろう。

E. 結論

IDMS 法を適用することにより、日本の検査機関においても広く適用されている QuEChERS 法と STQ 法の抽出能力を精密に評価した。その結果、検討した試料及び農薬について一斉試験法の同等の抽出能力が認められたことから、同法の正確さが確認できた。

F. 健康危険情報

なし

G. 研究発表

1. 論文発表

1) 鎗田孝、大竹貴光、青柳嘉枝、沼田雅彦、高津章子 (産業技術総合研究所) :

Difference between consensus value of participants' results and isotope-dilution mass spectrometric results in proficiency testing for pesticide residues in husked wheat、Analytical Sciences、Vol.32、pp.557-563、2016

2) 大竹貴光、鎗田孝、坂元智子、沼田雅彦、高津章子 (産業技術総合研究所) : Proficiency testing for quantification of pesticide residues in treated brown rice samples: comparison of performance of Japanese official multiresidue, modified QuEChERS, and QuEChERS methods、Journal of AOAC International、Vol.99、pp.821-829、2016

2. 学会発表

1) 大竹貴光、鎗田孝 (産業技術総合研究所) : 残留農薬分析用の食品標準物質を用いた同位体希釈質量分析法によるQuEChERS法の評価、第112回日本食品衛生学会学術講演会、北海道、2016

H. 知的所有権の取得状況

1. 特許取得

なし

2. 実用新案登録

なし

3. その他

なし

表1 QuEChERS法によって得られた大豆 CRM 中農薬の分析結果

対象農薬	大豆 CRM		分析結果 (n=3)	
	認証値	拡張不確かさ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	平均値 \pm 標準偏差 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	マトリックスマッチングなし マトリックスマッチングあり
クロルピリホス		11.1 \pm 3.2	11.8 \pm 0.9	11.4 \pm 0.8
ダイアジノン		21.7 \pm 3.2	20.3 \pm 0.4	22.0 \pm 0.4
フェニトロチオン		88 \pm 21	72 \pm 1.4	81 \pm 1.5
ベルメトリン		20.1 \pm 4.3	21.5 \pm 0.7	21.2 \pm 0.7

表 2 QueChERS 法によって得られたリンゴ CRM 中農薬の分析結果

対象農薬	リンゴ CRM		分析結果 (n=3)	
	認証値	± 拡張不確かさ (mg/kg)	平均値 ± 標準偏差 (mg/kg)	マトリックスマッチングなし マトリックスマッチングあり
ダイアジノン	2.28	± 0.23	2.13 ± 0.04	2.18 ± 0.04
フェニトロチオン	3.14	± 0.53	2.77 ± 0.06	3.12 ± 0.07
シペルメトリン	1.55	± 0.31	1.55 ± 0.11	1.51 ± 0.10
ベルメトリン	2.81	± 0.60	2.63 ± 0.05	2.70 ± 0.05

表3 STQ 法, 一斉試験法, QuEChERS 法によって得られた玄米中農薬の分析結果

	平均値 ± 標準偏差 (mg/kg, n=4)		
	STQ 法	一斉試験法	QuEChERS 法
エトフェンプロックス	0.231 ± 0.005	0.236 ± 0.001	0.230 ± 0.005
フェニトロチオン	0.0985 ± 0.0017	0.0986 ± 0.0012	0.0983 ± 0.0048
チアメトキサム	0.140 ± 0.002	0.142 ± 0.002	0.142 ± 0.005

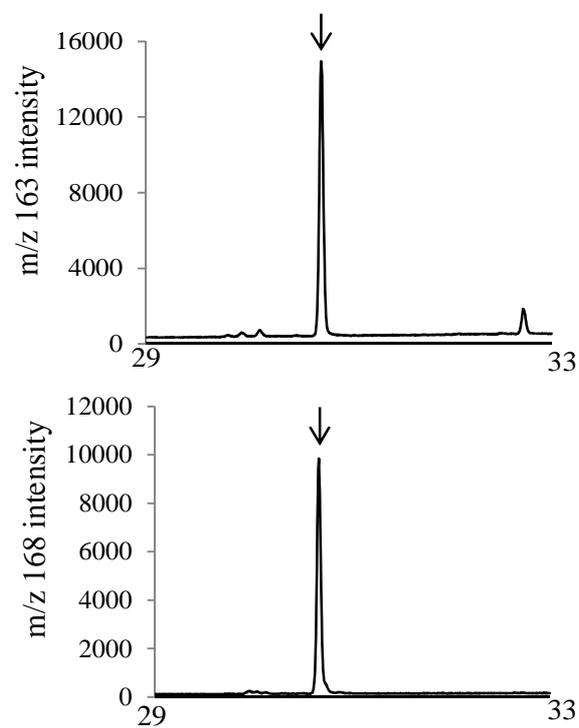


図 1 STQ 法によって得られた技能試験の比較玄米試料中エトフェンブロックスの GC/MS クロマトグラム (分析法 2, 上段: エトフェンブロックス、下段: エトフェンブロックス- d_5)

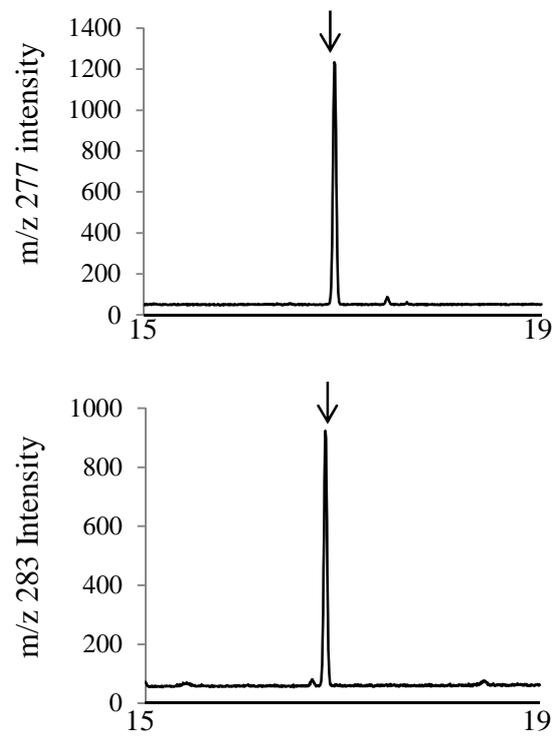


図2 STQ法によって得られた技能試験の比較玄米試料中フェニトロチオンのGC/MSクロマトグラム(分析法2, 上段: フェニトロチオン、下段: フェニトロチオン- d_6)

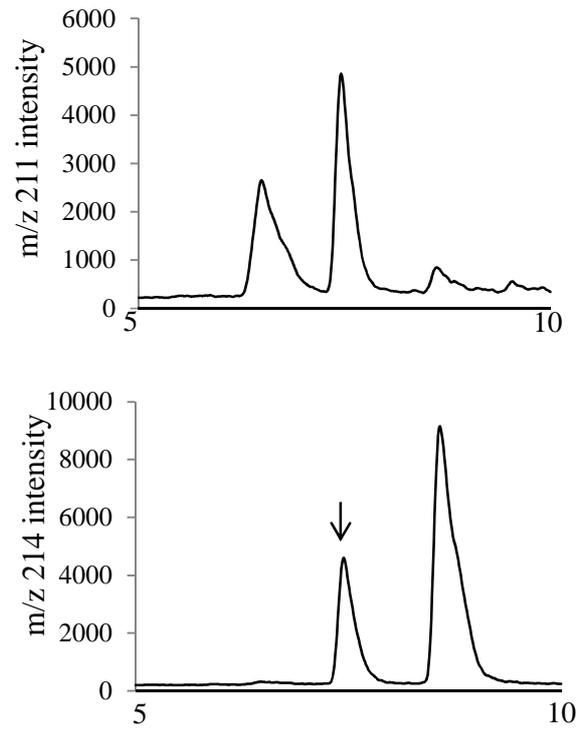


図3 STQ法によって得られた技能試験の比較玄米試料中チアメトキサムのLC/MSクロマトグラム(分析法2, 上段:チアメトキサム、下段:チアメトキサム- d_3)