

※ 本報告書は、試験法開発における検討結果をまとめたものであり、試験法の実施に際して参考として下さい。なお、報告書の内容と通知または告示試験法との間に齟齬がある場合には、通知または告示試験法が優先することをご留意ください。

平成 19 年度

残留農薬個別試験法開発研究
2, 4, 5-T、2, 4-D、2, 4-DB 及びクロプロップ
報告書

2,4,5-T、2,4-D、2,4-DB及びクロプロップ試験法（農産物及び畜水産物）の検討結果

[緒言]

1. 目的及び試験法の検討方針

農薬等のポジティブリスト制度の施行に伴い、食品衛生法に基づく残留農薬基準が設定されている農薬のうち、現在までに残留農薬公定試験法が確立されていない農薬について、個別分析法を開発し、公定試験法の作成を行うことを目的とする。

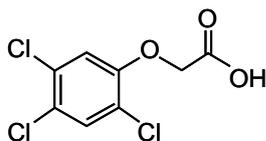
1) 分析対象物質

農薬等の成分である物質	分析対象化合物
2,4,5-T	2,4,5-T、2,4,5-Tブチル、2,4,5-Tイソオクチル
2,4-D	2,4-D、2,4-Dナトリウム塩、2,4-Dジメチルアミン塩、2,4-Dエチル、2,4-Dイソプロピル、2,4-Dブトキシエチル、2,4-Dアルカノールアミン塩
2,4-DB	2,4-DB、2,4-DBナトリウム塩、2,4-DBカリウム塩、2,4-DBブチル、2,4-DBイソオクチル、2,4-DBジメチルアミン塩
クロプロップ	クロプロップ

2. 分析対象化合物の構造式、物理化学的性質、基準値等に関する情報

1) 構造式及び物理化学的性質

2,4,5-T



化学式：C₈H₅Cl₃O₃

分子量：255.5

化学名 (IUPAC)：(2,4,5-trichlorophenoxy) acetic acid

外 観：無色結晶

融 点：154～155℃

蒸気圧：7×10⁻⁴ mPa (25℃)

溶解性：水 150 mg/L (25℃)

メタノール 496 g/L、エタノール 548.2 g/L、エーテル 234.3 g/L、
トルエン 7.32 g/L、キシレン 6.08 g/L、ヘプタン 0.4 g/L (以上 25℃)

アルカリ金属塩及びアミン塩は水に易溶、有機溶剤に不溶。

エステル体は水に不溶、有機溶剤に易溶。

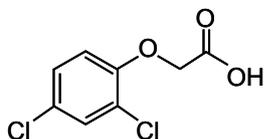
オクタノール/水分配係数：log P_{ow}=2.0

酸解離定数 (pKa)：2.85

安定性：pH5-9にて安定

(出典：The e-Pesticide Manual 15th edn.,ver.5.2)

2,4-D



化学式：C₈H₆Cl₂O₃

分子量：221.0

化学名 (IUPAC)：(2,4-dichlorophenoxy) acetic acid

外 観：無色粉末

融 点：140.5°C

蒸気圧：1.86×10⁻² mPa (25°C)

溶解性：水 311 mg/L (pH1)、20031 mg/L (pH5)、23180 mg/L (pH7)、34196 mg/L (pH9)
(以上 25°C)

エタノール 1250 g/kg、エーテル 243 g/kg、ヘプタン 1.1 g/kg、

トルエン 6.7 g/kg、キシレン 5.8 g/kg (以上 20°C)、オクタノール 120 g/L (25°C)
石油に不溶。

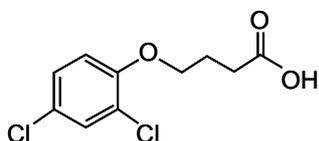
オクタノール/水分配係数：log P_{ow}=2.58-2.83 (pH1)、0.04-0.33 (pH5)、-0.75 (pH7)

酸解離定数 (pKa)：2.73

安定性：光分解半減期 (模擬太陽光) 7.5日

(出典：The e-Pesticide Manual 15th edn.,ver.5.2)

2,4-DB



化学式：C₁₀H₁₀Cl₂O₃

分子量：249.1

化学名 (IUPAC)：4-(2,4-dichlorophenoxy) butyric acid

外 観：無色結晶

融 点：119~119.5°C

蒸気圧：9.44×10⁻² mPa (23.6°C)

溶解性：水 0.062 g/L (pH5)、4.385 g/L (pH7)、454.8 g/L (pH9) (以上 20°C)

アセトン 185.2 g/kg (20°C)、エタノール、エーテルに易溶。

ベンゼン、トルエン、ケロセンに僅溶。

アルカリ金属塩及びアミン塩は水に易溶。

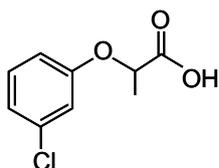
オクタノール/水分配係数：log P_{ow}=2.94 (pH5)、1.35 (pH7)、-0.25 (pH9) (以上 20°C)

酸解離定数 (pKa)：4.1

安定性：酸体及び塩は非常に安定。エステル体は酸及びアルカリで不安定。

(出典：The e-Pesticide Manual 15th edn.,ver.5.2)

クロプロップ



化学式：C₉H₉ClO₃

分子量：200.6

化学名 (IUPAC)：(±)-2-(3-chlorophenoxy) propionic acid

外 観：無色結晶

溶解性：水 1.2 g/L (22°C)

アセトン 790.9 g/L、ジメチルスルホキシド 2685 g/L、エタノール 710.8 g/L

メタノール 716.5 g/L、イソオクタノール 247.3 g/L (以上 25°C)

ベンゼン 24.2 g/L、クロロベンゼン 17.1 g/L、トルエン 17.6 g/L (以上 24°C)

ジエチレングリコール 390.6 g/L、ジメチルホルムアミド 2354.5 g/L、ジオキササン
789.2 g/L (以上 24.5°C)

安定性：非常に安定。

(出典：The e-Pesticide Manual 15th edn.,ver.5.2)

2) 基準値

各項目の基準値をTable1-1及び1-2に示した。

Table1-1 農産物の基準値 (ppm)

食品名	2,4,5-T	2,4-D	2,4-DB	クロプロップ
玄米	不検出	0.1	0.02	—
大豆	不検出	0.05	0.2	—
らっかせい	不検出	0.05	0.2	—
ほうれんそう	不検出	0.08	—	—
キャベツ	不検出	0.08	—	—
ばれいしょ	不検出	0.2	—	—
オレンジ	不検出	2	—	—
りんご	不検出	0.01	—	—
茶	不検出	—	—	—
コーヒー豆	不検出	—	—	—

—：基準値無し

Table1-2 畜水産物の基準値 (ppm)

食品名	2,4,5-T	2,4-D	2,4-DB	クロプロップ
牛の筋肉	不検出	0.2	0.2	—
牛の脂肪	不検出	0.2	0.2	—
牛の肝臓	不検出	5	0.2	—
鶏卵	不検出	0.01	0.05	—
牛乳	不検出	0.01	0.05	—
はちみつ	不検出	—	—	—
うなぎ	不検出	1	—	—
さけ	不検出	1	—	—
しじみ	不検出	1	—	—
鶏の筋肉	不検出	0.05	0.05	—

—：基準値無し

[実験方法]

1. 試料

1) 購入先

らっかせいは都内の業者にて、うなぎは愛知県の業者にて、しじみは北海道のスーパーにて、その他の試料については都内のスーパーにて購入した。

2) 試料の採取方法

農産物

① 玄米、大豆及びコーヒー豆は、検体を425 µmの標準網ふるいを通るように粉碎し均一化した。

らっかせいは、1 mmのふるいを通るように粉碎した。

- ② 果実及び野菜は、検体1 kgを細切均一化した。
- ③ 茶は、茶葉について試験の場合は、検体を425 μmの標準網ふるいを通るように粉碎し均一化した。
浸出液について試験の場合（2,4,5-Tのみ）は、検体9 gを100℃の水540 mLに浸し、室温で5分間放置した後、ろ過した。

畜水産物

- ① 筋肉、脂肪及び肝臓は、細切均一化した。
- ② 鶏卵は、殻を除き混合均一化した。
- ③ 牛乳及びびはちみつは、全体を混合均一化した。
- ④ うなぎは、頭部を除き細切均一化した。
- ⑤ さけは、頭部、尾部、ひれ、皮、骨及び内臓を除き細切均一化した。
- ⑥ しじみは、貝殻を除き細切均一化した。

2. 試薬・試液

1) 標準品

- 2,4,5-T標準品（純度98.7 %、和光純薬工業製）
- 2,4-D標準品（純度98.6 %、関東化学製）
- 2,4-DB標準品（純度99.9 %、和光純薬工業製）
- クロプロップ標準品（純度100.0 %、和光純薬工業製）
- 2,4,5-Tブチル標準品（純度98.7 %、和光純薬工業製）
- 2,4-Dエチル標準品（純度97.0 %、Dr.Ehrenstorfer製）
- 2,4-DBメチル標準品（純度100.0 %、AccuStandard製）

2) 試薬

アセトニトリル、アセトン、エーテル、酢酸エチル、トルエン、*n*-ヘキサン、メタノール
（以上、残留農薬試験用）

塩酸、塩化ナトリウム、ギ酸、酢酸アンモニウム、水酸化ナトリウム、炭酸水素ナトリウム
（以上、試薬特級）

無水硫酸ナトリウム（PCB分析用）

ケイソウ土（セライト545）

pH試験紙

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（充てん量1000 mg）

（Mega Bond Elut C18、充てん量1000 mg、Agilent Technologies製）

グラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム

（InertSep GC/PSA、充てん量500 mg/500 mg、ジールサイエンス製）

3) 標準溶液、試液の調製方法

① 標準溶液の調製方法

2,4,5-T、2,4-D、2,4-DB及びクロプロップ標準品は25 mgを精密に量り、それぞれアセトンに溶解した後、50 mLに定容した。2,4,5-Tブチル、2,4-Dエチル、2,4-DBメチル標準品はそれぞれ2,4,5-T、2,4-D及び2,4-DBとして25 mgを精密に量り、それぞれアセトンに溶解した後、50 mLに定容し、標準原液を調製した。2,4,5-T、2,4-D、2,4-DB及びクロプロップ標準溶液を混合し、メタノールで適宜希釈して0.0025~0.25 mg/L溶液を数点調製した。また、2,4,5-T、2,4-D、2,4-DB及びクロプロップ標準原液を混合し、アセトンで適宜希釈したもの、2,4,5-Tブチル、2,4-Dエチル、2,4-DBメチル標準原液を混合し、アセトンで適宜希釈したものをそれぞれ添加用標準溶液とした。

② 試液の調製方法

4 mol/L塩酸

水200 mL及び塩酸100 mLを混合した。

1.5 mol/L水酸化ナトリウム

水酸化ナトリウム30 gを量り採り、水を加えて溶解し、500 mLとした。

1.5 mol/L塩酸

水350 mL及び塩酸50 mLを混合した。

5 mmol/L酢酸アンモニウム溶液

酢酸アンモニウム7.71 gを量り採り、水を加えて溶解し1 Lとして1 mol/L酢酸アンモニウム溶液を調製し、この溶液5 mLを分取し、水を加えて1 Lとした。

5 mmol/L酢酸アンモニウムメタノール溶液

酢酸アンモニウム7.71 gを量り採り、メタノールを加えて溶解し1 Lとして1 mol/L酢酸アンモニウムメタノール溶液を調製し、この溶液5 mLを分取し、メタノールを加えて1 Lとした。

10 w/v%塩化ナトリウム溶液

塩化ナトリウム100 gを量り採り、水を加えて溶解し、1 Lとした。

0.1 w/v%炭酸水素ナトリウム溶液

炭酸水素ナトリウム1 gを量り採り、水を加えて溶解し、1 Lとした。

0.1 w/v%炭酸水素ナトリウム溶液及びメタノール (1 : 1) 混液

0.1 w/v%炭酸水素ナトリウム溶液500 mL及びメタノール500 mLを混合した。

酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 1) 混液

酢酸エチル500 mL及び*n*-ヘキサン500 mLを混合した。

アセトニトリル及び水 (99 : 1) 混液

アセトニトリル990 mL及び水10 mLを混合した。

アセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液

アセトニトリル750 mL及びトルエン250 mLを混合した。

アセトニトリル、ギ酸及びトルエン (75 : 1 : 25) 混液

アセトニトリル750 mL、ギ酸10 mL及びトルエン250 mLを混合した。

3. 装置

	型式	会社
MS 装置	Xevo TQ MS	Waters
LC 装置	Acquity UPLC	Waters

4. 測定条件

LC 条件																					
カラム	InertSustain C18 サイズ：内径 2.1 mm、長さ 150 mm、粒子径 3 μm 会社：ジーエルサイエンス Atlantis T3 サイズ：内径 2.1 mm、長さ 150 mm、粒子径 3 μm 会社：Waters																				
移動相流速 (mL/min)	0.2																				
注入量 (μL)	5																				
カラム温度 (°C)	40																				
移動相	A液：5 mmol/L酢酸アンモニウム溶液 B液：5 mmol/L酢酸アンモニウムメタノール溶液																				
グラジエント条件	<table border="1"> <thead> <tr> <th>時間(分)</th> <th>A液(%)</th> <th>B液(%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>0.0</td> <td>70</td> <td>30</td> </tr> <tr> <td>20.0</td> <td>10</td> <td>90</td> </tr> <tr> <td>20.1</td> <td>0</td> <td>100</td> </tr> <tr> <td>25.0</td> <td>0</td> <td>100</td> </tr> </tbody> </table>	時間(分)	A液(%)	B液(%)	0.0	70	30	20.0	10	90	20.1	0	100	25.0	0	100					
時間(分)	A液(%)	B液(%)																			
0.0	70	30																			
20.0	10	90																			
20.1	0	100																			
25.0	0	100																			
MS 条件																					
測定モード	MS/MS、SRM (選択反応モニタリング)																				
イオン化モード	ESI (-)																				
キャピラリ電圧 (V)	2500																				
ソース温度 (°C)	500																				
コーンガス	窒素、50 L/hr																				
脱溶媒ガス	窒素、800 L/hr																				
コリジョンガス	アルゴン、0.2 mL/min																				
定量イオン (m/z)	<table border="1"> <thead> <tr> <th>測定対象物質</th> <th>イオン (m/z)</th> <th>コーン電圧 (V)</th> <th>コリジョンエネルギー (eV)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>2,4,5-T</td> <td>-253→195</td> <td>10</td> <td>15</td> </tr> <tr> <td>2,4-D</td> <td>-219→161</td> <td>12</td> <td>15</td> </tr> <tr> <td>2,4-DB</td> <td>-247→161</td> <td>10</td> <td>10</td> </tr> <tr> <td>クロプロップ</td> <td>-199→127</td> <td>15</td> <td>15</td> </tr> </tbody> </table>	測定対象物質	イオン (m/z)	コーン電圧 (V)	コリジョンエネルギー (eV)	2,4,5-T	-253→195	10	15	2,4-D	-219→161	12	15	2,4-DB	-247→161	10	10	クロプロップ	-199→127	15	15
測定対象物質	イオン (m/z)	コーン電圧 (V)	コリジョンエネルギー (eV)																		
2,4,5-T	-253→195	10	15																		
2,4-D	-219→161	12	15																		
2,4-DB	-247→161	10	10																		
クロプロップ	-199→127	15	15																		
定性イオン (m/z)	<table border="1"> <thead> <tr> <th>測定対象物質</th> <th>イオン (m/z)</th> <th>コーン電圧 (V)</th> <th>コリジョンエネルギー (eV)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>2,4,5-T</td> <td>-255→197</td> <td>10</td> <td>15</td> </tr> <tr> <td>2,4-D</td> <td>-221→163</td> <td>12</td> <td>15</td> </tr> <tr> <td>2,4-DB</td> <td>-249→163</td> <td>10</td> <td>10</td> </tr> <tr> <td>クロプロップ</td> <td>-201→129</td> <td>15</td> <td>15</td> </tr> </tbody> </table>	測定対象物質	イオン (m/z)	コーン電圧 (V)	コリジョンエネルギー (eV)	2,4,5-T	-255→197	10	15	2,4-D	-221→163	12	15	2,4-DB	-249→163	10	10	クロプロップ	-201→129	15	15
測定対象物質	イオン (m/z)	コーン電圧 (V)	コリジョンエネルギー (eV)																		
2,4,5-T	-255→197	10	15																		
2,4-D	-221→163	12	15																		
2,4-DB	-249→163	10	10																		
クロプロップ	-201→129	15	15																		
保持時間の目安	2,4,5-T : 12分 2,4-D : 9分 2,4-DB : 13分 クロプロップ : 8分																				

5. 定量

2,4,5-T、2,4-D、2,4-DB及びクロプロップ各標準溶液を混合後、メタノールで希釈し、0.0025、0.005、0.01、0.05、0.1、0.25 mg/Lの濃度の標準溶液を調製した。標準溶液5 µLをLC-MS/MSに注入し、得られたピーク面積から絶対検量線法で検量線を作成した。試験溶液5 µLをLC-MS/MSに注入し、得られたピーク面積と作成した検量線から2,4,5-T、2,4-D、2,4-DB及びクロプロップの含量を算出した。

1) 検量線の直線性 (図1~4)

4. の測定条件において、濃度0.0025 mg/L (0.0125 ng) ~0.25 mg/L (1.25 ng) の範囲で良好な直線性を示した。

2) 標準溶液の検出感度

定量限界相当の検出量：0.025 ng (0.005 mg/L×5 µL) のピークのS/N比は10以上であった。

6. 試験溶液の調製

1) 試験法の分析操作

2,4,5-T、2,4-D、2,4-DB及びクロプロップを試料から塩酸酸性アセトンで抽出、酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの混液に転溶し、脂質等が多い試料についてはアセトニトリル/ヘキサン分配で精製、加水分解した後、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム及びグラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムで精製した後、LC-MS/MSで定量及び確認した。

① 抽出

a 穀類、豆類及び種実類の場合

試料10.0 gに水20 mLを加え、30分間放置した。これに4 mol/L塩酸5 mL及びアセトン100 mLを加え、ホモジナイズした後、ケイソウ土を厚さ約1 cmに敷いたろ紙を用いて吸引ろ過した。ろ紙上の残留物にアセトン50 mLを加えてホモジナイズした後、上記と同様にろ過した。得られたろ液を合わせて、アセトンで正確に200 mLとした。

抽出液10 mLを採り、10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 1) 混液100 mL及び50 mLで2回振とう抽出した。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去した。

この残留物に*n*-ヘキサン30 mLを加え、アセトニトリル及び水 (99 : 1) 混液30 mLずつで3回振とう抽出した。抽出液を合わせ、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去した。

b 果実及び野菜の場合

試料20.0 gに4 mol/L塩酸5 mL及びアセトン100 mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過した。ろ紙上の残留物にアセトン50 mLを加えてホモジナイズした後、上記と同様にろ過した。得られたろ液を合わせて、アセトンで正確に200 mLとした。

抽出液5 mLを採り、10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 1) 混液100 mL及び50 mLで2回振とう抽出した。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去した。

c 茶の場合

・茶葉そのものの試験を行う場合

試料5.00 gに水20 mLを加え、30分間放置した。これに4 mol/L塩酸5 mL及びアセトン100 mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過した。ろ紙上の残留物にアセトン50 mLを加えてホモジナイズした後、上記と同様にろ過した。得られたろ液を合わせて、アセトンで正確に200 mLとした。

抽出液10 mLを採り、10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 1)

混液100 mL及び50 mLで2回振とう抽出した。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去した。

この残留物に*n*-ヘキサン30 mLを加え、アセトニトリル及び水（99：1）混液30 mLずつで3回振とう抽出する。抽出液を合わせ、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去した。

・浸出液の試験を行う場合（2,4,5-Tのみ）

検体9 gを100℃の水540 mLに浸し、室温で5分間放置した後、ろ過し、冷後ろ液30 mLを採った。これに水70 mL、塩化ナトリウム10 g及び4 mol/L塩酸5 mLを加えてpH1以下に調整し、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：1）混液100 mL及び50 mLで2回振とう抽出した。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去した。

d 筋肉、肝臓、腎臓、乳、卵、魚介類の場合

試料10.0 gに4 mol/L塩酸5 mL及びアセトン100 mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過した。ろ紙上の残留物にアセトン50 mLを加えてホモジナイズした後、上記と同様にろ過した。得られたろ液を合わせて、アセトンで正確に200 mLとした。

抽出液10 mLを採り、10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：1）混液100 mL及び50 mLで2回振とう抽出した。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去した。

この残留物に*n*-ヘキサン30 mLを加え、アセトニトリル及び水（99：1）混液30 mLずつで3回振とう抽出した。抽出液を合わせ、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去した。

e 脂肪の場合

試料5.00 gに4 mol/L塩酸5 mL及びアセトン100 mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過した。ろ紙上の残留物にアセトン50 mLを加えてホモジナイズした後、上記と同様にろ過した。得られたろ液を合わせて、アセトンで正確に200 mLとした。

抽出液20 mLを採り、10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：1）混液100 mL及び50 mLで2回振とう抽出した。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去した。

この残留物に*n*-ヘキサン30 mLを加え、アセトニトリル及び水（99：1）混液30 mLずつで3回振とう抽出した。抽出液を合わせ、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去した。

f はちみつの場合

試料10.0 gに水20 mLを加えて溶かした。これに4 mol/L塩酸5 mL及びアセトン100 mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過した。ろ紙上の残留物にアセトン50 mLを加えてホモジナイズした後、上記と同様にろ過した。得られたろ液を合わせて、アセトンで正確に200 mLとした。

抽出液10 mLを採り、10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：1）混液100 mL及び50 mLで2回振とう抽出した。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去した。

② 加水分解

①で得られた残留物にメタノール2 mLを加えて溶かし、1.5 mol/L水酸化ナトリウム溶液1 mLを加えた。これに還流冷却器を取り付けて、80℃の水浴中で30分間加熱した後、放冷した。これに、1.5 mol/L塩酸を加えてpH7.5～8.0に調整し、0.1 w/v%炭酸水素ナトリウム溶液16 mLを加えた。

③ 精製

a オクタデシルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (1000 mg) にメタノール及び水各10 mLを順次注入し、流出液は捨てた。このカラムに②で得られた溶液を注入し、流出液は捨てた。次いで0.1 w/v%炭酸水素ナトリウム溶液及びメタノール (1 : 1) 混液20 mLを注入し、溶出液に4 mol/L塩酸5 mLを徐々に加えてpH1以下に調整した。これに10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、エーテル50 mLずつで2回振とう抽出した。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を40°C以下で濃縮し、溶媒を除去した。この残留物にアセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液3 mLを加えて溶かした。

b グラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層カラムクロマトグラフィー

グラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム (500 mg/500 mg) にアセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液10 mLを注入し、流出液は捨てた。このカラムにaで得られた溶液を注入した後、さらにアセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液7 mLを注入し、流出液は捨てた。次いでアセトニトリル、ギ酸及びトルエン (75 : 1 : 25) 混液30 mL注入し、溶出液を40°C以下で濃縮し、溶媒を除去した。この残留物をメタノールに溶解し、茶葉そのもの以外の場合は正確に1 mL、茶葉そのもの場合は正確に0.5 mLとしたものを試験溶液とした。なお、オレンジは定容液0.25 mLを採り、溶媒を除去した後メタノール1 mLに溶解したもの、牛の肝臓は定容液0.2 mLを採り、溶媒を除去した後メタノール2 mLに溶解したもの、さけ、うなぎ及びしじみは定容液0.25 mLを採り、溶媒を除去した後メタノール0.5 mLに溶解したものをそれぞれ2,4-D測定に用いた。

2) フローチャート

農産物：穀類、豆類、種実類、果実、野菜、茶（茶葉そのもの）

秤 取

- | 穀類、豆類及び種実類：試料10.0 gに水20 mLを加え30分放置
- | 果実及び野菜：試料20.0 g
- ↓ 茶：試料5.00 gに水20 mLを加え30分放置

塩酸酸性アセトン抽出

- | アセトン100 mL及び4 mol/L塩酸5 mLを加え、ホモジナイズ
- | 吸引ろ過、ろ紙上の残留物を採る
- | 残留物にアセトン50 mLを加え、ホモジナイズ
- | 吸引ろ過、ろ液を合わせ、アセトンで正確に200 mLとする
- | 穀類、豆類、種実類及び茶葉そのもの：抽出液10 mL分取
- ↓ 果実及び野菜：抽出液5 mL分取

酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 1) 混液転溶

- | 10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、混合
- | 酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 1) 混液100 mL加え、5分振とう
- | 酢酸エチル及び*n*-ヘキサン層を採取
- | 酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 1) 混液50 mL加え、5分振とう
- | 酢酸エチル及び*n*-ヘキサン層を合わせて、脱水ろ過
- ↓ ろ液を減圧濃縮、窒素乾固

アセトニトリル/ヘキサン分配 (穀類、豆類、種実類及び茶)

- | *n*-ヘキサン30 mLを加え、溶解
- | アセトニトリル及び水 (99 : 1) 混液30 mLを加え、5分振とう
- | アセトニトリル層を採取
- | アセトニトリル及び水 (99 : 1) 混液30 mLを加え、

- | 振とう及び採取の操作をさらに2回繰り返す
- ↓ アセトニトリル層を合わせ、減圧濃縮、窒素乾固

加水分解

- | メタノール2 mLを加え、溶解
- | 1.5 mol/L水酸化ナトリウム溶液1 mLを加え、80°Cで30分加熱後、放冷
- ↓ 1.5 mol/L塩酸を加え、pH7.5~8.0に調整

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム

- | メタノール及び水各10 mLで予備洗浄
- | 0.1 w/v%炭酸水素ナトリウム16 mLを加え、負荷、洗浄
- ↓ 0.1 w/v%炭酸水素ナトリウム溶液及びメタノール (1 : 1) 混液20 mLで溶出

エーテル転溶

- | 4 mol/L塩酸5 mL 及び10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、pH1以下に調整
- | エーテル50 mLを加え、5分振とう
- | エーテル層を採取
- | エーテル50 mL加え、5分振とう
- | エーテル層を合わせて、脱水ろ過
- ↓ ろ液を減圧濃縮、窒素乾固

グラファイトカーボン/エチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム

- | アセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液10 mLで予備洗浄
- | アセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液10 mLで負荷、洗浄
- | アセトニトリル、ギ酸及びトルエン (75 : 1 : 25) 混液30 mLで溶出
- | 溶出液を減圧濃縮、窒素乾固
- | 茶以外：メタノールで正確に1 mLとし、試験溶液とする
- ↓ 茶：メタノールで正確に0.5 mLとし、試験溶液とする

LC-MS/MS定量

5 µL注入

農産物：茶（浸出液：2,4,5-Tのみ）

秤 取（検体9.00 gを100°Cの水540 mLに浸し、室温で5分放置した後、ろ過）

- | 試料30 mL (0.500 g相当)
- ↓ 水70 mL、塩化ナトリウム10 g及び4 mol/L塩酸5 mLを加え、pH1以下に調整

酢酸エチル及びn-ヘキサン (1 : 1) 混液転溶

- | 酢酸エチル及びn-ヘキサン (1 : 1) 混液100 mL加え、5分振とう
- | 酢酸エチル及びn-ヘキサン層を採取
- | 酢酸エチル及びn-ヘキサン (1 : 1) 混液50 mL加え、5分振とう
- | 酢酸エチル及びn-ヘキサン層を合わせて、脱水ろ過
- ↓ ろ液を減圧濃縮、窒素乾固

加水分解

- | メタノール2 mLを加え、溶解
- | 1.5 mol/L水酸化ナトリウム溶液1 mLを加え、80°Cで30分加熱後、放冷
- ↓ 1.5 mol/L塩酸を加え、pH7.5~8.0に調整

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム

- | メタノール及び水各10 mLで予備洗浄
- | 0.1 w/v%炭酸水素ナトリウム16 mLを加え、負荷、洗浄
- ↓ 0.1 w/v%炭酸水素ナトリウム溶液及びメタノール (1 : 1) 混液20 mLで溶出

エーテル転溶

- | 4 mol/L塩酸5 mL 及び10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、pH1以下に調整
- | エーテル50 mLを加え、5分振とう
- | エーテル層を採取
- | エーテル50 mL加え、5分振とう
- | エーテル層を合わせて、脱水ろ過
- ↓ ろ液を減圧濃縮、窒素乾固

グラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム

- | アセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液10 mLで予備洗浄
- | アセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液10 mLで負荷、洗浄
- | アセトニトリル、ギ酸及びトルエン (75 : 1 : 25) 混液30 mLで溶出
- | 溶出液を減圧濃縮、窒素乾固
- ↓ メタノールで正確に1 mLとし、試験溶液とする

LC-MS/MS定量

5 µL注入

畜水産物

秤 取

- | 牛の脂肪及びはちみつ以外：試料10.0 gを採取
- | 牛の脂肪：試料5.00 gを採取
- ↓ はちみつ：試料10.0 gに水20 mLを加え、溶解

塩酸酸性アセトン抽出

- | アセトン100 mL及び4 mol/L塩酸5 mLを加え、ホモジナイズ
- | 吸引ろ過、ろ紙上の残留物を採る
- | 残留物にアセトン50 mLを加え、ホモジナイズ
- | 吸引ろ過、ろ液を合わせ、アセトンで正確に200 mLとする
- | 牛の脂肪以外：抽出液10 mL分取
- ↓ 牛の脂肪：抽出液20 mL分取

酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 1) 混液転溶

- | 10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、混合
- | 酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 1) 混液100 mL加え、5分振とう
- | 酢酸エチル及び*n*-ヘキサン層を採取
- | 酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 1) 混液50 mL加え、5分振とう
- | 酢酸エチル及び*n*-ヘキサン層を合わせて、脱水ろ過
- ↓ ろ液を減圧濃縮、窒素乾固

アセトニトリル/ヘキサン分配 (はちみつ以外)

- | *n*-ヘキサン30 mLを加え、溶解
- | アセトニトリル及び水 (99 : 1) 混液30 mLを加え、5分振とう
- | アセトニトリル層を採取
- | アセトニトリル及び水 (99 : 1) 混液30 mLを加え、
- | 振とう及び採取の操作をさらに2回繰り返す
- ↓ アセトニトリル層を合わせ、減圧濃縮、窒素乾固

加水分解

- | メタノール2 mLを加え、溶解
- | 1.5 mol/L水酸化ナトリウム溶液1 mLを加え、80°Cで30分加熱後、放冷

↓ 1.5 mol/L塩酸を加え、pH7.5～8.0に調整

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム

| メタノール及び水各10 mLで予備洗浄

| 0.1 w/v%炭酸水素ナトリウム16 mLを加え、負荷、洗浄

↓ 0.1 w/v%炭酸水素ナトリウム溶液及びメタノール（1：1）混液20 mLで溶出

エーテル転溶

| 4 mol/L塩酸5 mL 及び10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、pH1以下に調整

| エーテル50 mLを加え、5分振とう

| エーテル層を採取

| エーテル50 mL加え、5分振とう

| エーテル層を合わせて、脱水ろ過

↓ ろ液を減圧濃縮、窒素乾固

グラファイトカーボン/エチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム

| アセトニトリル及びトルエン（3：1）混液10 mLで予備洗浄

| アセトニトリル及びトルエン（3：1）混液10 mLで負荷、洗浄

| アセトニトリル、ギ酸及びトルエン（75：1：25）混液30 mLで溶出

| 溶出液を減圧濃縮、窒素乾固

↓ メタノールで正確に1 mLとし、試験溶液とする

LC-MS/MS定量

5 μL注入

7. マトリックス添加標準溶液の調製

1) 定量限界相当濃度（定量限界の推定用）

ブランク試験溶液から0.2 mL分取し溶媒を除去した後、0.005 mg/Lの標準溶液0.2 mLに溶解したものを、マトリックス添加標準溶液とした。

2) 添加回収試験における回収率 100%相当濃度（試料マトリックスの測定への影響用）

ブランク試験溶液から0.2 mL分取し溶媒を除去した後、Table2-1及び2-2の標準溶液0.2 mLに溶解したものを、マトリックス添加標準溶液とした。なお、酸体である2,4,5-T、2,4-D、2,4-DB及びクロプロップのほかにエステル体として2,4,5-Tブチル、2,4-Dエチル、2,4-DBメチルをそれぞれ選択し添加回収試験を行った。Table2-3及び2-4に基準値を示した。

Table2-1 農産物の標準溶液濃度（mg/L）

食品名	2,4,5-T	2,4-D	2,4-DB	クロプロップ
玄米	0.005	0.05	0.01	0.005
大豆	0.005	0.025	0.1	0.005
らっかせい	0.005	0.025	0.1	0.005
ほうれんそう	0.005	0.04	0.005	0.005
キャベツ	0.005	0.04	0.005	0.005
ばれいしょ	0.005	0.1	0.005	0.005
オレンジ	0.005	0.25	0.005	0.005
りんご	0.005	0.005	0.005	0.005
茶	0.005	0.005	0.005	0.005
コーヒー豆	0.005	0.005	0.005	0.005

Table2-2 畜水産物の標準溶液濃度 (mg/L)

食品名	2,4,5-T	2,4-D	2,4-DB	クロプロップ
牛の筋肉	0.005	0.1	0.1	0.005
牛の脂肪	0.005	0.1	0.1	0.005
牛の肝臓	0.005	0.25	0.1	0.005
鶏卵	0.005	0.005	0.025	0.005
牛乳	0.005	0.005	0.025	0.005
はちみつ	0.005	0.005	0.005	0.005
うなぎ	0.005	0.25	0.005	0.005
さけ	0.005	0.25	0.005	0.005
しじみ	0.005	0.25	0.005	0.005
鶏の筋肉	0.005	0.025	0.025	0.005

Table2-3 農産物の基準値 (ppm)

食品名	2,4,5-T	2,4-D	2,4-DB	クロプロップ
玄米	不検出	0.1	0.02	—
大豆	不検出	0.05	0.2	—
らっかせい	不検出	0.05	0.2	—
ほうれんそう	不検出	0.08	—	—
キャベツ	不検出	0.08	—	—
ばれいしょ	不検出	0.2	—	—
オレンジ	不検出	2	—	—
りんご	不検出	0.01	—	—
茶	不検出	—	—	—
コーヒー豆	不検出	—	—	—

—：基準値無し

Table2-4 畜水産物の基準値 (ppm)

食品名	2,4,5-T	2,4-D	2,4-DB	クロプロップ
牛の筋肉	不検出	0.2	0.2	—
牛の脂肪	不検出	0.2	0.2	—
牛の肝臓	不検出	5	0.2	—
鶏卵	不検出	0.01	0.05	—
牛乳	不検出	0.01	0.05	—
はちみつ	不検出	—	—	—
うなぎ	不検出	1	—	—
さけ	不検出	1	—	—
しじみ	不検出	1	—	—
鶏の筋肉	不検出	0.05	0.05	—

—：基準値無し

[結果及び考察]

1. 測定条件の検討

1) LC 条件の検討

ギ酸等の酸を移動相に加えると、無添加の場合に比べ分離保持は良好になるが、2,4-DB及びクロプロップの感度が低下した。酢酸アンモニウム等の塩を加えた場合には、2,4-DB及びクロプロップの感度低下は観察されず、分離保持も良好であった。また、移動相有機溶媒としてメタノールを用いた場合、クロプロップの分離保持がアセトニトリルと比較して良好であったため、酢酸アンモニウムを加えた水及びメタノールを移動相に採用した。なお、[実験方法]4. 測定条件に示したグラジエント時間を10分又は15分に短縮した場合、2,4,5-T等で20%以上のイオン化阻害又は促進を受ける試料があったが、本試験法開発で用いた装置、測定条件において、グラジエント時間を20分とすることで、イオン化阻害又は促進を回避することが可能であった。

2) MS 条件の検討

2,4,5-T、2,4-D、2,4-DB及びクロプロップはポジティブモードではイオン化されず、ネガティブモードでイオン化が可能であった。各項目とも、プロトンの脱離した脱プロトン分子をプリカーサーイオンに選択した。各プリカーサーイオンからは一つのプロダクトイオンしか得られなかったため、定性イオンは定量イオンとは異なるプリカーサーイオンを選択した。

マススペクトルを図5～16に示した。

3) 検量線の直線性について

各項目の検量線を図1～4に示した。

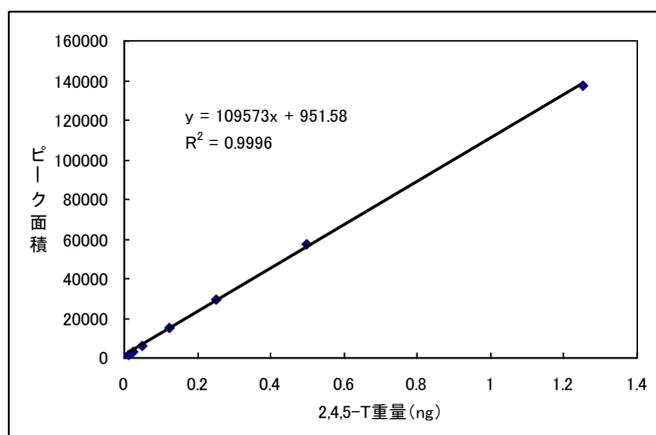


図1 2,4,5-T検量線 (一例)

データ処理装置設定条件の一例

機種 (メーカー) : TargetLynx (Waters製)

ピークの定量方法 : ピーク面積法

検量線の種類 : 最小二乗法

検量線基準ピークの重量 : 0.0125 ng～1.25 ng

検量線傾き (a) : a = 109573

検量線切片 (b) : b = 951.58

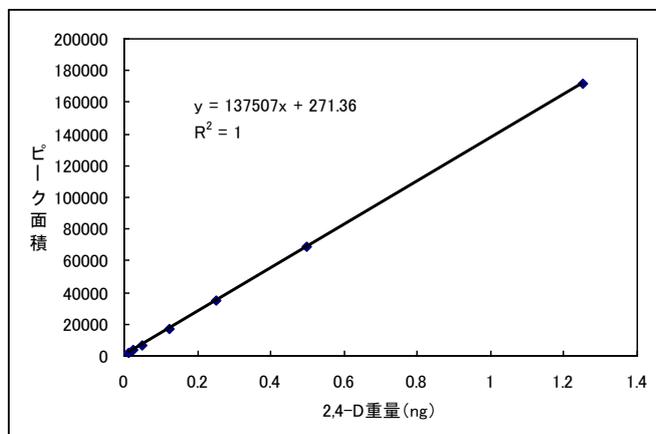


図2 2,4-D検量線 (一例)

データ処理装置設定条件の一例

機種 (メーカー) : TargetLynx (Waters製)

ピークの定量方法 : ピーク面積法

検量線の種類 : 最小二乗法

検量線基準ピークの重量 : 0.0125 ng～1.25 ng

検量線傾き (a) : a = 137507

検量線切片 (b) : b = 271.36

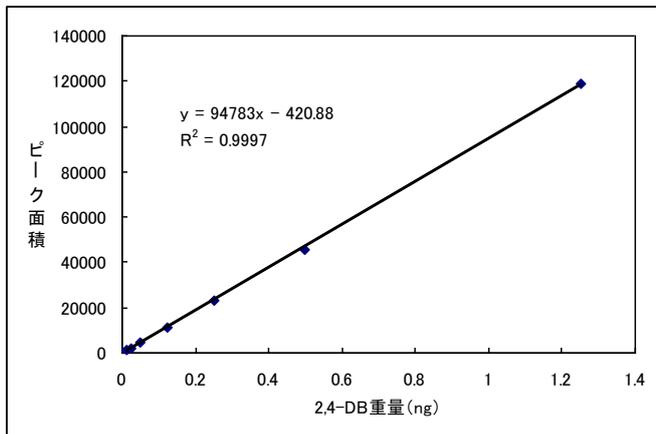


図3 2,4-DB検量線（一例）

データ処理装置設定条件の一例

機種（メーカー）：TargetLynx（Waters製）

ピークの定量方法：ピーク面積法

検量線の種類：最小二乗法

検量線基準ピークの重量：0.0125 ng～1.25 ng

検量線傾き（a）：a = 94783

検量線切片（b）：b = -420.88

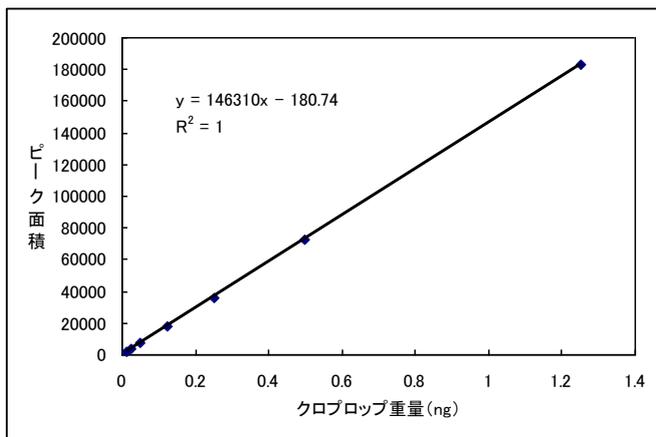


図4 クロプロップ検量線（一例）

データ処理装置設定条件の一例

機種（メーカー）：TargetLynx（Waters製）

ピークの定量方法：ピーク面積法

検量線の種類：最小二乗法

検量線基準ピークの重量：0.0125 ng～1.25 ng

検量線傾き（a）：a = 146310

検量線切片（b）：b = -180.74

4) 検出限界及び定量限界について

2,4,5-T：0.01 mg/kg（検出限界）

2,4-D：0.01 mg/kg（定量限界）

2,4-DB：0.01 mg/kg（定量限界）

クロプロップ：0.01 mg/kg（定量限界）

抹茶及びホップ以外の農産物及び畜水産物

0.01 mg/kg [(1 mL/0.5 g^{*1}) × (0.025 ng/5 μL)]

*1 20.00 g × 5 mL/200 mL（果実及び野菜の場合）

10.0 g × 10 mL/200 mL（果実、野菜、脂肪及び抹茶以外の茶以外の場合）

5.00 g × 20 mL/200 mL（脂肪の場合）

9.00 g × 30 mL/540 mL（抹茶以外の茶の場合）

抹茶及びホップまたは茶（茶葉そのもの：2,4,5-T以外の試験を行う場合）

0.01 mg/kg [(0.5 mL/0.25 g^{*2}) × (0.025 ng/5 μL)]

*2 5.00 g × 10 mL/200 mL

2. 試験溶液調製法の検討

1) 抽出方法の検討

厚生労働省告示第370号「2,4,5-T試験法」及び食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法「2,4-D、2,4-DB及びクロプロップ試験法」に従い、抽出溶媒はアセトン（塩酸

酸性下) を用いて抽出した。

2) 酢酸エチル及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液転溶の検討

アセトン20 mL、10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mL及び4 mol/L塩酸5 mLを混合し、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 1) 混液で転溶した。エステル体については転溶操作後、加水分解及びエーテル転溶をした。転溶状況をTable3に示した。酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 1) 混液100 mL、50 mLの2回で良好な回収率が得られたため、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 1) 混液転溶は2回とした。

Table3 転溶状況 (%)

	酢酸エチル及び <i>n</i> -ヘキサン (1 : 1) 混液			合計
	1 回目 100 mL	2 回目 50 mL	3 回目 50 mL	
2,4,5-T	93	12	tr	105
2,4,5-T ブチル	113	0	0	113
2,4-D	90	15	tr	105
2,4-D エチル	101	0	0	101
2,4-DB	103	6	0	109
2,4-DB メチル	102	0	0	102
クロプロップ	101	10	0	111

供試量 : 0.5 µg

3) アセトニトリル/ヘキサン分配方法の検討

転溶操作後 (アセトン20 mL、10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mL及び4 mol/L塩酸5 mLから酢酸エチル及び*n*-ヘキサン (1 : 1) 混液100 mL、50 mLの2回で転溶) の残渣を*n*-ヘキサン30 mLに溶解し、ヘキサン飽和アセトニトリルまたはアセトニトリル及び水 (99 : 1) 混液で抽出した。エステル体については分配操作後、加水分解及びエーテル転溶をした。分配状況をTable4-1、4-2及び4-3に示した。いずれの条件でも良好な回収率が得られたが、Table4-3に示したようにマトリックス共存下にて良好な回収率が得られたアセトニトリル及び水 (99 : 1) 混液3回の条件を採用した。

Table4-1 ヘキサン飽和アセトニトリルによる分配状況 (%)

	ヘキサン	ヘキサン飽和アセトニトリル			合計
	30 mL	1 回目 30 mL	2 回目 30 mL	3 回目 30 mL	
2,4,5-T	0	87	4	tr	91
2,4,5-T ブチル	0	72	19	4	95
2,4-D	0	84	3	tr	87
2,4-D エチル	0	73	10	tr	83
2,4-DB	0	103	3	0	106
2,4-DB メチル	0	77	15	2	94
クロプロップ	0	94	4	0	98

供試量 : 0.5 µg

Table4-2 アセトニトリル及び水（99：1）混液による分配状況（％）

	ヘキサン	アセトニトリル及び水（99：1）混液			合計
	30 mL	1回目 30 mL	2回目 30 mL	3回目 30 mL	
2,4,5-T	0	97	2	0	99
2,4,5-T ブチル	0	78	17	3	98
2,4-D	0	92	3	tr	95
2,4-D エチル	0	79	9	tr	88
2,4-DB	0	95	3	tr	98
2,4-DB メチル	0	80	13	tr	93
クロプロップ	0	92	3	tr	95

供試量：0.5 µg

Table4-3 さけを用いてのアセトニトリル/ヘキサン分配検討

	ヘキサン飽和アセトニトリル		アセトニトリル及び水（99：1）	
	回収率（％）	ピーク面積比 ^{※1}	回収率（％）	ピーク面積比 ^{※1}
2,4,5-T	69	0.98	89	1.07
2,4,5-T ブチル	89	0.98	86	1.07
2,4-D	78	0.91	92	0.98
2,4-D エチル	91	0.91	102	0.98
2,4-DB	93	0.99	93	0.97
2,4-DB メチル	85	0.99	97	0.97
クロプロップ	83	1.03	92	1.02

添加濃度：0.01 ppm

※1：マトリックス添加標準溶液の溶媒標準溶液に対するピーク面積比

3) 加水分解の検討

現告示試験法である「2,4,5-T試験法」の加水分解条件を参考に、メタノール2 mLで溶解、1.5 mol/L水酸化ナトリウム溶液1 mLを加え、80°Cの水浴中で30分間加熱、放冷後、10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mL及び4 mol/L塩酸5 mLを加えpH1以下に調整、エーテル50 mL2回で転溶した。加水分解率をTable5に示した。良好な加水分解率が得られたため、この条件を採用した。

Table5 加水分解率（％）

	加水分解率
2,4,5-T	91
2,4,5-T ブチル	106
2,4-D	90
2,4-D エチル	97
2,4-DB	96
2,4-DB メチル	110
クロプロップ	91

供試量：0.5 µg

4) エーテル転溶の検討

0.1 w/v%炭酸水素ナトリウム及びメタノール（1：1）混液20 mL、10 w/v%塩化ナトリウム溶液100 mL及び4 mol/L塩酸5 mLを混合し、エーテルで転溶した。転溶状況をTable6に示した。エーテル2回で良好な回収率が得られたため、エーテル転溶は2回とした。

Table6 転溶状況 (%)

	エーテル			合計
	1回目 50 mL	2回目 50 mL	3回目 50 mL	
2,4,5-T	93	8	0	101
2,4-D	91	9	0	100
2,4-DB	96	7	0	103
クロプロップ	98	8	0	106

供試量 : 0.5 µg

4) 精製方法の検討

①オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムによる精製

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムをメタノール及び水各10 mLで予備洗浄した後、加水分解後の溶液に0.1 w/v%炭酸水素ナトリウム溶液16 mLを加え負荷した。溶出状況をTable7-1～7-6に示した。いずれの製品も負荷溶液では溶出せず、0.1 w/v%炭酸水素ナトリウム溶液及びメタノール (1 : 1) 混液20 mLで概ね良好な回収率が得られたため、これを採用した。なお、メーカーによらず概ね良好な回収率が得られたが、本試験法開発ではMega Bond Elut C18を採用した。

Table7-1 オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムからの溶出状況 (%)

負荷溶液	0.1 w/v%炭酸水素ナトリウム溶液及びメタノール混液 (1 : 1)		合計	
	0-20 mL	20-30 mL		
	2,4,5-T	0		96
2,4-D	0	93	tr	93
2,4-DB	0	102	0	102
クロプロップ	0	97	tr	97

Mega Bond Elut C18 (充てん量1000 mg、Agilent Technologies製)

供試量 : 0.5 µg

Table7-2 オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムからの溶出状況 (%)

負荷溶液	0.1 w/v%炭酸水素ナトリウム溶液及びメタノール混液 (1 : 1)		合計	
	0-20 mL	20-30 mL		
	2,4,5-T	0		93
2,4-D	0	92	tr	92
2,4-DB	tr	98	2	100
クロプロップ	tr	91	tr	91

InertSep C18 (充てん量1000 mg、ジーエルサイエンス製)

供試量 : 0.5 µg

Table7-3 オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムからの溶出状況 (%)

負荷溶液	0.1 w/v%炭酸水素ナトリウム溶液及びメタノール混液 (1 : 1)		合計	
	0-20 mL	20-30 mL		
	2,4,5-T	0		97
2,4-D	0	97	tr	97
2,4-DB	tr	101	1	102
クロプロップ	0	94	tr	94

InertSep C18-B (充てん量1000 mg、ジーエルサイエンス製)

供試量 : 0.5 µg

Table7-4 オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムからの溶出状況 (%)

	負荷溶液	0.1 w/v%炭酸水素ナトリウム溶液及びメタノール混液 (1 : 1)		合計
		0-20 mL	20-30 mL	
2,4,5-T	0	92	tr	92
2,4-D	0	91	tr	91
2,4-DB	tr	95	tr	95
クロプロップ	tr	88	tr	88

InertSep C18-C (充てん量1000 mg、ジーエルサイエンス製)

供試量 : 0.5 µg

Table7-5 オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムからの溶出状況 (%)

	負荷溶液	0.1 w/v%炭酸水素ナトリウム溶液及びメタノール混液 (1 : 1)		合計
		0-20 mL	20-30 mL	
2,4,5-T	0	86	1	87
2,4-D	0	80	tr	80
2,4-DB	tr	91	2	93
クロプロップ	0	85	tr	85

Sep-Pak C18 (充てん量1000 mg、Waters製)

供試量 : 0.5 µg

Table7-6 オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムからの溶出状況 (%)

	負荷溶液	0.1 w/v%炭酸水素ナトリウム溶液及びメタノール混液 (1 : 1)		合計
		0-20 mL	20-30 mL	
2,4,5-T	0	85	2	87
2,4-D	0	81	tr	81
2,4-DB	tr	88	2	90
クロプロップ	0	83	tr	83

Sep-Pak tC18 (充てん量1000 mg、Waters製)

供試量 : 0.5 µg

②グラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムによる精製
 グラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムをアセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液10 mLで予備洗浄した後、グラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムにアセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 混液10 mLで負荷した。溶出状況をTable8-1に示した。アセトニトリル及びトルエン (3 : 1) 10 mLでは溶出せず、アセトニトリル、ギ酸及びトルエン (75 : 1 : 25) 混液0-30 mLで良好な回収率が得られた。なお、事前検討における溶出状況をTable8-2及び8-3に示した。Table8-2に示すように、トルエンを加えない条件では2,4,5-Tの回収率が悪かった。また、Table8-3に示すように、アセトニトリル、ギ酸及びトルエンの割合は (75 : 1 : 25) までの条件で良好な回収率が得られたため、本試験法開発ではアセトニトリル、ギ酸及びトルエン (75 : 1 : 25) 30 mLにて回収する条件を採用した。

なお、参考データとして各メーカーにおけるグラファイトカーボンミニカラムの溶出状況をTable8-4～8-6に示した。ギ酸を入れることで、メーカーによらず良好な回収率が得られた。

Table8-1 グラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムからの溶出状況 (%)

	アセトニトリル 及びトルエン (3 : 1)	アセトニトリル、ギ酸及びトルエン (75 : 1 : 25) 混液			合計
	0-10 mL	0-10 mL	10-20 mL	20-30 mL	
2,4,5-T	0	86	19	tr	105
2,4-D	0	94	14	tr	108
2,4-DB	0	100	tr	0	100
クロプロップ	0	110	tr	0	110

InertSep GC/PSA (充てん量500 mg/500 mg、ジーエルサイエンス製)

供試量 : 0.5 µg

Table8-2 グラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムからの溶出状況 (%)

	アセトニトリル	アセトニトリル及びギ酸 (100 : 1)			合計
	0-10 mL	0-10 mL	10-20 mL	20-30 mL	
2,4,5-T	0	0	0	0	1
2,4-D	0	tr	58	17	4
2,4-DB	0	tr	55	48	7
クロプロップ	0	84	9	tr	0

InertSep GC/PSA (充てん量500 mg/500 mg、ジーエルサイエンス製)

供試量 : 0.5 µg

Table8-3 グラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムからの溶出状況 (%)

	アセトニトリル、ギ酸及びトルエン混液					合計
	(75 : 0 : 25)	(75 : 0.2 : 25)	(75 : 0.5 : 25)	(75 : 1 : 25)	(75 : 2 : 25)	
	0-10 mL	0-10 mL	0-10 mL	0-10 mL	0-10 mL	
2,4,5-T	0	0	tr	101	0	101
2,4-D	0	0	tr	103	0	103
2,4-DB	0	0	82	27	0	109
クロプロップ	0	0	59	53	0	112

InertSep GC/PSA (充てん量500 mg/500 mg、ジーエルサイエンス製)

供試量 : 0.5 µg

Table8-4 グラファイトカーボンミニカラムからの溶出状況 (%)

	アセトニトリル、ギ酸及びトルエン混液			合計
	(75 : 0 : 25)	(75 : 0.2 : 25)	(75 : 0.5 : 25)	
	0-10 mL	0-10 mL	0-10 mL	
2,4,5-T	75	31	3	109
2,4-D	80	24	2	106
2,4-DB	96	18	tr	114
クロプロップ	90	18	tr	108

InertSep GC (充てん量500 mg、ジーエルサイエンス製)

供試量 : 0.5 µg

Table8-5 グラファイトカーボンミニカラムからの溶出状況 (%)

	アセトニトリル、ギ酸及びトルエン混液			合計
	(75 : 0 : 25)	(75 : 0.2 : 25)	(75 : 0.5 : 25)	
	0-10 mL	0-10 mL	0-10 mL	
2,4,5-T	0	102	5	107
2,4-D	0	102	3	105
2,4-DB	0	105	tr	105
クロプロップ	0	102	2	104

Spelclean Envi-Carb (充てん量250 mg、スペルコ製)

供試量 : 0.5 µg

Table8-6 グラファイトカーボンミニカラムからの溶出状況 (%)

	アセトニトリル、ギ酸及びトルエン混液			合計
	(75 : 0 : 25)	(75 : 0.2 : 25)	(75 : 0.5 : 25)	
	0-10 mL	0-10 mL	0-10 mL	
2,4,5-T	60	38	6	104
2,4-D	67	32	5	104
2,4-DB	84	19	0	103
クロプロップ	74	22	3	99

Carbon (充てん量500 mg、Waters製)

供試量 : 0.5 µg

3. 添加回収試験

農産物については、玄米、大豆、らっかせい、ほうれんそう、キャベツ、ばれいしょ、オレンジ、りんご及び茶の9品目にコーヒー豆を加えた10品目を試料とした。また、畜水産物については、牛の筋肉、牛の脂肪、牛の肝臓、鶏卵、牛乳、はちみつ、うなぎ、さけ、しじみ及びはちみつの9品目に鶏の筋肉を加えた10品目を試料とした。

2,4,5-T、2,4-D、2,4-DB及びクロプロップをTable9-1及び9-2に示したとおりに添加し、[実験方法]6の分析法に従って添加回収試験を行った。

Table9-1 農産物の添加濃度 (ppm)

食品名	2,4,5-T	2,4-D	2,4-DB	クロプロップ
玄米	0.01	0.1	0.02	0.01
大豆	0.01	0.05	0.2	0.01
らっかせい	0.01	0.05	0.2	0.01
ほうれんそう	0.01	0.08	0.01	0.01
キャベツ	0.01	0.08	0.01	0.01
ばれいしょ	0.01	0.2	0.01	0.01
オレンジ	0.01	2	0.01	0.01
りんご	0.01	0.01	0.01	0.01
茶	0.01	0.01	0.01	0.01
コーヒー豆	0.01	0.01	0.01	0.01

Table9-2 畜水産物の添加濃度 (ppm)

食品名	2,4,5-T	2,4-D	2,4-DB	クロプロップ
牛の筋肉	0.01	0.2	0.2	0.01
牛の脂肪	0.01	0.2	0.2	0.01
牛の肝臓	0.01	5	0.2	0.01
鶏卵	0.01	0.01	0.05	0.01
牛乳	0.01	0.01	0.05	0.01
はちみつ	0.01	0.01	0.01	0.01
うなぎ	0.01	1	0.01	0.01
さけ	0.01	1	0.01	0.01
しじみ	0.01	1	0.01	0.01
鶏の筋肉	0.01	0.05	0.05	0.01

1) 選択性の評価

Table 10-1 2,4,5-Tの選択性の評価

No.	分析対象化合物	食品名	定量限界 (mg/kg)	基準値 ¹⁾ (ppm)	添加濃度 ²⁾ (ppm)	妨害ピークの許容範囲		ピーク面積(高さ) ³⁾			選択性の評価 ⁵⁾	備考		
						評価対象濃度 (ppm)	判定基準	面積又は高さの別	ブランク試料 (a)	標準溶液 ⁴⁾ (b)			面積(高さ)比 (a)/(b)	
1	2,4,5-T	玄米	0.01	不検出	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		大豆	0.01	不検出	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		らっかせい	0.01	不検出	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		ほうれんそう	0.01	不検出	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		キャベツ	0.01	不検出	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		ばれいしょ	0.01	不検出	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		オレンジ	0.01	不検出	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		りんご	0.01	不検出	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		茶	0.01	不検出	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		茶(浸出液)	0.01	不検出	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		コーヒー豆	0.01	不検出	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		牛の筋肉	0.01	不検出	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		牛の脂肪	0.01	不検出	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		牛の肝臓	0.01	不検出	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		鶏卵	0.01	不検出	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		牛乳	0.01	不検出	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		はちみつ	0.01	不検出	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		うなぎ	0.01	不検出	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		さけ	0.01	不検出	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		しじみ	0.01	不検出	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
鶏の筋肉	0.01	不検出	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○			

¹⁾ 基準値は、基準値未設定の場合には一律基準(0.01 ppm)を用いる。
²⁾ 添加濃度と評価対象濃度が異なる場合(定量限界と基準値との関係が、『定量限界<基準値×3』となる場合)には、『*』が表示される。『*』が表示された分析対象化合物は、添加濃度と評価対象濃度が異なるため、別途、定量限界濃度相当のマトリックス添加標準溶液を調製して評価する。
³⁾ ブランク試料及び標準溶液の順に測定した結果から評価する。(必要に応じて起爆注入を行う。)
⁴⁾ 試料中の濃度が「評価対象濃度(基準値濃度又は定量限界濃度)」相当になるように、ブランク試料の試験溶液で調製した標準溶液(マトリックス添加標準溶液)を用いる。ブランク試料に妨害ピークが観察されなかった場合には、標準溶液のピーク面積(高さ)は求めなくても良い。
⁵⁾ 面積(高さ)比が、妨害ピークの許容範囲の判定基準に適合する場合には「○」、適合しない場合には「×」を記載する。

Table 10-2 2,4-Dの選択性の評価

No.	分析対象化合物	食品名	定量限界 (mg/kg)	基準値 ¹⁾ (ppm)	添加濃度 ²⁾ (ppm)	妨害ピークの許容範囲		ピーク面積(高さ) ³⁾			選択性の評価 ⁵⁾	備考			
						評価対象濃度 (ppm)	判定基準	面積又は高さの別	ブランク試料 (a)	標準溶液 ⁴⁾ (b)			面積(高さ)比 (a)/(b)		
1	2,4-D	玄米	0.01	0.1	0.1	基準値	0.1	< 0.100	面積	0		#DIV/0!	○		
		大豆	0.01	0.05	0.05	基準値	0.05	< 0.100	面積	0		#DIV/0!	○		
		らっかせい	0.01	0.05	0.05	基準値	0.05	< 0.100	面積	0		#DIV/0!	○		
		ほうれんそう	0.01	0.08	0.08	基準値	0.08	< 0.100	面積	0		#DIV/0!	○		
		キャベツ	0.01	0.08	0.08	基準値	0.08	< 0.100	面積	0		#DIV/0!	○		
		ばれいしょ	0.01	0.2	0.2	基準値	0.2	< 0.100	面積	0		#DIV/0!	○		
		オレンジ	0.01	2.	2.	基準値	2.	< 0.100	面積	0		#DIV/0!	○		
		りんご	0.01	0.01	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○		
		茶	0.01	0.01	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○		
		コーヒー豆	0.01	0.01	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○		
		牛の筋肉	0.01	0.2	0.2	基準値	0.2	< 0.100	面積	0		#DIV/0!	○		
		牛の脂肪	0.01	0.2	0.2	基準値	0.2	< 0.100	面積	0		#DIV/0!	○		
		牛の肝臓	0.01	5.	5.	基準値	5.	< 0.100	面積	0		#DIV/0!	○		
		鶏卵	0.01	0.01	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○		
		牛乳	0.01	0.01	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○		
		はちみつ	0.01	0.01	0.01	定量限界	0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○		
		うなぎ	0.01	1.	1.	基準値	1.	< 0.100	面積	0		#DIV/0!	○		
		さけ	0.01	1.	1.	基準値	1.	< 0.100	面積	462	115978		0.004	○	
		しじみ	0.01	1.	1.	基準値	1.	< 0.100	面積	0		#DIV/0!	○		
		鶏の筋肉	0.01	0.05	0.05	基準値	0.05	< 0.100	面積	0		#DIV/0!	○		

¹⁾ 基準値は、基準値未設定の場合には一律基準(0.01 ppm)を用いる。
²⁾ 添加濃度と評価対象濃度が異なる場合(定量限界と基準値との関係が、『定量限界<基準値×3』となる場合)には、『*』が表示される。『*』が表示された分析対象化合物は、添加濃度と評価対象濃度が異なるため、別途、定量限界濃度相当のマトリックス添加標準溶液を調製して評価する。
³⁾ ブランク試料及び標準溶液の順に測定した結果から評価する。(必要に応じて起爆注入を行う。)
⁴⁾ 試料中の濃度が「評価対象濃度(基準値濃度又は定量限界濃度)」相当になるように、ブランク試料の試験溶液で調製した標準溶液(マトリックス添加標準溶液)を用いる。ブランク試料に妨害ピークが観察されなかった場合には、標準溶液のピーク面積(高さ)は求めなくても良い。
⁵⁾ 面積(高さ)比が、妨害ピークの許容範囲の判定基準に適合する場合には「○」、適合しない場合には「×」を記載する。

Table 10-3 2,4-DBの選択性の評価

No.	分析対象化合物	食品名	定量限界 (mg/kg)	基準値 ¹ (ppm)	添加濃度 ² (ppm)	妨害ピークの許容範囲		ピーク面積(高さ) ³			選択性の評価 ⁵	備考		
						評価対象濃度 (ppm)	判定基準	面積又は高さの別	ブランク試料 (a)	標準溶液 ⁴ (b)			面積(高さ)比 (a)/(b)	
1	2,4-DB	玄米	0.01	0.02	0.02	*	定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		大豆	0.01	0.2	0.2		基準値 0.2	< 0.100	面積	0		#DIV/0!	○	
		らっかせい	0.01	0.2	0.2		基準値 0.2	< 0.100	面積	0		#DIV/0!	○	
		ほうれんそう	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		キャベツ	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		ばれいしょ	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		オレンジ	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		りんご	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		茶	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		コーヒー豆	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		牛の筋肉	0.01	0.2	0.2		基準値 0.2	< 0.100	面積	0		#DIV/0!	○	
		牛の脂肪	0.01	0.2	0.2		基準値 0.2	< 0.100	面積	0		#DIV/0!	○	
		牛の肝臓	0.01	0.2	0.2		基準値 0.2	< 0.100	面積	0		#DIV/0!	○	
		鶏卵	0.01	0.05	0.05		基準値 0.05	< 0.100	面積	0		#DIV/0!	○	
		牛乳	0.01	0.05	0.05		基準値 0.05	< 0.100	面積	0		#DIV/0!	○	
		はちみつ	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		うなぎ	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		さけ	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		しじみ	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		鶏の筋肉	0.01	0.05	0.05		基準値 0.05	< 0.100	面積	0		#DIV/0!	○	

¹ 基準値は、基準値未設定の場合には一律基準(0.01 ppm)を用いる。
² 添加濃度と評価対象濃度が異なる場合(定量限界と基準値との関係が、『定量限界<基準値<定量限界×3』となる場合)には、『*』が表示される。『*』が表示された分析対象化合物は、添加濃度と評価対象濃度が異なるため、別途、定量限界濃度相当のマトリックス添加標準溶液を調製して評価する。
³ ブランク試料及び標準溶液の順に測定した結果から評価する。(必要に応じて起爆注入を行う。)
⁴ 試料中の濃度が「評価対象濃度(基準値濃度又は定量限界濃度)」相当になるように、ブランク試料の試験溶液で調製した標準溶液(マトリックス添加標準溶液)を用いる。ブランク試料に妨害ピークが観察されなかった場合には、標準溶液のピーク面積(高さ)は求めなくても良い。
⁵ 面積(高さ)比が、妨害ピークの許容範囲の判定基準に適合する場合には「○」、適合しない場合には「×」を記載する。

Table 10-4 クロプロップの選択性の評価

No.	分析対象化合物	食品名	定量限界 (mg/kg)	基準値 ¹ (ppm)	添加濃度 ² (ppm)	妨害ピークの許容範囲		ピーク面積(高さ) ³			選択性の評価 ⁵	備考		
						評価対象濃度 (ppm)	判定基準	面積又は高さの別	ブランク試料 (a)	標準溶液 ⁴ (b)			面積(高さ)比 (a)/(b)	
1	クロプロップ	玄米	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		大豆	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		らっかせい	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		ほうれんそう	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		キャベツ	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		ばれいしょ	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		オレンジ	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		りんご	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		茶	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		コーヒー豆	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		牛の筋肉	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		牛の脂肪	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		牛の肝臓	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		鶏卵	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		牛乳	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		はちみつ	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		うなぎ	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		さけ	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		しじみ	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	
		鶏の筋肉	0.01	0.01	0.01		定量限界 0.01	< 0.333	面積	0		#DIV/0!	○	

¹ 基準値は、基準値未設定の場合には一律基準(0.01 ppm)を用いる。
² 添加濃度と評価対象濃度が異なる場合(定量限界と基準値との関係が、『定量限界<基準値<定量限界×3』となる場合)には、『*』が表示される。『*』が表示された分析対象化合物は、添加濃度と評価対象濃度が異なるため、別途、定量限界濃度相当のマトリックス添加標準溶液を調製して評価する。
³ ブランク試料及び標準溶液の順に測定した結果から評価する。(必要に応じて起爆注入を行う。)
⁴ 試料中の濃度が「評価対象濃度(基準値濃度又は定量限界濃度)」相当になるように、ブランク試料の試験溶液で調製した標準溶液(マトリックス添加標準溶液)を用いる。ブランク試料に妨害ピークが観察されなかった場合には、標準溶液のピーク面積(高さ)は求めなくても良い。
⁵ 面積(高さ)比が、妨害ピークの許容範囲の判定基準に適合する場合には「○」、適合しない場合には「×」を記載する。

いずれの試料においても妨害ピークは認められず、選択性は良好であった。

2) 真度、精度及び定量限界の評価

Table 11-1 2,4,5-Tの真度、精度及び定量限界の評価

No.	分析対象化合物	食品名	定量限界 (mg/kg)	基準値 ¹⁾ (ppm)	添加濃度 (ppm)	定量限界 の評価 ²⁾	検量線					回収率 (%)					真度 (%)	併行精度 (RSD%)	S/N比 ³⁾			備考
							傾き	切片	r ² 値	n=1	n=2	n=3	n=4	n=5	Max.	Min.			平均値			
1	2,4,5-T	玄米	0.01	不検出	0.01		372562	-16	1	103	94	89	92	97	94.9	5.5	213.77	176.61	195.2			
		大豆	0.01	不検出	0.01		359730	69	1	85	90	92	86	91	88.9	3.3	935.13	1057	996.1			
		らっかせい	0.01	不検出	0.01		320992	-19	1	87	102	97	98	91	94.8	6.3	367.71	150.38	259.0			
		ほうれんそう	0.01	不検出	0.01		360187	2	1	87	95	90	102	96	94.1	6.1	176.61	130.88	153.7			
		キャベツ	0.01	不検出	0.01		397074	-56	1	86	84	95	96	88	89.7	6.1	270.49	150.38	210.4			
		ばれいしょ	0.01	不検出	0.01		542437	9	1	98	104	101	99	92	98.7	4.6	213.77	150.38	182.1			
		オレンジ	0.01	不検出	0.01		268853	-17	1	118	120	113	100	110	112.0	7.2	270.49	130.88	200.7			
		りんご	0.01	不検出	0.01		387061	26	1	97	100	104	92	98	98.1	4.5	176.61	176.61	176.6			
		茶	0.01	不検出	0.01		372583	51	1	89	87	73	100	86	87.0	10.9	180.06	118.36	149.2			
		茶(浸出液)	0.01	不検出	0.01		346021	-34	1	88	91	97	95	99	94.1	4.5	130.88	270.49	200.7			
		コーヒー豆	0.01	不検出	0.01		326832	-110	1	77	84	90	64	84	79.7	12.7	572.97	150.38	361.7			
		牛の筋肉	0.01	不検出	0.01		360439	26	1	111	108	110	105	100	106.7	4.1	130.88	176.61	153.7			
		牛の脂肪	0.01	不検出	0.01		373335	-50	1	106	110	107	109	106	107.4	1.7	367.71	367.71	367.7			
		牛の肝臓	0.01	不検出	0.01		415063	-138	1	98	102	100	107	111	103.9	5.0	270.49	103.81	187.1			
		鶏卵	0.01	不検出	0.01		347685	-54	1	72	84	80	77	84	79.4	6.1	270.49	270.49	270.5			
		牛乳	0.01	不検出	0.01		379255	14	1	95	86	98	99	89	93.3	6.2	180.06	153.32	166.7			
		はちみつ	0.01	不検出	0.01		421641	-50	1	76	83	83	85	89	83.2	5.7	176.61	150.38	163.5			
		うなぎ	0.01	不検出	0.01		193870	-56	1	97	108	110	105	99	103.7	5.6	1050.8	1050.8	1050.8			
		さけ	0.01	不検出	0.01		350281	-92	1	105	114	105	100	113	107.2	5.5	367.71	367.71	367.7			
		しじみ	0.01	不検出	0.01		396222	-87	1	102	103	102	102	102	102.3	0.4	103.81	176.61	140.2			
鶏の筋肉	0.01	不検出	0.01		359257	-37	1	120	120	101	96	91	105.4	12.7	176.61	115.81	146.2					

¹⁾ 基準値は、基準値未設定の場合には一律基準(0.01 ppm)を用いる。

²⁾ 添加濃度が定量限界濃度と異なる場合には、『*』が表示される。その場合には、S/N比の算出は不要であるが、別途、定量限界の推定を行う。

³⁾ 得られた回収率の中で最大値を与えるピーク(Max.)及び最小値を与えるピーク(Min.)のそれぞれのS/N比を求める。

Table 11-2 2,4,5-Tブチルの真度、精度及び定量限界の評価

No.	分析対象化合物	食品名	定量限界 (mg/kg)	基準値 ¹⁾ (ppm)	添加濃度 (ppm)	定量限界 の評価 ²⁾	検量線					回収率 (%)					真度 (%)	併行精度 (RSD%)	S/N比 ³⁾			備考
							傾き	切片	r ² 値	n=1	n=2	n=3	n=4	n=5	Max.	Min.			平均値			
1	2,4,5-Tブチル	玄米	0.01	不検出	0.01		372562	-16	1	101	98	92	94	100	97.2	3.9	176.61	176.61	176.6			
		大豆	0.01	不検出	0.01		359730	69	1	85	89	92	93	94	90.6	4.0	572.97	572.97	573.0			
		らっかせい	0.01	不検出	0.01		320992	-19	1	85	88	100	92	93	91.4	6.2	176.61	103.81	140.2			
		ほうれんそう	0.01	不検出	0.01		360187	2	1	94	103	101	103	95	99.1	4.6	270.49	270.49	270.5			
		キャベツ	0.01	不検出	0.01		397074	-56	1	101	97	99	103	97	99.2	3.0	270.49	176.61	223.5			
		ばれいしょ	0.01	不検出	0.01		542437	9	1	93	96	101	104	101	98.9	4.7	213.77	270.49	242.1			
		オレンジ	0.01	不検出	0.01		268853	-17	1	119	119	109	100	102	109.7	8.2	176.61	150.38	163.5			
		りんご	0.01	不検出	0.01		387061	26	1	114	106	102	104	104	106.1	4.6	367.71	176.61	272.2			
		茶	0.01	不検出	0.01		372583	51	1	92	85	98	93	92	92.1	5.0	584.08	275.75	429.9			
		茶(浸出液)	0.01	不検出	0.01		346021	-34	1	111	104	117	114	111	111.7	4.2	130.88	572.97	351.9			
		コーヒー豆	0.01	不検出	0.01		326832	-110	1	111	102	97	104	105	103.6	4.8	270.49	270.49	270.5			
		牛の筋肉	0.01	不検出	0.01		360439	26	1	111	105	96	111	99	104.5	6.7	150.38	213.77	182.1			
		牛の脂肪	0.01	不検出	0.01		373335	-50	1	99	109	113	115	103	107.8	6.3	367.71	367.71	367.7			
		牛の肝臓	0.01	不検出	0.01		415063	-138	1	119	117	114	117	114	116.2	1.8	317.42	309.08	313.3			
		鶏卵	0.01	不検出	0.01		347685	-54	1	77	72	79	67	77	74.4	6.2	572.97	176.61	374.8			
		牛乳	0.01	不検出	0.01		379255	14	1	101	101	99	107	109	103.2	4.2	275.75	180.06	227.9			
		はちみつ	0.01	不検出	0.01		421641	-50	1	100	95	91	101	98	97.0	4.2	213.77	176.61	195.2			
		うなぎ	0.01	不検出	0.01		193870	-56	1	105	108	115	103	103	106.8	4.9	208.75	208.75	208.8			
		さけ	0.01	不検出	0.01		350281	-92	1	97	103	103	94	99	99.1	3.9	176.61	270.49	223.5			
		しじみ	0.01	不検出	0.01		396222	-87	1	97	104	102	99	107	101.8	3.9	176.61	115.81	146.2			
鶏の筋肉	0.01	不検出	0.01		359257	-37	1	119	102	101	107	102	106.0	7.1	270.49	150.38	210.4					

¹⁾ 基準値は、基準値未設定の場合には一律基準(0.01 ppm)を用いる。

²⁾ 添加濃度が定量限界濃度と異なる場合には、『*』が表示される。その場合には、S/N比の算出は不要であるが、別途、定量限界の推定を行う。

³⁾ 得られた回収率の中で最大値を与えるピーク(Max.)及び最小値を与えるピーク(Min.)のそれぞれのS/N比を求める。

Table 11-3 2,4-Dの真度、精度及び定量限界の評価

No.	分析対象化合物	食品名	定量限界 (mg/kg)	基準値 ¹⁾ (ppm)	添加濃度 (ppm)	定量限界 の評価 ²⁾	検量線					回収率 (%)					真度 (%)	併行精度 (RSD%)	S/N比 ³⁾			備考
							傾き	切片	r ² 値	n=1	n=2	n=3	n=4	n=5	Max.	Min.			平均値			
1	2,4-D	玄米	0.01	0.1	0.1	*	550192	133	1	100	93	93	86	91	92.9	5.4			#DIV/0!			
		大豆	0.01	0.05	0.05	*	513678	-66	1	98	104	101	102	98	100.7	2.4			#DIV/0!			
		らっかせい	0.01	0.05	0.05	*	480838	116	1	81	90	90	83	81	85.0	5.7			#DIV/0!			
		ほうれんそう	0.01	0.08	0.08	*	487447	215	1	108	109	102	108	110	107.3	2.6			#DIV/0!			
		キャベツ	0.01	0.08	0.08	*	542987	-479	1	97	96	99	97	93	96.2	2.4			#DIV/0!			
		ばれいしょ	0.01	0.2	0.2	*	749407	1221	1	102	107	105	99	99	102.4	3.7			#DIV/0!			
		オレンジ	0.01	2.	2.	*	396920	777	1	119	119	116	104	106	112.9	6.3			#DIV/0!			
		りんご	0.01	0.01	0.01		589760	-92	1	98	103	103	89	95	97.6	5.9	574.36	574.36	574.4			
		茶	0.01	0.01	0.01		581426	-25	1	94	91	83	95	97	92.0	6.2	275.75	275.75	275.8			
		コーヒー豆	0.01	0.01	0.01		449934	44	1	77	90	89	70	91	83.4	11.6	270.49	176.61	223.5			
		牛の筋肉	0.01	0.2	0.2	*	464970	795	1	106	110	106	95	99	103.2	5.7			#DIV/0!			
		牛の脂肪	0.01	0.2	0.2	*	463709	432	1	107	110	107	108	98	105.8	4.1			#DIV/0!			
		牛の肝臓	0.01	5.	5.	*	507832	-746	1	101	98	105	107	114	104.7	5.9			#DIV/0!			
		鶏卵	0.01	0.01	0.01		509840	-60	1	81	75	83	72	95	81.3	11.0	572.97	572.97	573.0			
		牛乳	0.01	0.01	0.01		561399	-108	1	93	92	94	92	90	92.2	1.6	374.86	275.75	325.3			
		はちみつ	0.01	0.01	0.01		553438	43	1	78	81	91	89	96	87.1	8.2	213.77	270.49	242.1			
		うなぎ	0.01	1.	1.	*	258924	362	1	120	120	119	111	116	117.1	3.4			#DIV/0!			
		さけ	0.01	1.	1.	*	414046	-2045	1	103	110	109	109	111	108.6	2.7			#DIV/0!			
		しじみ	0.01	1.	1.	*	463641	187	1	101	97	93	108	110	101.8	7.1			#DIV/0!			
		鶏の筋肉	0.01	0.05	0.05	*	488353	-310														

Table 11-4 2,4-Dエチルの真度、精度及び定量限界の評価

No.	分析対象化合物	食品名	定量限界 (mg/kg)	基準値 ¹⁾ (ppm)	添加濃度 (ppm)	定量限界の評価 ²⁾	検量線					回収率 (%)					真度 (%)	併行精度 (RSD%)	S/N比 ³⁾			備考
							傾き	切片	r ² 値	n=1	n=2	n=3	n=4	n=5	Max.	Min.			平均値			
1	2,4-Dエチル	玄米	0.01	0.1	0.1	*	559192	133	1	92	91	88	89	90	89.9	2.0			#DIV/0!			
		大豆	0.01	0.05	0.05	*	513678	-66	1	95	92	100	97	90	94.9	4.2			#DIV/0!			
		らっかせい	0.01	0.05	0.05	*	480838	116	1	77	80	74	75	77	76.7	2.7			#DIV/0!			
		ほうれんそう	0.01	0.08	0.08	*	487447	215	1	101	95	106	102	102	100.9	3.9			#DIV/0!			
		キャベツ	0.01	0.08	0.08	*	542987	-479	1	87	85	86	90	86	86.7	2.0			#DIV/0!			
		ばれいしょ	0.01	0.2	0.2	*	749407	1221	1	87	87	92	94	89	89.9	3.3			#DIV/0!			
		オレンジ	0.01	2	2	*	996920	777	1	107	110	94	95	94	100.1	7.8			#DIV/0!			
		りんご	0.01	0.01	0.01		589760	-92	1	101	93	97	93	88	94.4	5.2	572.97	367.71	470.3			
		茶	0.01	0.01	0.01		581426	-25	1	85	79	84	91	90	86.6	5.7	275.75	275.75	275.8			
		コーヒー豆	0.01	0.01	0.01		448934	44	1	96	92	99	98	102	97.4	3.8	572.97	270.49	421.7			
		牛の筋肉	0.01	0.2	0.2	*	464970	795	1	99	99	95	95	97	96.9	2.2			#DIV/0!			
		牛の脂肪	0.01	0.2	0.2	*	463709	432	1	105	101	103	103	97	101.7	2.9			#DIV/0!			
		牛の肝臓	0.01	5	5	*	507832	-746	1	107	98	92	94	85	95.1	8.5			#DIV/0!			
		鶏卵	0.01	0.01	0.01		509840	-60	1	79	83	83	85	79	81.8	3.1	572.97	572.97	573.0			
		牛乳	0.01	0.01	0.01		561399	-108	1	86	91	87	91	91	89.3	2.7	1316.4	1316.4	1316.4			
		はちみつ	0.01	0.01	0.01		553438	43	1	97	81	82	88	88	89.3	6.5	367.71	572.97	470.3			
		うなぎ	0.01	1	1	*	258924	362	1	104	108	104	99	99	102.7	4.0			#DIV/0!			
		さけ	0.01	1	1	*	414046	-2045	1	96	97	110	102	97	100.4	5.8			#DIV/0!			
		しじみ	0.01	1	1	*	463641	187	1	96	90	104	98	105	98.7	6.2			#DIV/0!			
		鶏の筋肉	0.01	0.05	0.05	*	488353	-310	1	111	95	101	103	98	101.5	6.0			#DIV/0!			

¹⁾ 基準値は、基準値未設定の場合には一律基準 (0.01 ppm) を用いる。

²⁾ 添加濃度が定量限界濃度と異なる場合には、『*』が表示される。その場合には、S/N比の算出は不要であるが、別途、定量限界の推定を行う。

³⁾ 得られた回収率の中で最大値を与えるピーク (Max.) 及び最小値を与えるピーク (Min.) のそれぞれのS/N比を求める。

Table 11-5 2,4-DBの真度、精度及び定量限界の評価

No.	分析対象化合物	食品名	定量限界 (mg/kg)	基準値 ¹⁾ (ppm)	添加濃度 (ppm)	定量限界の評価 ²⁾	検量線					回収率 (%)					真度 (%)	併行精度 (RSD%)	S/N比 ³⁾			備考
							傾き	切片	r ² 値	n=1	n=2	n=3	n=4	n=5	Max.	Min.			平均値			
1	2,4-DB	玄米	0.01	0.02	0.02	*	374381	-25	1	97	94	100	84	96	94.0	6.6			#DIV/0!			
		大豆	0.01	0.2	0.2	*	313267	311	1	82	81	80	83	81	81.4	1.4			#DIV/0!			
		らっかせい	0.01	0.2	0.2	*	314182	979	1	87	86	91	89	90	88.5	2.0			#DIV/0!			
		ほうれんそう	0.01	0.01	0.01		357200	28	1	92	99	85	96	87	91.9	6.6	1291.4	270.49	780.9			
		キャベツ	0.01	0.01	0.01		423920	-120	1	86	94	96	96	91	92.6	4.4	367.71	1291.4	829.5			
		ばれいしょ	0.01	0.01	0.01		522448	-5	1	91	93	94	97	87	92.7	4.0	1291.4	1291.4	1291.4			
		オレンジ	0.01	0.01	0.01		304203	-38	1	108	99	103	97	96	100.7	5.0	367.71	367.71	367.7			
		りんご	0.01	0.01	0.01		418382	-1	1	103	104	105	91	98	100.2	5.8	572.97	572.97	573.0			
		茶	0.01	0.01	0.01		392834	-96	1	91	78	73	87	81	82.0	8.7	1316.4	1316.4	1316.4			
		コーヒー豆	0.01	0.01	0.01		315424	-53	1	77	89	86	71	88	82.3	9.5	1291.4	1291.4	1291.4			
		牛の筋肉	0.01	0.2	0.2	*	335777	626	1	118	115	112	107	109	112.5	4.0			#DIV/0!			
		牛の脂肪	0.01	0.2	0.2	*	306953	-219	1	117	118	116	117	111	116.1	2.3			#DIV/0!			
		牛の肝臓	0.01	0.2	0.2	*	352378	-774	1	117	113	117	119	118	116.7	1.9			#DIV/0!			
		鶏卵	0.01	0.05	0.05	*	358009	-133	1	82	85	85	81	79	84.3	3.7			#DIV/0!			
		牛乳	0.01	0.05	0.05	*	454742	-6	1	89	91	90	81	79	85.9	6.6			#DIV/0!			
		はちみつ	0.01	0.01	0.01		387616	-70	1	97	99	99	108	96	99.8	4.8	1291.4	1291.4	1291.4			
		うなぎ	0.01	0.01	0.01		238894	-52	1	105	103	105	108	105	105.2	1.7	584.08	1316.4	950.2			
		さけ	0.01	0.01	0.01		382590	-47	1	100	107	98	105	103	102.6	3.6	1291.4	572.97	932.2			
		しじみ	0.01	0.01	0.01		501717	-89	1	87	83	84	95	86	86.7	5.5	1291.4	270.49	780.9			
		鶏の筋肉	0.01	0.05	0.05	*	354012	-142	1	119	118	113	94	105	109.7	9.4			#DIV/0!			

¹⁾ 基準値は、基準値未設定の場合には一律基準 (0.01 ppm) を用いる。

²⁾ 添加濃度が定量限界濃度と異なる場合には、『*』が表示される。その場合には、S/N比の算出は不要であるが、別途、定量限界の推定を行う。

³⁾ 得られた回収率の中で最大値を与えるピーク (Max.) 及び最小値を与えるピーク (Min.) のそれぞれのS/N比を求める。

Table 11-6 2,4-DBメチルの真度、精度及び定量限界の評価

No.	分析対象化合物	食品名	定量限界 (mg/kg)	基準値 ¹⁾ (ppm)	添加濃度 (ppm)	定量限界の評価 ²⁾	検量線					回収率 (%)					真度 (%)	併行精度 (RSD%)	S/N比 ³⁾			備考
							傾き	切片	r ² 値	n=1	n=2	n=3	n=4	n=5	Max.	Min.			平均値			
1	2,4-DBメチル	玄米	0.01	0.02	0.02	*	374381	-25	1	101	99	96	95	94	97.0	3.1			#DIV/0!			
		大豆	0.01	0.2	0.2	*	313267	311	1	77	78	84	84	80	80.6	4.2			#DIV/0!			
		らっかせい	0.01	0.2	0.2	*	314182	979	1	80	87	90	89	82	85.6	5.2			#DIV/0!			
		ほうれんそう	0.01	0.01	0.01		357200	28	1	97	87	93	100	98	95.2	5.3	572.97	572.97	573.0			
		キャベツ	0.01	0.01	0.01		423920	-120	1	91	88	95	97	100	94.1	5.0	1291.4	572.97	932.2			
		ばれいしょ	0.01	0.01	0.01		522448	-5	1	85	88	95	98	89	90.9	6.0	367.71	572.97	470.3			
		オレンジ	0.01	0.01	0.01		304203	-38	1	107	107	102	90	95	100.3	7.6	572.97	270.49	421.7			
		りんご	0.01	0.01	0.01		418382	-1	1	102	91	96	99	89	95.3	5.7	572.97	1291.4	932.2			
		茶	0.01	0.01	0.01		392834	-96	1	78	76	83	76	85	79.4	5.2	584.08	374.86	479.5			
		コーヒー豆	0.01	0.01	0.01		315424	-53	1	94	84	92	103	82	91.2	9.4	1291.4	572.97	932.2			
		牛の筋肉	0.01	0.2	0.2	*	335777	626	1	110	111	106	109	110	109.1	1.7			#DIV/0!			
		牛の脂肪	0.01	0.2	0.2	*	306953	-219	1	118	116	120	119	114	117.3	2.1			#DIV/0!			
		牛の肝臓	0.01	0.2	0.2	*	352378	-774	1	113	118	118	119	114	116.4	2.4			#DIV/0!			
		鶏卵	0.01	0.05	0.05	*	358009	-133	1	88	89	90	87	85	87.8	2.1			#DIV/0!			
		牛乳	0.01	0.05	0.05	*	454742	-6	1	87	88	91	87	81	86.8	4.2			#DIV/0!			
		はちみつ	0.01	0.01	0.01		387616	-70	1	92	95	94	93	101	95.2	3.8	1291.4	1291.4	1291.4			
		うなぎ	0.01	0.01	0.01		238894	-52	1	113	112	108	109	106	109.4	2.5	275.75	584.08	429.9			
		さけ	0.01	0.01	0.01		382590	-47	1	105	115	111	102	107	108.1	4.7	572.97	1291.4	932.2			
		しじみ	0.01	0.01	0.01		501717	-89	1	85	83	92	88	86	86.9	3.7	572.97	572.97	573.0			
		鶏の筋肉	0.01	0.05	0.05	*	354012	-142	1	113	110	109	113	108	110.7	2.0			#DIV/0!			

¹⁾ 基準値は、基準値未設定の場合には一律基準 (0.01 ppm) を用いる。

²⁾ 添加濃度が定量限界濃度と異なる場合には、『*』が表示される。その場合には、S/N比の算出は不要であるが、別途、定量限界の推定を行う。

³⁾ 得られた回収率の中で最大値を与えるピーク (Max.) 及び最小値を与えるピーク (Min.) のそれぞれのS/N比を求める。

Table 11-7 クロプロップの真度、精度及び定量限界の評価

No.	分析対象化合物	食品名	定量限界 (mg/kg)	基準値 ¹⁾ (ppm)	添加濃度 (ppm)	定量限界の評価 ²⁾	検量線		回収率 (%)					真度 (%)	併行精度 (RSD%)	S/N比 ³⁾		備考	
							傾き	切片	r ² 値	n=1	n=2	n=3	n=4			n=5	Max.		Min.
1	クロプロップ	玄米	0.01	0.01	0.01	587010	52	1	104	98	95	85	97	95.9	7.2	270.49	367.71	319.1	
		大豆	0.01	0.01	0.01	540473	-82	1	86	88	80	85	74	82.6	6.6	572.97	513.25	543.1	
		らっかせい	0.01	0.01	0.01	602363	-133	1	88	97	92	93	96	93.2	4.1	367.71	213.77	290.7	
		ほうれんそう	0.01	0.01	0.01	578119	-119	1	105	108	95	102	103	102.5	4.8	270.49	213.77	242.1	
		キャベツ	0.01	0.01	0.01	700130	-209	1	90	89	95	93	92	91.9	2.9	572.97	572.97	573.0	
		ばれいしょ	0.01	0.01	0.01	848777	-37	1	104	105	97	99	97	100.5	4.0	270.49	270.49	270.5	
		オレンジ	0.01	0.01	0.01	529381	18	1	114	113	114	107	106	110.7	3.7	367.71	213.77	290.7	
		りんご	0.01	0.01	0.01	723568	-100	1	98	102	110	88	93	98.3	8.6	572.97	213.77	393.4	
		茶	0.01	0.01	0.01	557387	56	1	110	100	91	108	104	102.5	7.3	72.104	69.5	70.8	
		コーヒー豆	0.01	0.01	0.01	588888	-5	1	96	110	102	87	100	99.0	8.5	213.77	176.61	195.2	
		牛の筋肉	0.01	0.01	0.01	583481	-102	1	109	105	104	98	103	103.8	3.9	145.75	112.97	129.4	
		牛の脂肪	0.01	0.01	0.01	571374	-92	1	109	110	109	103	96	105.6	6.0	367.71	572.97	470.3	
		牛の肝臓	0.01	0.01	0.01	661931	-310	1	97	96	99	102	102	99.3	2.7	1291.4	572.97	932.2	
		鶏卵	0.01	0.01	0.01	562615	-44	1	81	84	87	77	92	84.0	6.6	572.97	572.97	573.0	
		牛乳	0.01	0.01	0.01	733849	-192	1	91	90	89	97	85	90.5	5.0	180.06	584.08	382.1	
		はちみつ	0.01	0.01	0.01	699785	-179	1	91	94	90	93	96	92.6	2.8	130.88	103.81	117.3	
		うなぎ	0.01	0.01	0.01	334066	-34	1	107	116	106	109	111	109.5	3.7	584.08	374.86	479.5	
		さけ	0.01	0.01	0.01	506009	23	1	108	102	106	108	110	107.0	2.9	270.49	176.61	223.5	
		しじみ	0.01	0.01	0.01	582990	10	1	106	113	110	106	106	108.0	3.1	367.71	367.71	367.7	
		鶏の筋肉	0.01	0.01	0.01	595945	3	1	112	116	104	97	96	104.8	8.5	91.886	77.096	84.5	

¹⁾ 基準値は、基準値未設定の場合には一律基準(0.01 ppm)を用いる。
²⁾ 添加濃度が定量限界濃度と異なる場合には、『*』が表示される。その場合には、S/N比の算出は不要であるが、別途、定量限界の推定を行う。
³⁾ 得られた回収率の中で最大値を与えるピーク(Max.)及び最小値を与えるピーク(Min.)のそれぞれのS/N比を求める。

真度は2,4,5-Tで79.4~112.0%、2,4,5-Tブチルで74.4~116.2%、2,4-Dで81.3~117.1%、2,4-Dエチルで76.7~102.7%、2,4-DBで81.4~116.7%、2,4-DBメチルで79.4~117.3%、クロプロップで82.6~110.7%であり、併行精度は2,4,5-Tで0.4~12.7%、2,4,5-Tブチルで1.8~8.2%、2,4-Dで1.6~11.6%、2,4-Dエチルで2.0~8.5%、2,4-DBで1.4~9.5%、2,4-DBメチルで1.7~9.4%、クロプロップで2.7~8.6%であり良好な結果が得られた。また、定量限界濃度の添加回収試験を行った食品の添加回収試験におけるS/N比の平均値は2,4,5-Tで140.2~1050.8、2,4,5-Tブチルで140.2~573.0、2,4-Dで223.5~574.4、2,4-Dエチルで275.8~1316.4、2,4-DBで367.7~1316.4、2,4-DBメチルで421.7~1291.4、クロプロップで70.8~932.2であり、S/N≧10を十分に満たした。

3) 定量限界の推定

Table 12-1 2,4-Dの定量限界の推定

No.	分析対象化合物	食品名	定量限界 (mg/kg)	基準値 ¹⁾ (ppm)	添加濃度 (ppm)	定量限界の評価 ²⁾	標準溶液濃度 ³⁾ (mg/L)	ピーク面積(高さ) ⁴⁾						S/N比		平均値		備考				
								マトリックス添加標準溶液	溶媒標準溶液	面積又は高さの別	ブランク ⁵⁾	n=1	n=2	平均	n=1	n=2	平均		n=1	n=2	面積(高さ)比(%) ⁶⁾	S/N比
1	2,4-D	玄米	0.01	0.1	0.1	*	0.005	面積	0	3143.5	3062.9	3103.2	2949	3000	2974.5	367.71	572.97	104.3	470.3			
		大豆	0.01	0.05	0.05	*	0.005	面積	0	2954.8	2974.4	2964.6	2747	2734	2740.5	572.97	1291.4	108.2	932.2			
		らっかせい	0.01	0.05	0.05	*	0.005	面積	0	2152.4	2209.7	2181.1	2316	2281	2298.4	374.86	275.75	94.9	325.3			
		ほうれんそう	0.01	0.08	0.08	*	0.005	面積	0	2755.9	2838.9	2797.4	2523	2597	2560.2	367.71	270.49	109.3	319.1			
		キャベツ	0.01	0.08	0.08	*	0.005	面積	0	2741.5	2798.1	2769.8	2564	2507	2535.1	572.97	572.97	109.3	573.0			
		ばれいしょ	0.01	0.2	0.2	*	0.005	面積	0	3013.5	3240.9	3127.2	3097	2892	2994.4	584.08	374.86	104.4	479.5			
		オレンジ	0.01	2.	2.	*	0.005	面積	0	2582.6	2619.8	2601.2	2513	2421	2466.9	584.08	584.08	105.4	584.1			
		りんご	0.01	0.01	0.01																	
		茶	0.01	0.01	0.01																	
		コーヒー豆	0.01	0.01	0.01																	
		牛の筋肉	0.01	0.2	0.2	*	0.005	面積	0	2992.3	3099	3045.7	2804	2835	2819.7	367.71	367.71	108.0	367.7			
		牛の脂肪	0.01	0.2	0.2	*	0.005	面積	0	2760.1	2675.9	2718.0	2600	2697	2648.4	270.49	572.97	106.6	421.7			
		牛の肝臓	0.01	5.	5.	*	0.005	面積	0	3327.7	3118.4	3223.1	3024	2790	2907.0	367.71	270.49	110.9	319.1			
		鶏卵	0.01	0.01	0.01																	
		牛乳	0.01	0.01	0.01																	
		はちみつ	0.01	0.01	0.01																	
		うなぎ	0.01	1.	1.	*	0.005	面積	0	2360	2331.1	2345.6	2308	2214	2260.6	153.32	105.65	103.8	129.6			
		さけ	0.01	1.	1.	*	0.005	面積	474.4	2995.4	2670.3	2358.5	2617	2594	2605.1	367.71	176.61	90.5	272.2			
		しじみ	0.01	1.	1.	*	0.005	面積	0	2674.7	2576.1	2625.4	2454	2350	2402.0	270.49	572.97	109.3	421.7			
		鶏の筋肉	0.01	0.05	0.05	*	0.005	面積	0	2237.7	2193.3	2215.5	2088	2065	2076.4	572.97	572.97	106.7	573.0			

¹⁾ 基準値は、基準値未設定の場合には一律基準(0.01 ppm)を用いる。
²⁾ 定量限界の推定を行う対象(添加濃度と定量限界濃度と異なる場合)には、『*』が表示される。
³⁾ 試料中の濃度が定量限界相当濃度となるように、ブランク試料の試験溶液で調製した標準溶液(マトリックス添加標準溶液)及び溶媒で調製した標準溶液(溶媒標準溶液)を作成する。
⁴⁾ マトリックス添加標準溶液及び溶媒標準溶液の順に交互に2回以上測定する。(必要に応じて起爆注入を行う。)
⁵⁾ ブランクにピークが認められた場合には、マトリックス添加標準溶液の値はブランク値を差し引いた値を用いる。
⁶⁾ マトリックス添加標準溶液の溶媒標準溶液に対するピーク面積(又は高さ)の比(%)を求める。

Table 13-2 2,4-Dの試料マトリックスの測定への影響

No.	分析対象化合物	食品名	定量限界 (mg/kg)	基準値 ¹ (ppm)	添加濃度 (ppm)	標準溶液 濃度 ² (mg/L)	ピーク面積(高さ) ³									備考
							面積又は 高さの別	ブランク ⁴	マトリックス添加標準溶液 ⁵			溶媒標準溶液			ピーク面積 (高さ)比 ⁶	
									n=1	n=2	平均	n=1	n=2	平均		
1	2,4-D	玄米	0.01	0.1	0.1	0.05	面積	0	28692	28963	28827.7	27699	27438	27568.1	1.05	
		大豆	0.01	0.05	0.05	0.025	面積	0	13031	12996	13013.8	13049	13216	13132.4	0.99	
		らっかせい	0.01	0.05	0.05	0.025	面積	0	11226	11569	11397.8	11443	11764	11603.5	0.98	
		ほうれんそう	0.01	0.08	0.08	0.04	面積	0	22261	22006	22133.0	20418	20517	20467.1	1.08	
		キャベツ	0.01	0.08	0.08	0.04	面積	0	22444	22762	22602.9	21876	21832	21853.8	1.03	
		ばれいしょ	0.01	0.2	0.2	0.1	面積	0	79698	80350	80023.8	78341	77202	77717.6	1.03	
		オレンジ	0.01	2	2	0.25	面積	0	104504	107449	105976.5	101305	102218	101761.9	1.04	
		りんご	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	2805	2968	2886.4	2886	2885	2885.7	1.00	
		茶	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	3122	3603	3362.7	3348	3427	3387.3	0.99	
		コーヒー豆	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	2793	2739	2766.1	2560	2419	2489.8	1.11	
		牛の筋肉	0.01	0.2	0.2	0.1	面積	0	48796	47427	48111.2	46381	46879	46629.8	1.03	
		牛の脂肪	0.01	0.2	0.2	0.1	面積	0	49991	50195	50093.3	48023	47740	47881.3	1.05	
		牛の肝臓	0.01	5	5	0.25	面積	0	144001	144866	144433.5	138263	137545	137904.0	1.05	
		鶏卵	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	2605	2445	2525.2	2613	2455	2533.9	1.00	
		牛乳	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	3021	2785	2902.9	2608	2778	2693.2	1.08	
		はちみつ	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	3074	3130	3101.9	2859	3174	3016.4	1.03	
		うなぎ	0.01	1	1	0.25	面積	0	73903	75122	74512.5	74850	73878	74364.0	1.00	
		さけ	0.01	1	1	0.25	面積	462	115978	114485	114769.3	106308	107125	106716.4	1.08	
		しじみ	0.01	1	1	0.25	面積	0	128832	129949	129390.3	123962	122801	123381.3	1.05	
		鶏の筋肉	0.01	0.05	0.05	0.025	面積	0	13750	13698	13723.9	12396	12556	12476.0	1.10	

¹ 基準値は、基準値未設定の場合には一律基準(0.01 ppm)を用いる。
² 添加回収試験における回収率100%相当濃度になるように、ブランク試料の試験溶液で調製した標準溶液(マトリックス添加標準溶液)及び溶媒で調製した標準溶液(溶媒標準溶液)を作成する。
³ マトリックス添加標準溶液及び溶媒標準溶液の順に交互に2回以上測定した結果から評価する。(必要に応じて起爆注入を行う。)
⁴ ブランクにピークが認められた場合には、マトリックス添加標準溶液の値はブランク値を差し引いた値を用いる。
⁵ マトリックス添加標準溶液は試験当日のブランク試料の試験溶液を用いて調製する。
⁶ マトリックス添加標準溶液の溶媒標準溶液に対するピーク面積(又は高さ)の比を求める。

Table 13-3 2,4-DBの試料マトリックスの測定への影響

No.	分析対象化合物	食品名	定量限界 (mg/kg)	基準値 ¹ (ppm)	添加濃度 (ppm)	標準溶液 濃度 ² (mg/L)	ピーク面積(高さ) ³									備考
							面積又は 高さの別	ブランク ⁴	マトリックス添加標準溶液 ⁵			溶媒標準溶液			ピーク面積 (高さ)比 ⁶	
									n=1	n=2	平均	n=1	n=2	平均		
1	2,4-DB	玄米	0.01	0.02	0.02	0.01	面積	0	3919	3867	3892.7	3652	3655	3653.7	1.07	
		大豆	0.01	0.2	0.2	0.1	面積	0	28848	28839	28843.4	32775	32138	32456.1	0.89	
		らっかせい	0.01	0.2	0.2	0.1	面積	0	31204	31155	31179.4	30539	30465	30502.0	1.02	
		ほうれんそう	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	1820	1899	1859.5	1699	1751	1725.1	1.08	
		キャベツ	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	2028	1989	2008.5	2046	2006	2026.0	0.99	
		ばれいしょ	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	2555	2518	2536.7	2794	2651	2722.5	0.93	
		オレンジ	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	1386	1473	1429.3	1488	1486	1486.9	0.96	
		りんご	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	2106	1927	2016.8	1921	2098	2009.8	1.00	
		茶	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	2050	2132	2091.2	2018	2029	2023.2	1.03	
		コーヒー豆	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	1653	1709	1680.8	1751	1731	1740.8	0.97	
		牛の筋肉	0.01	0.2	0.2	0.1	面積	0	36646	36691	36668.1	33802	33471	33636.5	1.09	
		牛の脂肪	0.01	0.2	0.2	0.1	面積	0	34631	35373	35002.1	33011	32700	32855.7	1.07	
		牛の肝臓	0.01	0.2	0.2	0.1	面積	0	43242	43912	43576.7	39246	38382	38814.2	1.12	
		鶏卵	0.01	0.05	0.05	0.025	面積	0	9141	8949	9045.2	9101	9266	9183.9	0.98	
		牛乳	0.01	0.05	0.05	0.025	面積	0	11388	11735	11561.2	11922	12143	12032.4	0.96	
		はちみつ	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	2085	2037	2061.0	2007	2106	2056.5	1.00	
		うなぎ	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	1319	1372	1345.5	1235	1361	1298.3	1.04	
		さけ	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	1989	2008	1998.7	1879	1759	1819.1	1.10	
		しじみ	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	2165	2227	2195.6	2421	2410	2415.4	0.91	
		鶏の筋肉	0.01	0.05	0.05	0.025	面積	0	10178	10922	10550.0	9764	9416	9589.7	1.10	

¹ 基準値は、基準値未設定の場合には一律基準(0.01 ppm)を用いる。
² 添加回収試験における回収率100%相当濃度になるように、ブランク試料の試験溶液で調製した標準溶液(マトリックス添加標準溶液)及び溶媒で調製した標準溶液(溶媒標準溶液)を作成する。
³ マトリックス添加標準溶液及び溶媒標準溶液の順に交互に2回以上測定した結果から評価する。(必要に応じて起爆注入を行う。)
⁴ ブランクにピークが認められた場合には、マトリックス添加標準溶液の値はブランク値を差し引いた値を用いる。
⁵ マトリックス添加標準溶液は試験当日のブランク試料の試験溶液を用いて調製する。
⁶ マトリックス添加標準溶液の溶媒標準溶液に対するピーク面積(又は高さ)の比を求める。

Table 13-4 2,4-DBの試料マトリックスの測定への影響

No.	分析対象化合物	食品名	定量限界 (mg/kg)	基準値 ¹ (ppm)	添加濃度 (ppm)	標準溶液 濃度 ² (mg/L)	ピーク面積(高さ) ³									備考
							面積又は 高さの別	ブランク ⁴	マトリックス添加標準溶液 ⁵			溶媒標準溶液			ピーク面積 (高さ)比 ⁶	
									n=1	n=2	平均	n=1	n=2	平均		
1	クロロプロップ	玄米	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	3222	3054	3138.1	3021	3139	3079.7	1.02	
		大豆	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	2401	2153	2277.2	2383	2596	2489.5	0.91	
		らっかせい	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	3009	3003	3005.6	2958	2885	2921.1	1.03	
		ほうれんそう	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	2891	2978	2934.4	2777	2998	2887.5	1.02	
		キャベツ	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	3095	3329	3211.8	3302	3187	3244.5	0.99	
		ばれいしょ	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	4076	4156	4115.9	4278	4114	4195.9	0.98	
		オレンジ	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	2699	2705	2702.0	2578	2450	2514.1	1.07	
		りんご	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	3758	3554	3656.1	3510	3371	3440.2	1.06	
		茶	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	3393	3666	3529.5	3661	3569	3614.7	0.98	
		コーヒー豆	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	3065	3087	3076.1	2872	2741	2806.4	1.10	
		牛の筋肉	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	2621	2610	2615.6	2660	2676	2668.0	0.98	
		牛の脂肪	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	2798	2871	2834.5	2763	2914	2838.9	1.00	
		牛の肝臓	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	3056	3194	3125.2	2834	2879	2856.8	1.09	
		鶏卵	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	2879	2953	2915.8	3097	2886	2991.8	0.97	
		牛乳	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	3622	3697	3659.3	3456	3474	3464.6	1.06	
		はちみつ	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	3814	3601	3707.5	3429	3459	3443.8	1.08	
		うなぎ	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	1891	1975	1933.1	1905	1800	1852.5	1.04	
		さけ	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	2613	2721	2667.0	2410	2497	2453.7	1.09	
		しじみ	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	3058	3004	3030.5	3051	2929	2989.6	1.01	
		鶏の筋肉	0.01	0.01	0.01	0.005	面積	0	3444	3334	3388.7	3162	3241	3201.4	1.06	

¹ 基準値は、基準値未設定の場合には一律基準(0.01 ppm)を用いる。
² 添加回収試験における回収率100%相当濃度になるように、ブランク試料の試験溶液で調製した標準溶液(マトリックス添加標準溶液)及び溶媒で調製した標準溶液(溶媒標準溶液)を作成する。
³ マトリックス添加標準溶液及び溶媒標準溶液の順に交互に2回以上測定した結果から評価する。(必要に応じて起爆注入を行う。)
⁴ ブランクにピークが認められた場合には、マトリックス添加標準溶液の値はブランク値を差し引いた値を用いる。
⁵ マトリックス添加標準溶液は試験当日のブランク試料の試験溶液を用いて調製する。
⁶ マトリックス添加標準溶液の溶媒標準溶液に対するピーク面積(又は高さ)の比を求める。

添加回収試験における回収率100%相当濃度になるように、ブランク試料の試験溶液で調製したマトリックス添加標準溶液と溶媒で調製した標準溶液の面積比は2,4,5-Tで0.91~1.09、2,4-Dで0.98~1.11、2,4-DBで0.89~1.12、クロプロップで0.91~1.10であり、測定への影響は少ないものと考えられた。

[結論]

2,4,5-T、2,4-D、2,4-DB及びクロプロップを試料から塩酸酸性アセトンで抽出し、酢酸エチル及び*n*-ヘキサンに転溶する。脂質等が多い試料についてはアセトニトリル/ヘキサン分配で精製する。加水分解した後、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム及びグラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムで精製した後、LC-MS/MSで定量及び確認する方法を提案する。

この試験法を農産物は玄米、大豆、らっかせい、ほうれんそう、キャベツ、ばれいしょ、オレンジ、りんご、茶及びコーヒー豆、畜水産物は牛の筋肉、牛の脂肪、牛の肝臓、鶏卵、牛乳、はちみつ、うなぎ、さけ、しじみ及び鶏の筋肉に適用した結果、選択性は良好でいずれの試料においても妨害ピークは認められず、真度は2,4,5-Tで79.4~112.0%、2,4,5-Tブチルで74.4~116.2%、2,4-Dで81.3~117.1%、2,4-Dエチルで76.7~102.7%、2,4-DBで81.4~116.7%、2,4-DBメチルで79.4~117.3%、クロプロップで82.6~110.7%、併行精度は2,4,5-Tで0.4~12.7%、2,4,5-Tブチルで1.8~8.2%、2,4-Dで1.6~11.6%、2,4-Dエチルで2.0~8.5%、2,4-DBで1.4~9.5%、2,4-DBメチルで1.7~9.4%、クロプロップで2.7~8.6%、定量限界は0.01 mg/kgが可能であることが確認できた。

[参考文献]

食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法

「2,4-D、2,4-DB及びクロプロップ試験法」

厚生労働省告示第370号

「2,4,5-T試験法」

[マススペクトル]

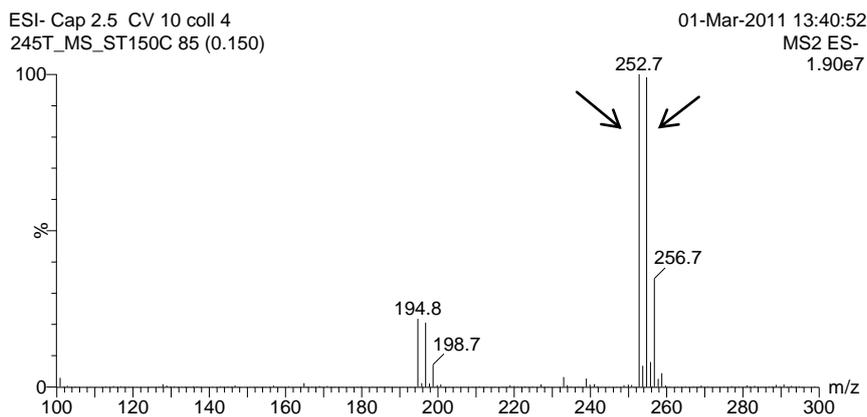


図 5 2,4,5-T のマススペクトル
スキャン範囲：100～300 m/z
測定条件：ESI-、CV=10 V
(CV : cone voltage)

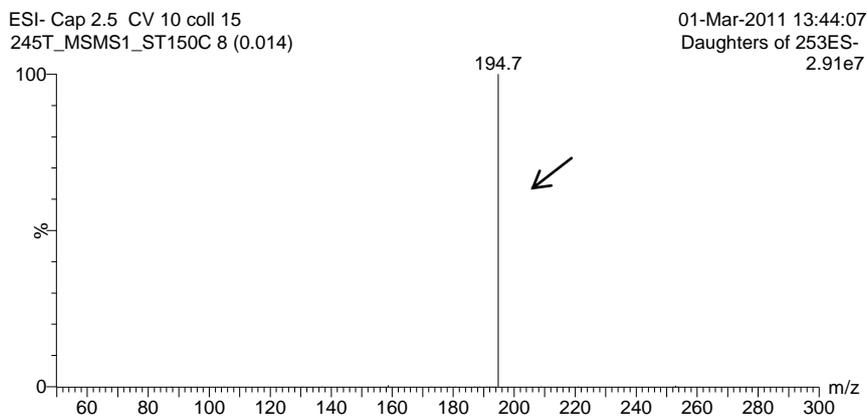


図 6 2,4,5-T のプロダクトスキャンスペクトル (定量用)
プリカーサーイオン： m/z 253
測定条件：ESI-、CV=10 V、CE=15 V
(CV : cone voltage、CE : collision energy)

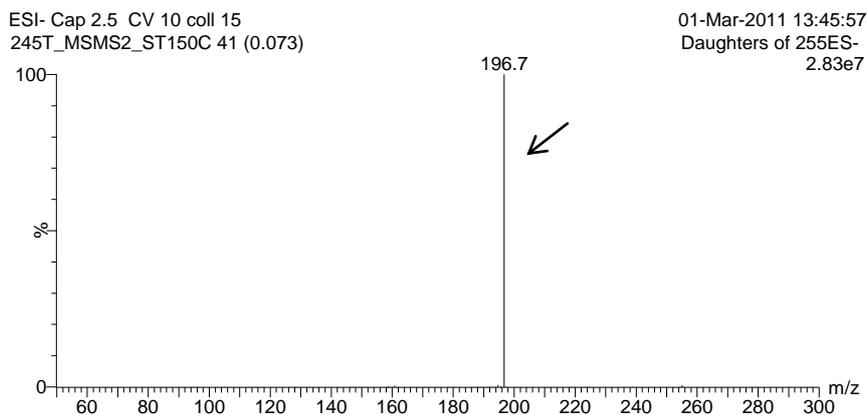


図 7 2,4,5-T のプロダクトスキャンスペクトル (定性用)
プリカーサーイオン： m/z 255
測定条件：ESI-、CV=10 V、CE=15 V
(CV : cone voltage、CE : collision energy)

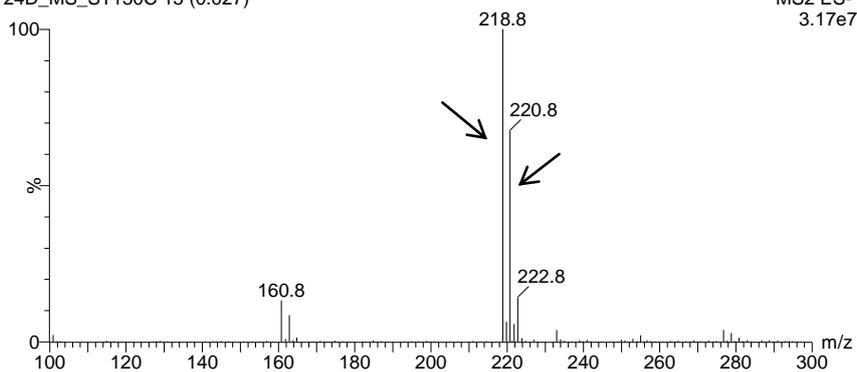


図 8 2,4-D のマススペクトル
スキャン範囲 : 100~300 m/z
測定条件 : ESI-, CV=12 V
(CV : cone voltage)

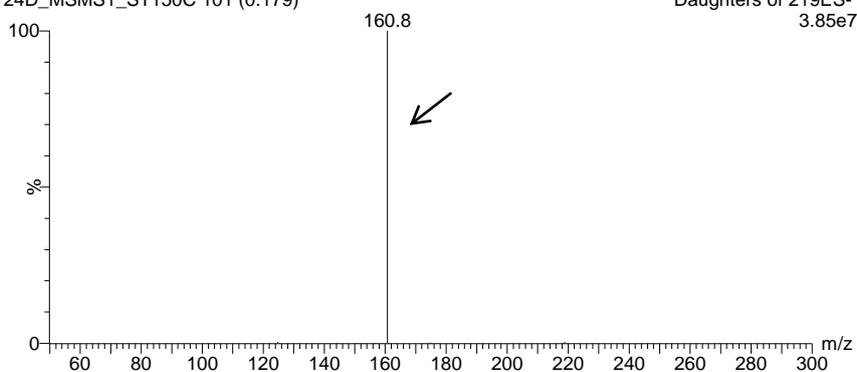


図 9 2,4-D のプロダクトスキンスペクトル (定量用)
プリカーサーイオン : m/z 219
測定条件 : ESI-, CV=12 V、CE=15 V
(CV : cone voltage、CE : collision energy)

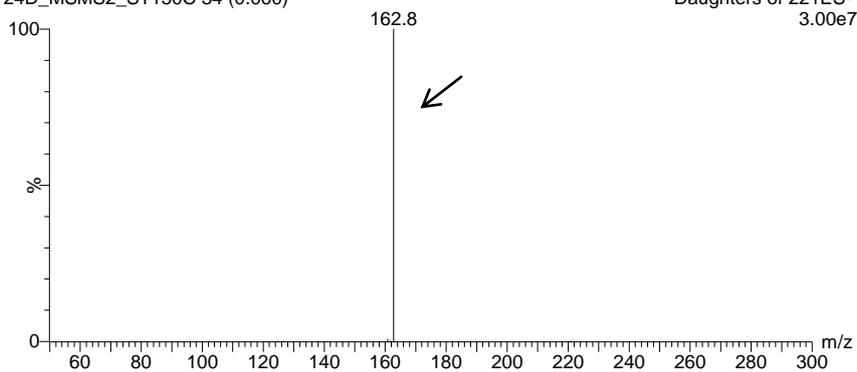


図 10 2,4-D のプロダクトスキンスペクトル (定性用)
プリカーサーイオン : m/z 221
測定条件 : ESI-, CV=12 V、CE=15 V
(CV : cone voltage、CE : collision energy)

ESI- Cap 2.5 CV 10 coll 4
24DB_MS 287 (0.507)

01-Mar-2011 11:26:33
MS2 ES-
8.42e6

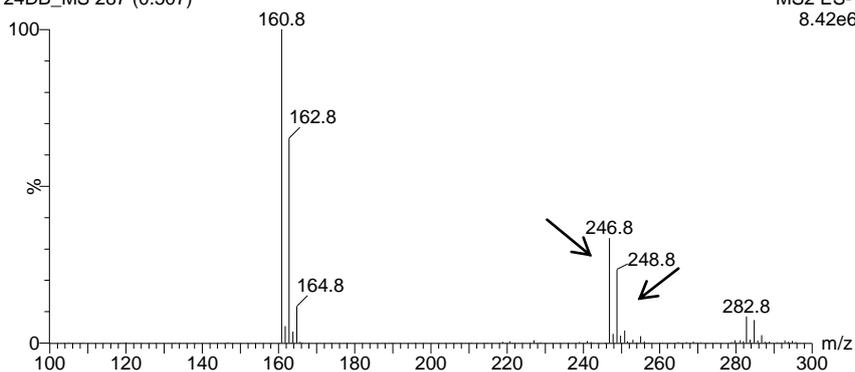


図 11 2,4-DB のマススペクトル
スキャン範囲 : 100~300 m/z
測定条件 : ESI-, CV=10 V
(CV : cone voltage)

ESI- Cap 2.5 CV 10 coll 10
24DB_MSMS1 94 (0.166)

01-Mar-2011 11:31:54
Daughters of 247ES-
9.70e6

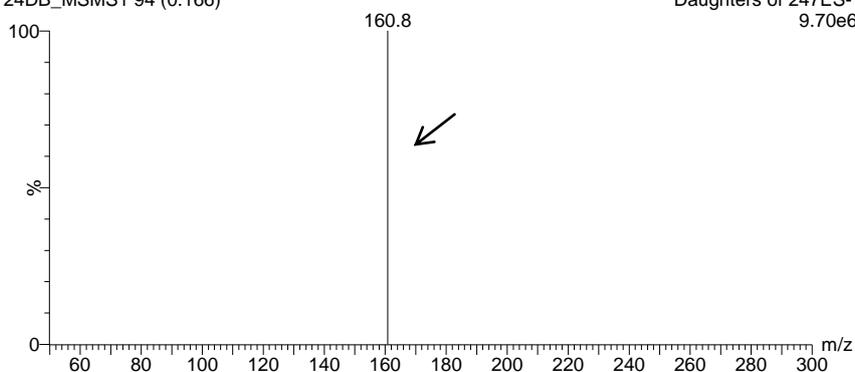


図 12 2,4-DB のプロダクトスキャンスペクトル (定量用)
プリカーサーイオン : m/z 247
測定条件 : ESI-, CV=10 V、CE=10 V
(CV : cone voltage、CE : collision energy)

ESI- Cap 2.5 CV 10 coll 10
24DB_MSMS2 60 (0.106)

01-Mar-2011 11:33:06
Daughters of 249ES-
3.83e6

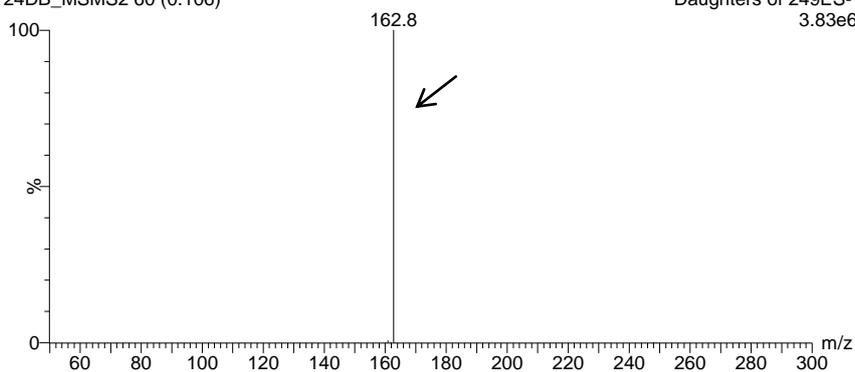


図 13 2,4-DB のプロダクトスキャンスペクトル (定性用)
プリカーサーイオン : m/z 249
測定条件 : ESI-, CV=10 V、CE=10 V
(CV : cone voltage、CE : collision energy)

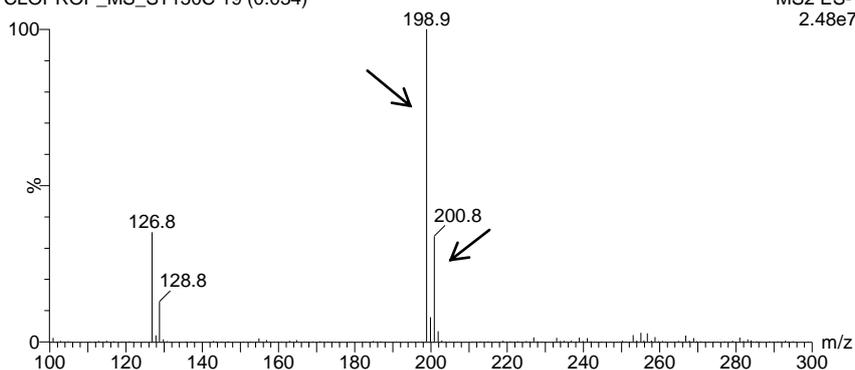


図 14 クロプロップのマスペクトル
スキャン範囲：100～300 m/z
測定条件：ESI-、CV=15 V
(CV : cone voltage)

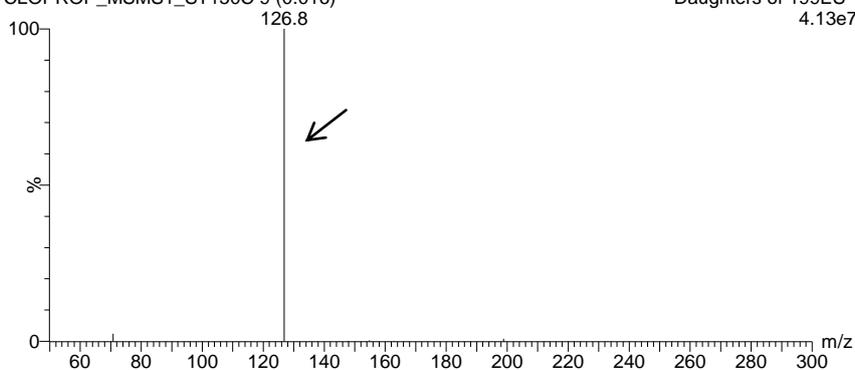


図 15 クロプロップのプロダクトスキンスペクトル (定量用)
プリカーサーイオン： m/z 199
測定条件：ESI-、CV=15 V、CE=15 V
(CV : cone voltage、CE : collision energy)

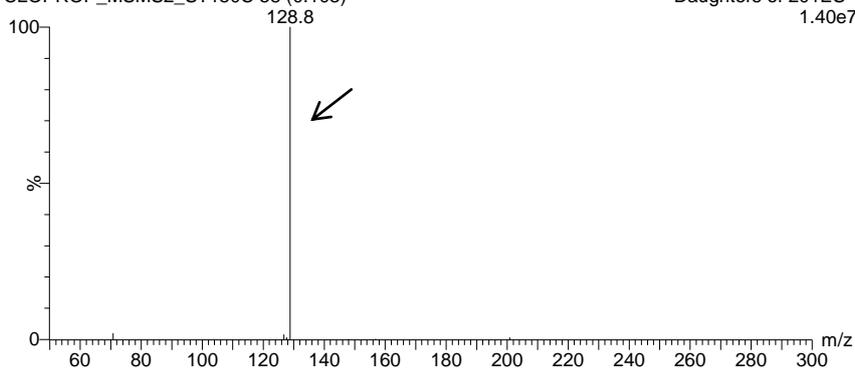


図 16 クロプロップのプロダクトスキンスペクトル (定性用)
プリカーサーイオン： m/z 201
測定条件：ESI-、CV=15 V、CE=15 V
(CV : cone voltage、CE : collision energy)

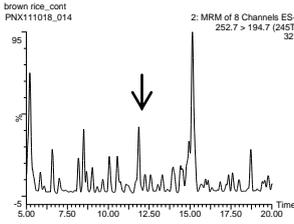
[クロマトグラム]

1) 添加回収試験及び定量限界の推定における代表的なクロマトグラム

[玄米]

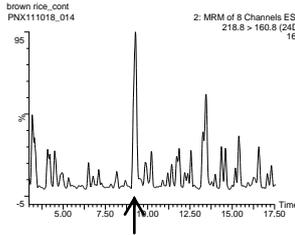
2,4,5-T

ブランク試料



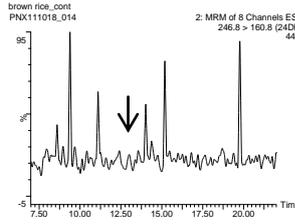
2,4-D

ブランク試料



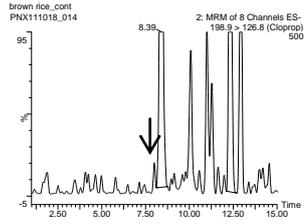
2,4-DB

ブランク試料



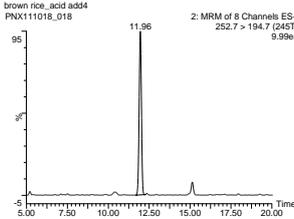
クロプロップ

ブランク試料



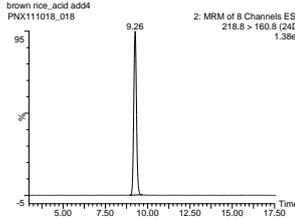
添加回収 (酸体)

添加濃度 : 0.01 ppm



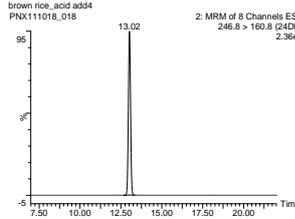
添加回収 (酸体)

添加濃度 : 0.1 ppm



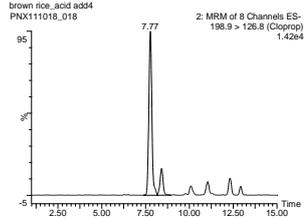
添加回収 (酸体)

添加濃度 : 0.02 ppm



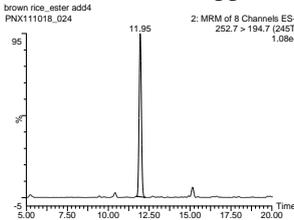
添加回収 (酸体)

添加濃度 : 0.01 ppm



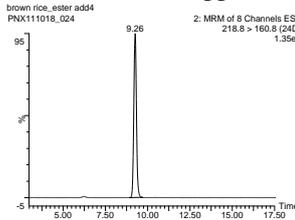
添加回収 (エステル体)

添加濃度 : 0.01 ppm



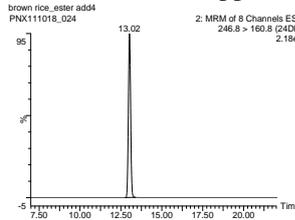
添加回収 (エステル体)

添加濃度 : 0.1 ppm

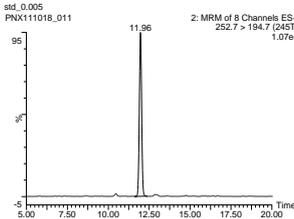


添加回収 (エステル体)

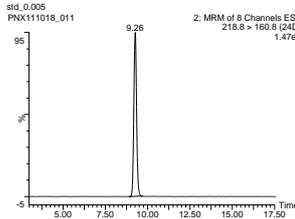
添加濃度 : 0.02 ppm



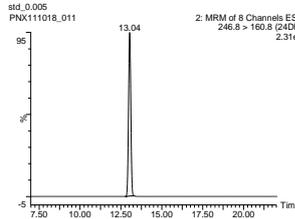
標準溶液 (定量限界)



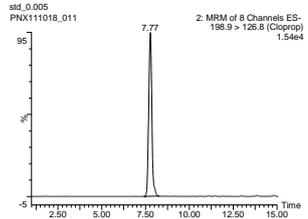
標準溶液 (基準値)



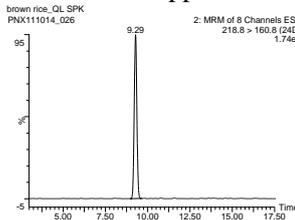
標準溶液 (基準値)



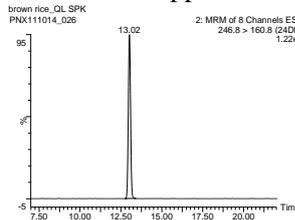
標準溶液 (定量限界)



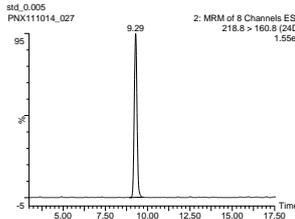
マトリックス添加
試料中 0.01 ppm 相当



マトリックス添加
試料中 0.01 ppm 相当



標準溶液 (定量限界)



標準溶液 (定量限界)

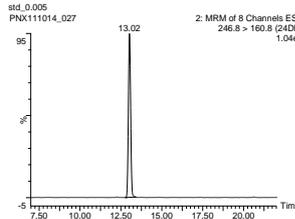
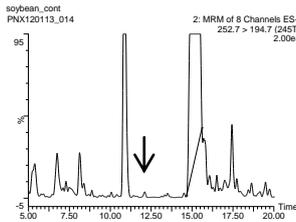


図 17 玄米の SRM クロマトグラム

[大豆]

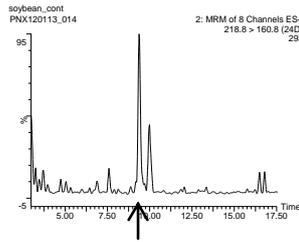
2,4,5-T

ブランク試料



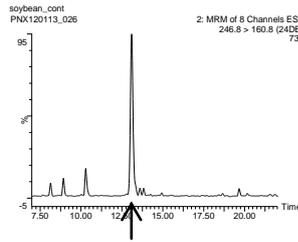
2,4-D

ブランク試料



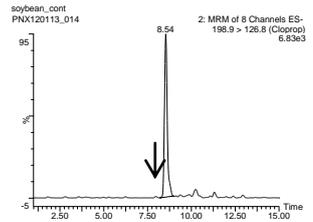
2,4-DB

ブランク試料



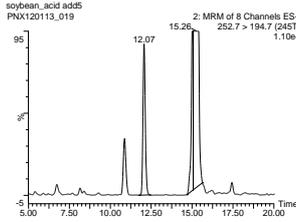
クロプロップ

ブランク試料



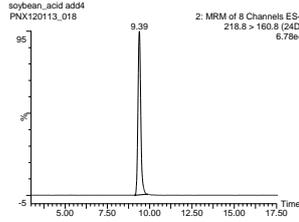
添加回収 (酸体)

添加濃度 : 0.01 ppm



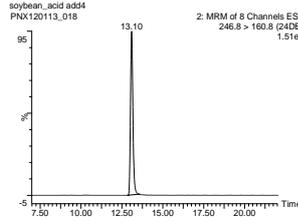
添加回収 (酸体)

添加濃度 : 0.05 ppm



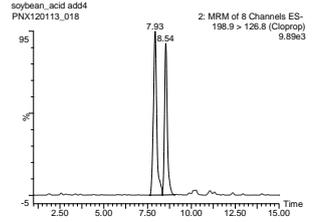
添加回収 (酸体)

添加濃度 : 0.2 ppm



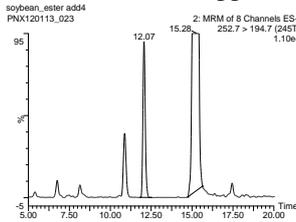
添加回収 (酸体)

添加濃度 : 0.01 ppm



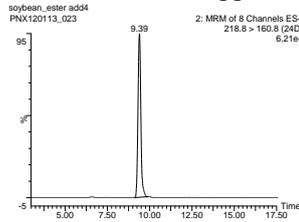
添加回収 (エステル体)

添加濃度 : 0.01 ppm



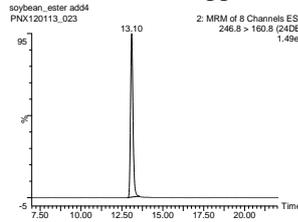
添加回収 (エステル体)

添加濃度 : 0.05 ppm

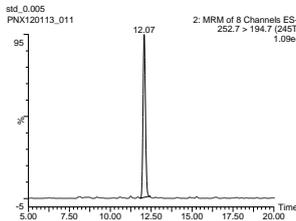


添加回収 (エステル体)

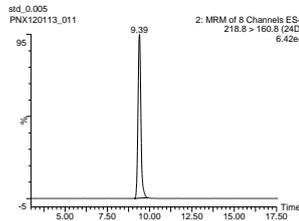
添加濃度 : 0.2 ppm



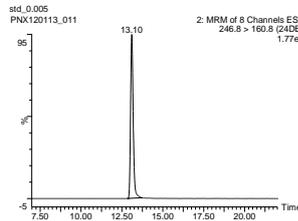
標準溶液 (定量限界)



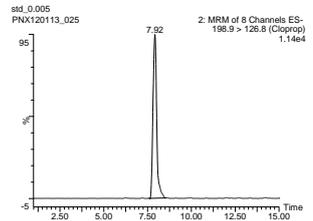
標準溶液 (基準値)



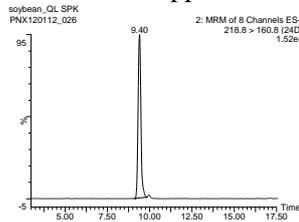
標準溶液 (基準値)



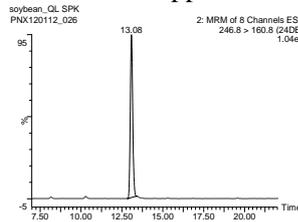
標準溶液 (定量限界)



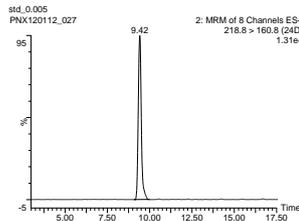
マトリックス添加
試料中 0.01 ppm 相当



マトリックス添加
試料中 0.01 ppm 相当



標準溶液 (定量限界)



標準溶液 (定量限界)

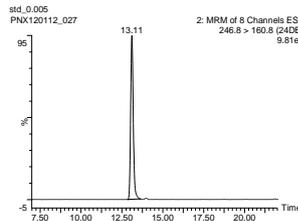
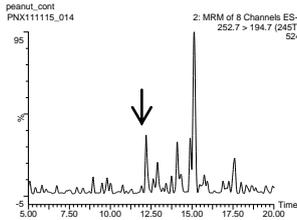


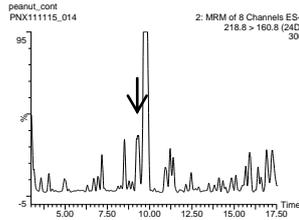
図 18 大豆の SRM クロマトグラム

[らっかせい]

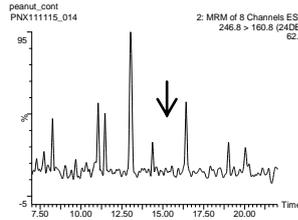
2,4,5-T
ブランク試料



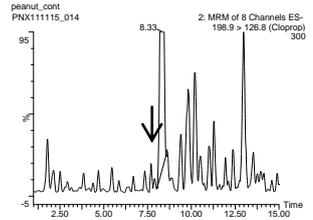
2,4-D
ブランク試料



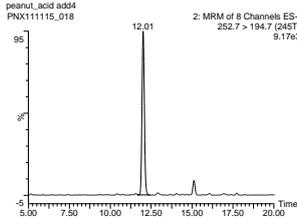
2,4-DB
ブランク試料



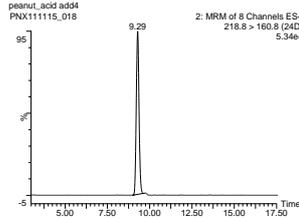
クロプロップ
ブランク試料



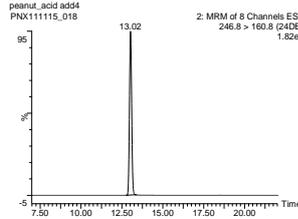
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



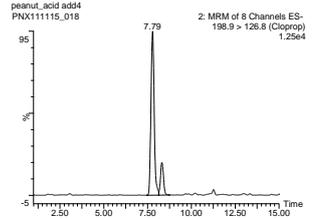
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.05 ppm



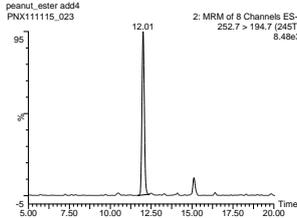
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.2 ppm



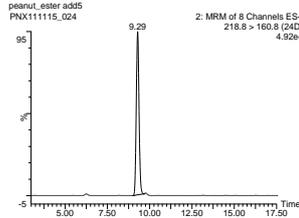
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



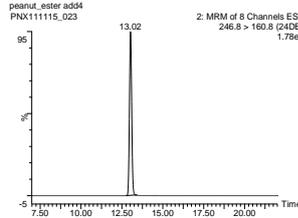
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



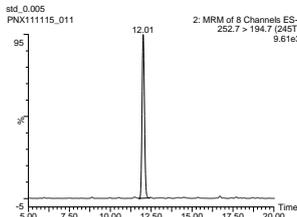
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.05 ppm



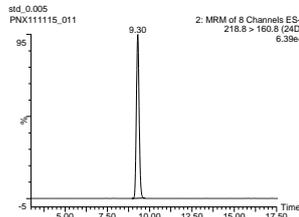
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.2 ppm



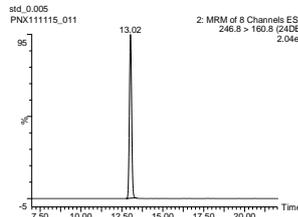
標準溶液 (定量限界)



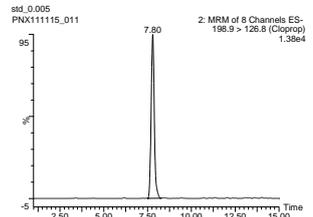
標準溶液 (基準値)



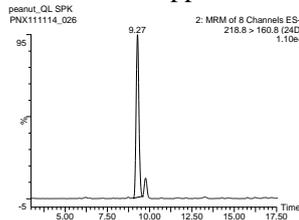
標準溶液 (基準値)



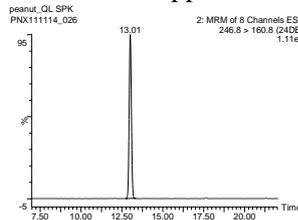
標準溶液 (定量限界)



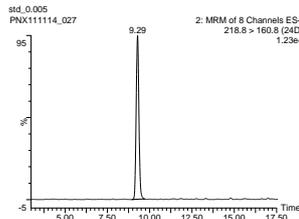
マトリックス添加
試料中 0.01 ppm 相当



マトリックス添加
試料中 0.01 ppm 相当



標準溶液 (定量限界)



標準溶液 (定量限界)

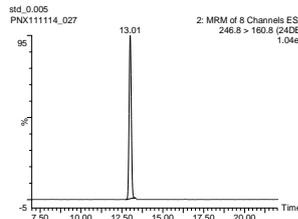
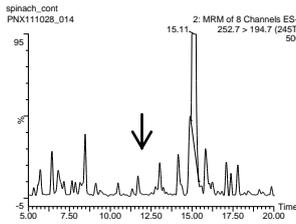


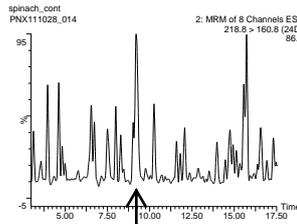
図 19 らっかせいの SRM クロマトグラム

[ほうれんそう]

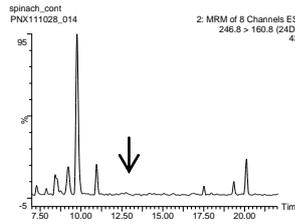
2,4,5-T
ブランク試料



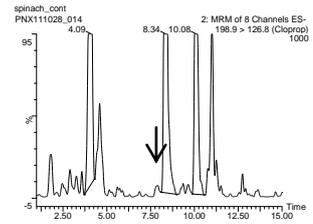
2,4-D
ブランク試料



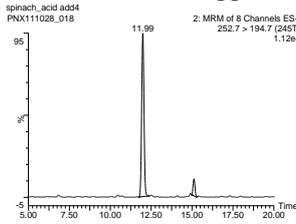
2,4-DB
ブランク試料



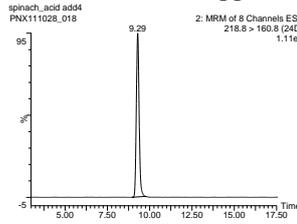
クロプロップ
ブランク試料



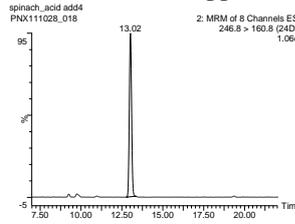
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



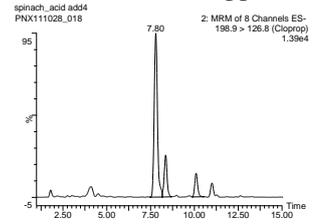
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.05 ppm



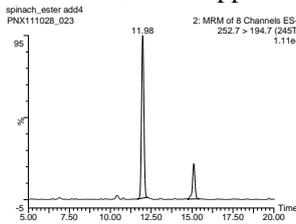
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.2 ppm



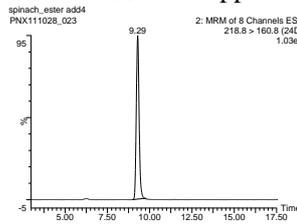
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



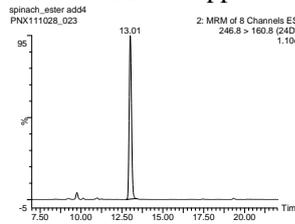
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



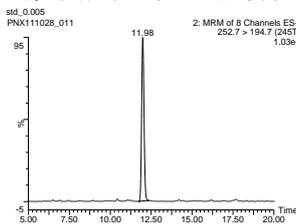
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.05 ppm



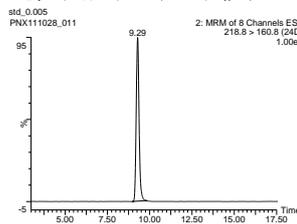
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.2 ppm



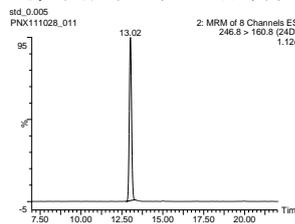
標準溶液 (定量限界)



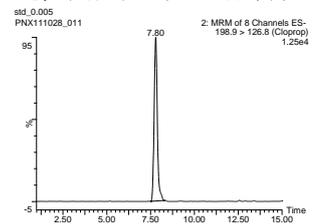
標準溶液 (基準値)



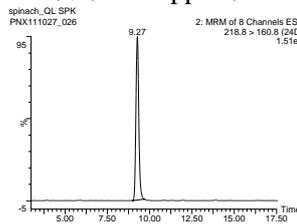
標準溶液 (定量限界)



標準溶液 (定量限界)



マトリクス添加
試料中 0.01 ppm 相当



標準溶液 (定量限界)

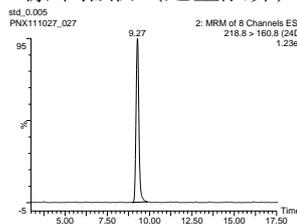


図 20 ほうれんそうの SRM クロマトグラム

[キャベツ]

2,4,5-T

2,4-D

2,4-DB

クロプロップ

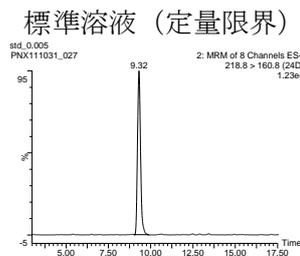
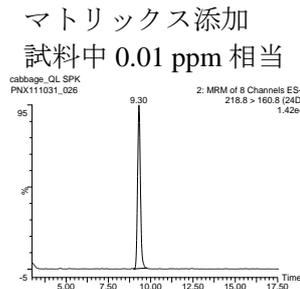
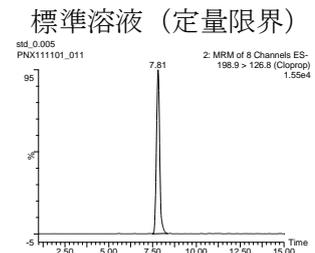
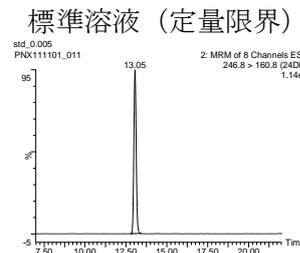
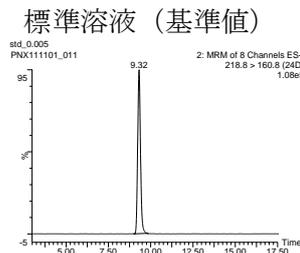
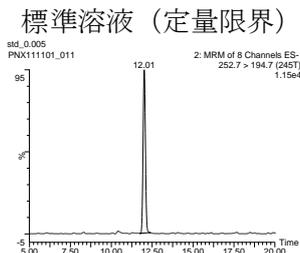
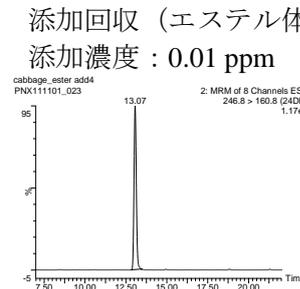
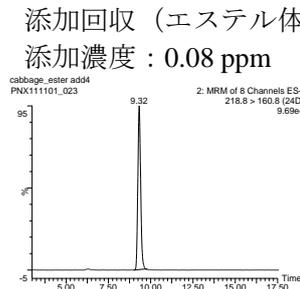
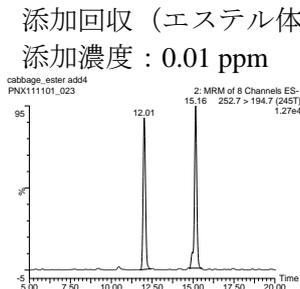
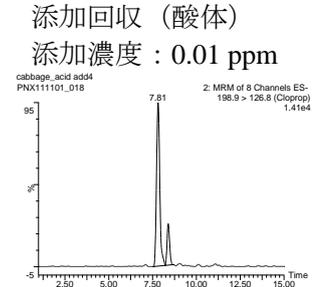
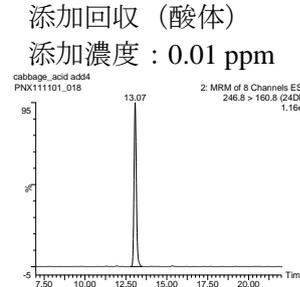
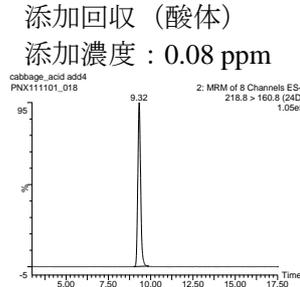
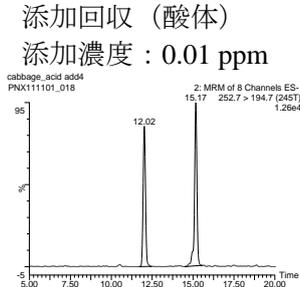
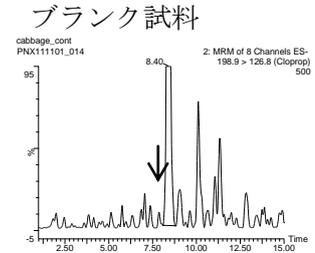
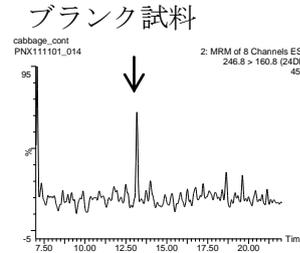
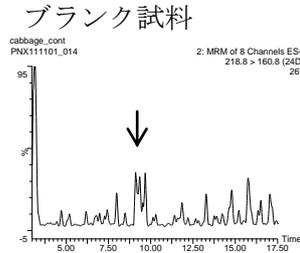
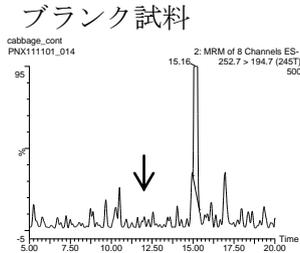
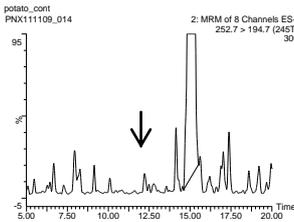


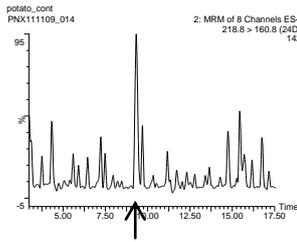
図 21 キャベツの SRM クロマトグラム

[ばれいしょ]

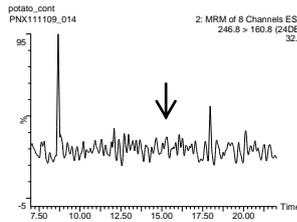
2,4,5-T
ブランク試料



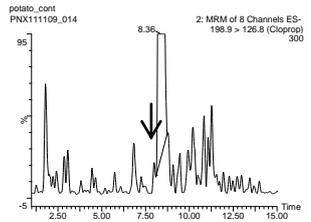
2,4-D
ブランク試料



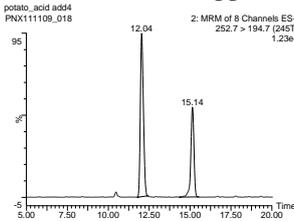
2,4-DB
ブランク試料



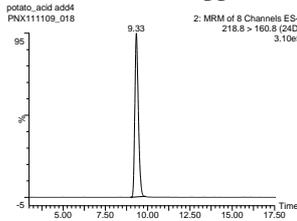
クロプロップ
ブランク試料



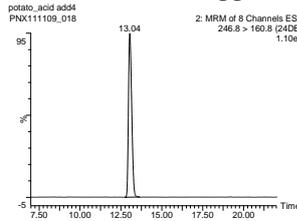
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



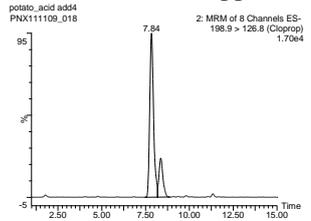
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.2 ppm



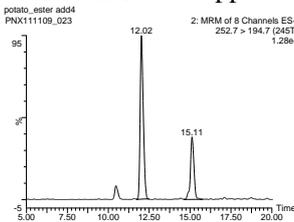
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



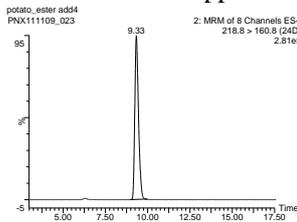
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



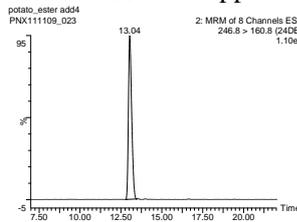
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



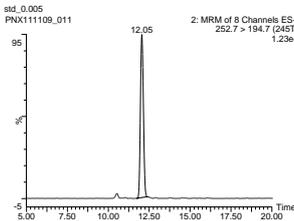
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.2 ppm



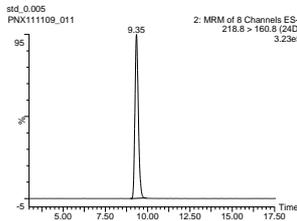
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



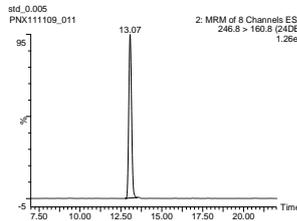
標準溶液 (定量限界)



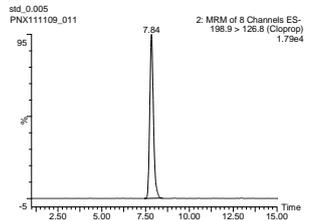
標準溶液 (基準値)



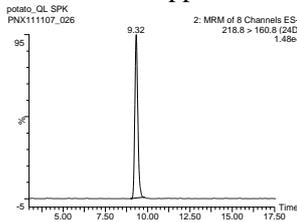
標準溶液 (定量限界)



標準溶液 (定量限界)



マトリックス添加
試料中 0.01 ppm 相当



標準溶液 (定量限界)

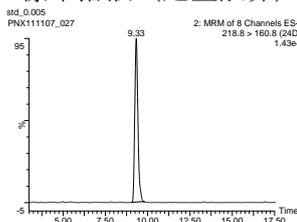
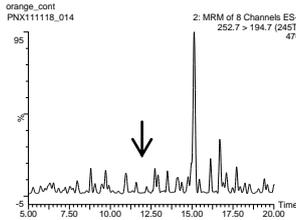


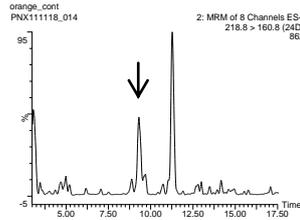
図 22 ばれいしょの SRM クロマトグラム

[オレンジ]

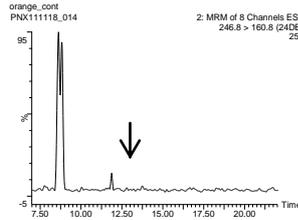
2,4,5-T
ブランク試料



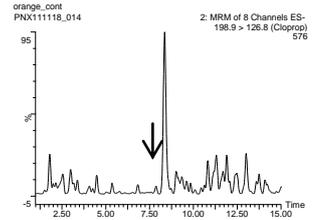
2,4-D
ブランク試料



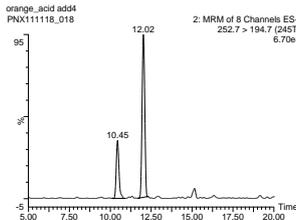
2,4-DB
ブランク試料



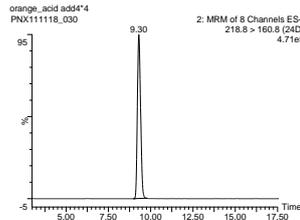
クロプロップ
ブランク試料



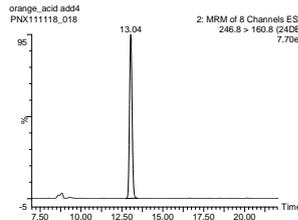
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



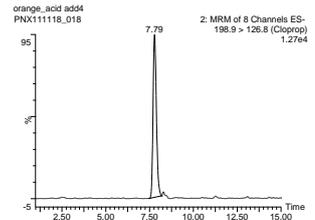
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 2 ppm
4 倍希釈



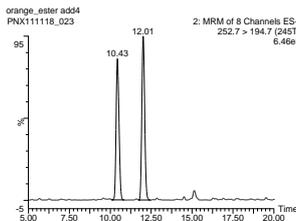
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



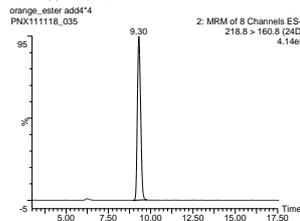
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



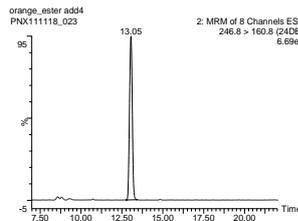
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



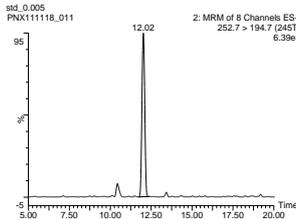
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 2 ppm
4 倍希釈



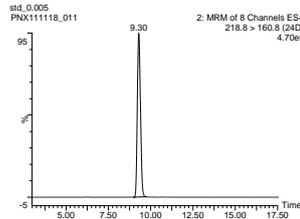
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



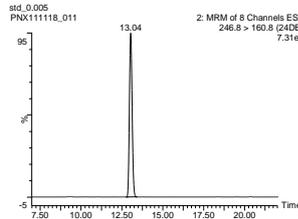
標準溶液 (定量限界)



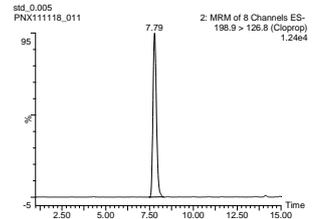
標準溶液 (基準値)



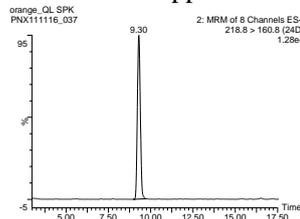
標準溶液 (定量限界)



標準溶液 (定量限界)



マトリックス添加
試料中 0.01 ppm 相当



標準溶液 (定量限界)

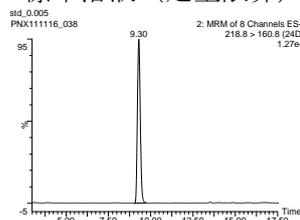


図 23 オレンジの SRM クロマトグラム

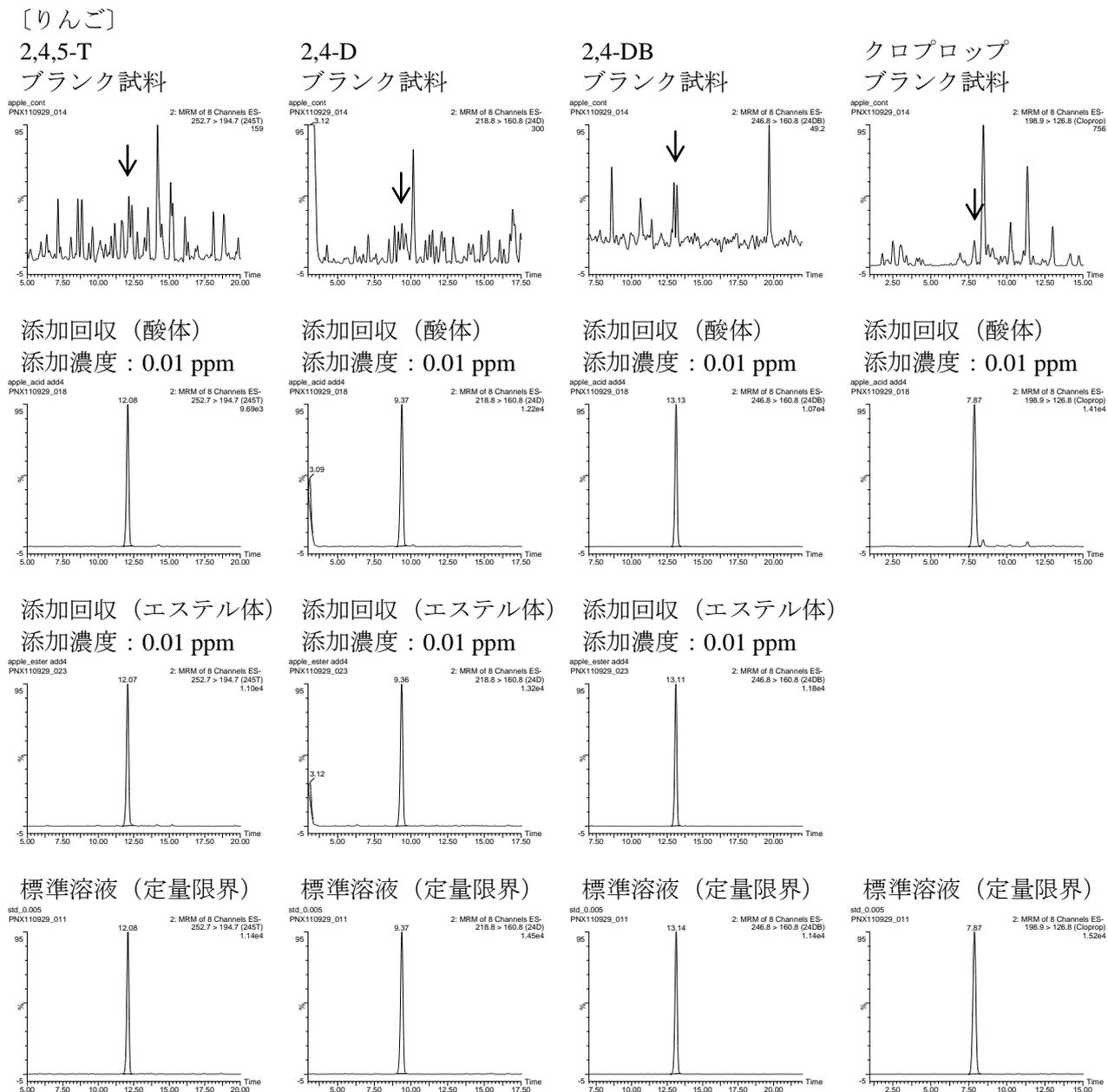
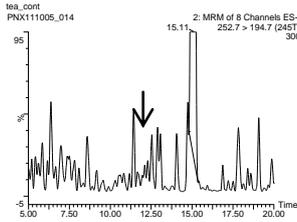


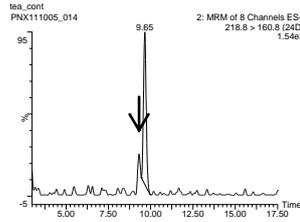
図 24 りんごの SRM クロマトグラム

[茶 (茶葉そのもの)]

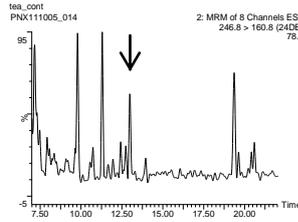
2,4,5-T
ブランク試料



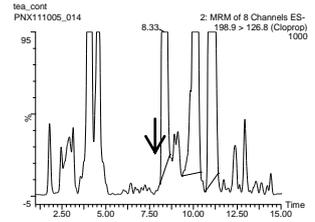
2,4-D
ブランク試料



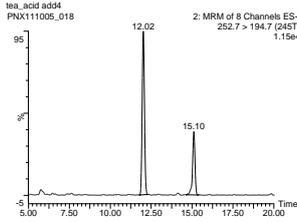
2,4-DB
ブランク試料



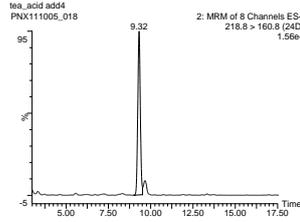
クロプロップ
ブランク試料



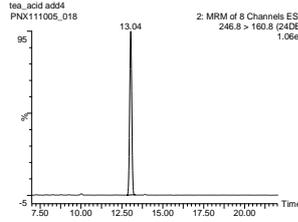
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



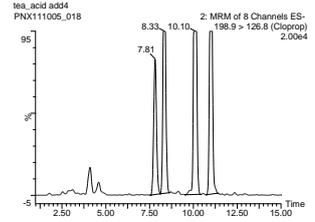
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



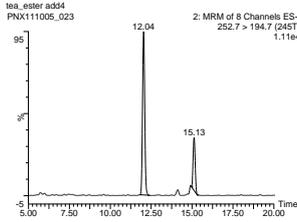
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



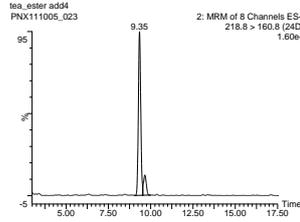
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



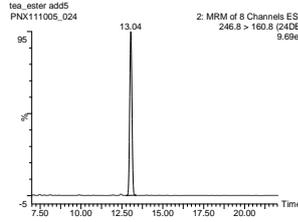
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



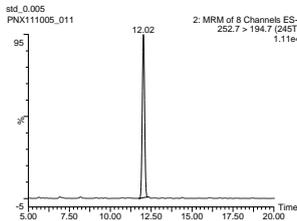
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



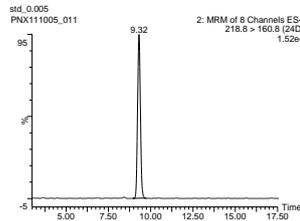
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



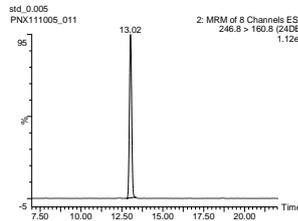
標準溶液 (定量限界)



標準溶液 (定量限界)



標準溶液 (定量限界)



標準溶液 (定量限界)

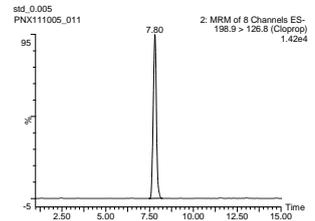
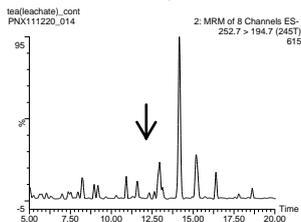


図 25 茶葉 (茶葉そのもの) の SRM クロマトグラム

[茶 (浸出液)]

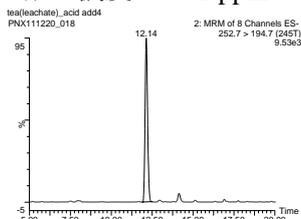
2,4,5-T

ブランク試料

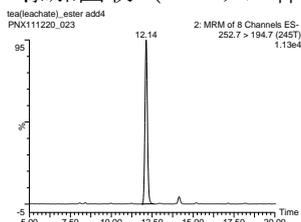


添加回収 (酸体)

添加濃度 : 0.01 ppm



添加回収 (エステル体)



標準溶液 (定量限界)

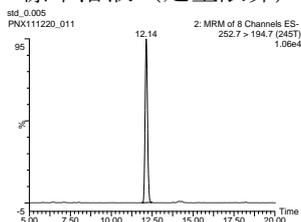
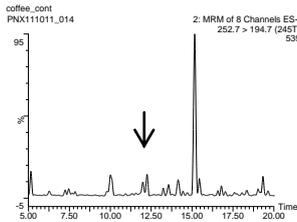


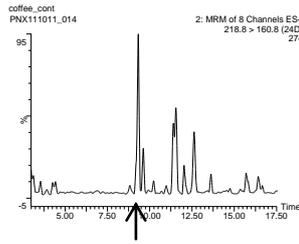
図 26 茶 (浸出液) の SRM クロマトグラム

[コーヒー豆]

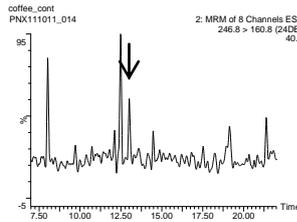
2,4,5-T
ブランク試料



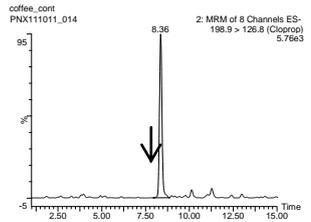
2,4-D
ブランク試料



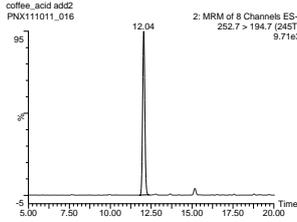
2,4-DB
ブランク試料



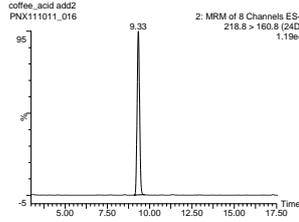
クロプロップ
ブランク試料



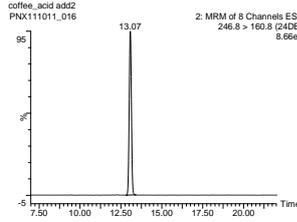
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



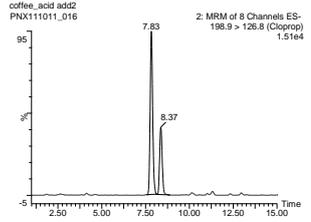
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



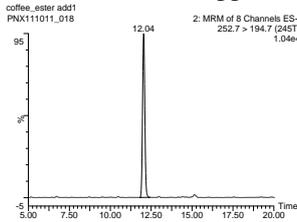
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



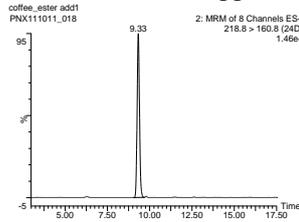
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



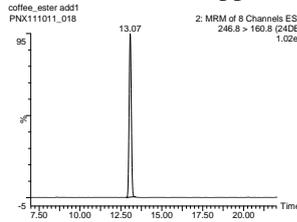
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



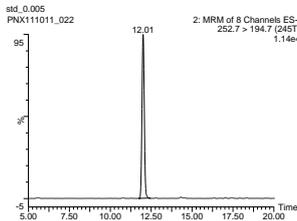
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



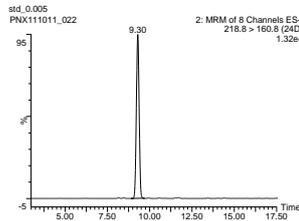
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



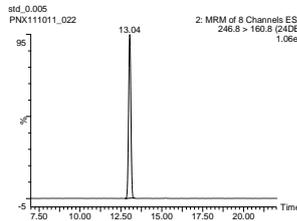
標準溶液 (定量限界)



標準溶液 (定量限界)



標準溶液 (定量限界)



標準溶液 (定量限界)

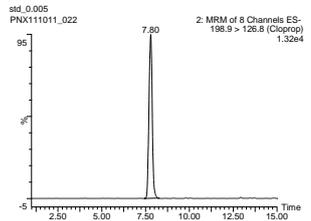
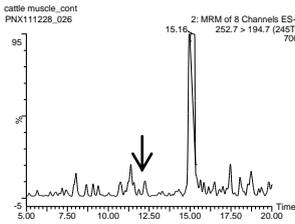


図 27 コーヒー豆の SRM クロマトグラム

[牛の筋肉]

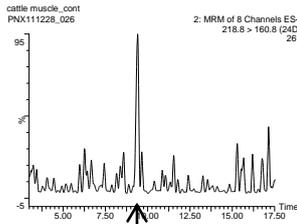
2,4,5-T

ブランク試料



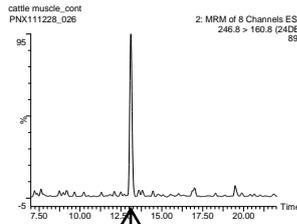
2,4-D

ブランク試料



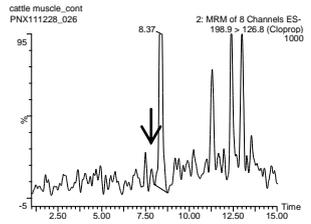
2,4-DB

ブランク試料



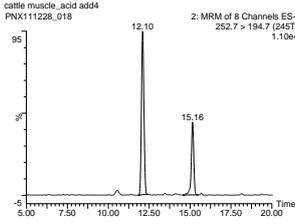
クロプロップ

ブランク試料



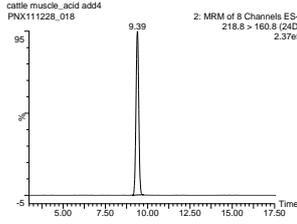
添加回収 (酸体)

添加濃度 : 0.01 ppm



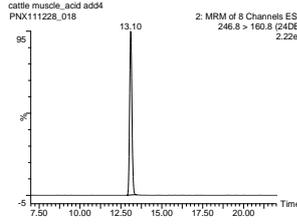
添加回収 (酸体)

添加濃度 : 0.2 ppm



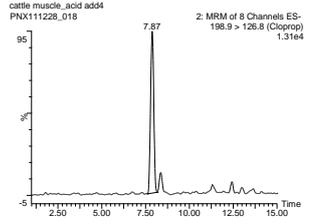
添加回収 (酸体)

添加濃度 : 0.2 ppm



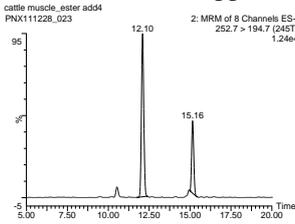
添加回収 (酸体)

添加濃度 : 0.01 ppm



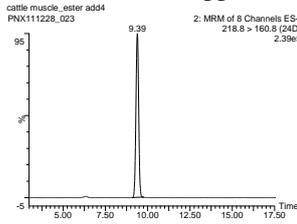
添加回収 (エステル体)

添加濃度 : 0.01 ppm



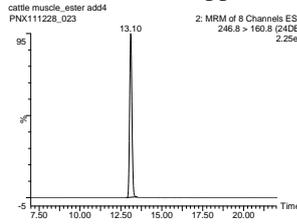
添加回収 (エステル体)

添加濃度 : 0.2 ppm

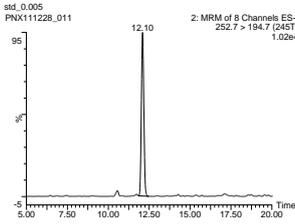


添加回収 (エステル体)

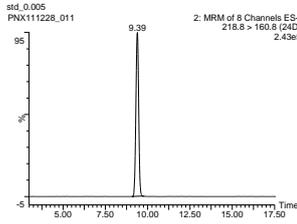
添加濃度 : 0.2 ppm



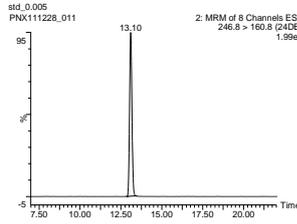
標準溶液 (定量限界)



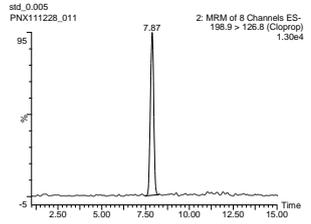
標準溶液 (基準値)



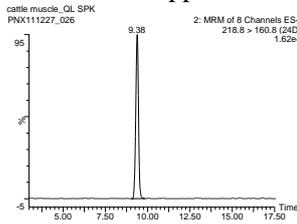
標準溶液 (基準値)



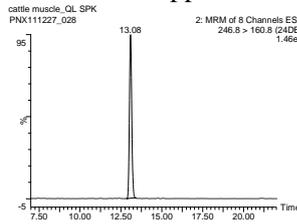
標準溶液 (定量限界)



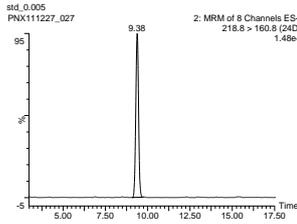
マトリックス添加
試料中 0.01 ppm 相当



マトリックス添加
試料中 0.01 ppm 相当



標準溶液 (定量限界)



標準溶液 (定量限界)

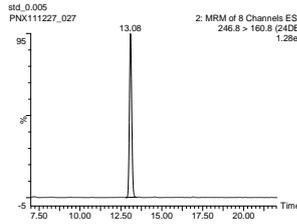


図 28 牛の筋肉の SRM クロマトグラム

[牛の脂肪]

2,4,5-T

2,4-D

2,4-DB

クロプロップ

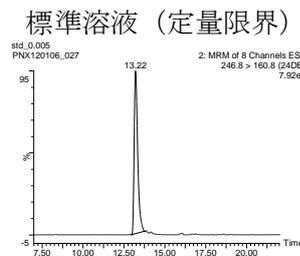
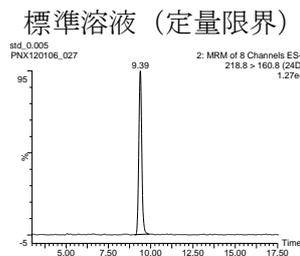
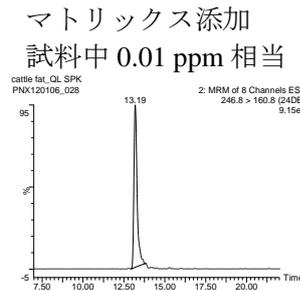
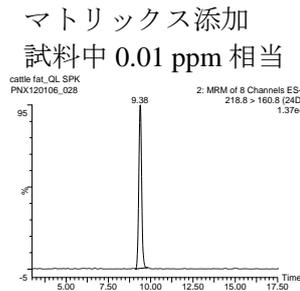
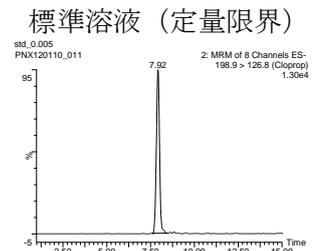
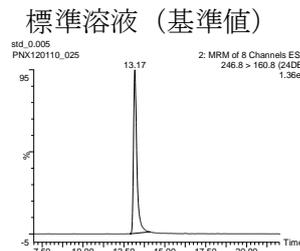
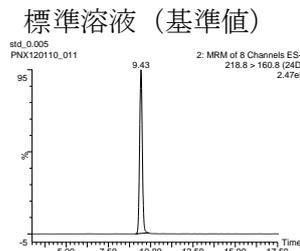
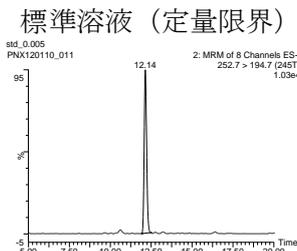
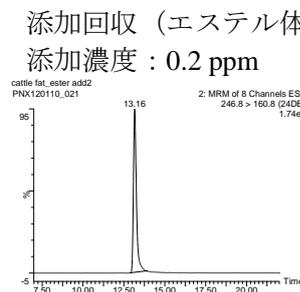
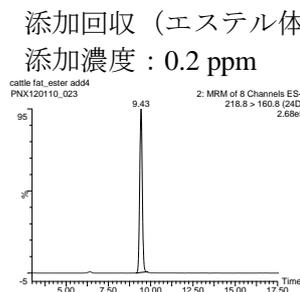
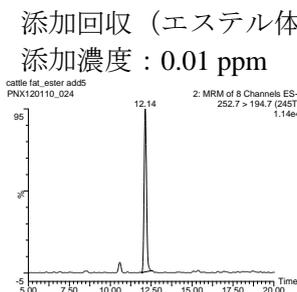
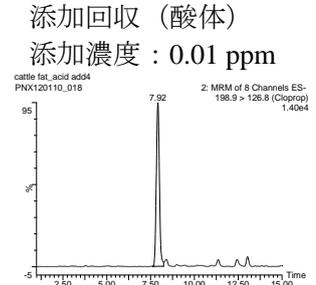
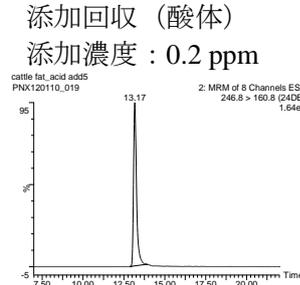
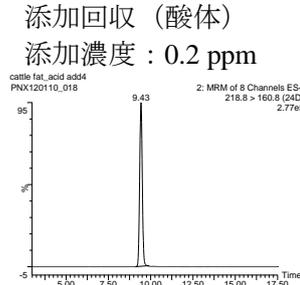
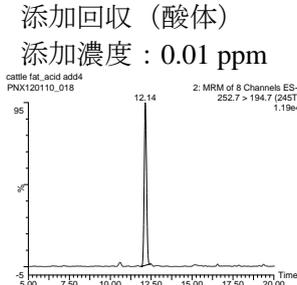
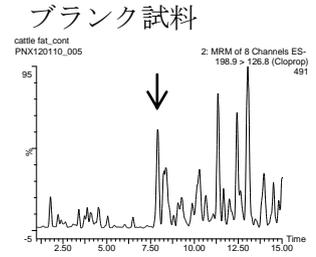
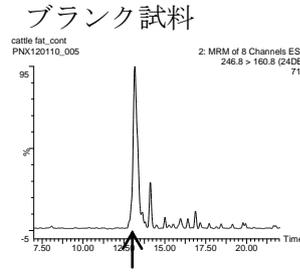
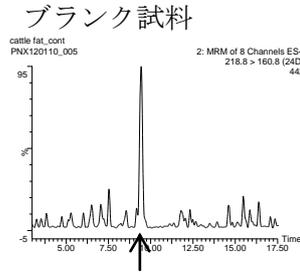
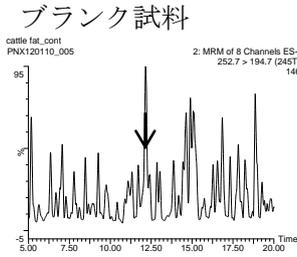
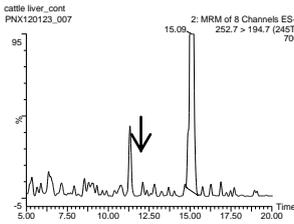


図 29 牛の脂肪の SRM クロマトグラム

[牛の肝臓]

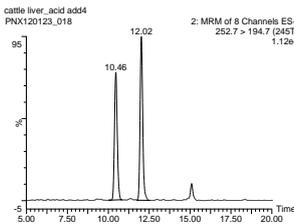
2,4,5-T

ブランク試料



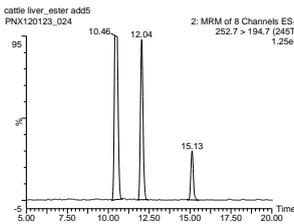
添加回収 (酸体)

添加濃度 : 0.01 ppm

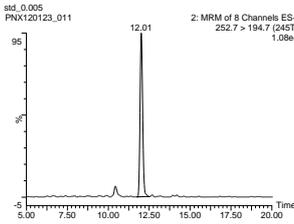


添加回収 (エステル体)

添加濃度 : 0.01 ppm

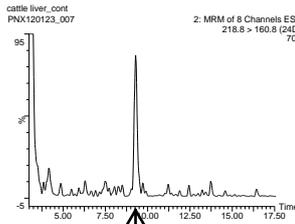


標準溶液 (定量限界)



2,4-D

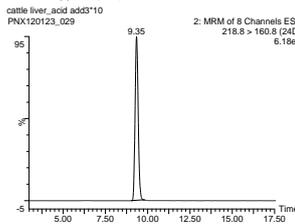
ブランク試料



添加回収 (酸体)

添加濃度 : 5 ppm

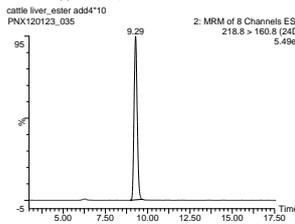
10 倍希釈



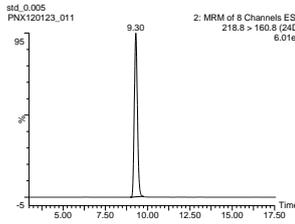
添加回収 (エステル体)

添加濃度 : 5 ppm

10 倍希釈

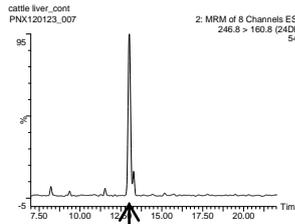


標準溶液 (基準値)



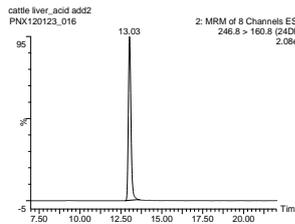
2,4-DB

ブランク試料



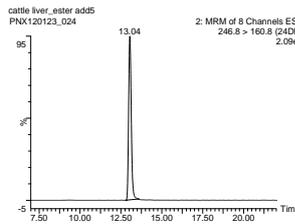
添加回収 (酸体)

添加濃度 : 0.2 ppm

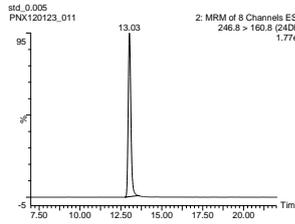


添加回収 (エステル体)

添加濃度 : 0.2 ppm

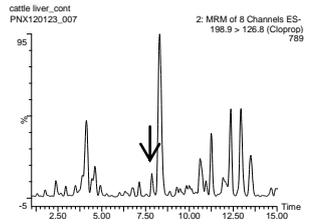


標準溶液 (基準値)



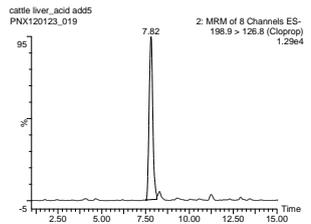
クロプロップ

ブランク試料

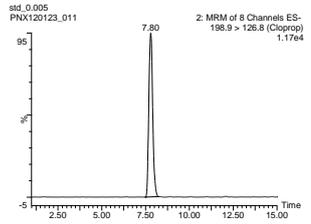


添加回収 (酸体)

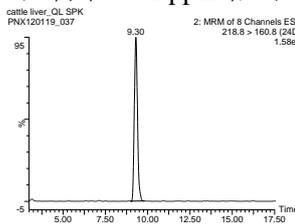
添加濃度 : 0.01 ppm



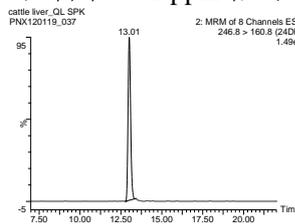
標準溶液 (定量限界)



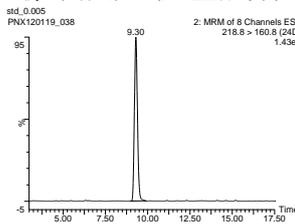
マトリックス添加
試料中 0.01 ppm 相当



マトリックス添加
試料中 0.01 ppm 相当



標準溶液 (定量限界)



標準溶液 (定量限界)

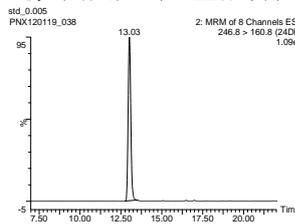
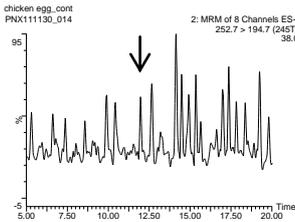


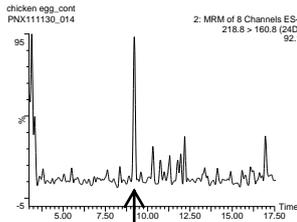
図 30 牛の肝臓の SRM クロマトグラム

[鶏卵]

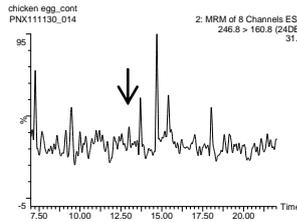
2,4,5-T
ブランク試料



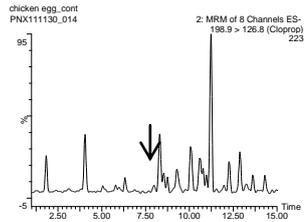
2,4-D
ブランク試料



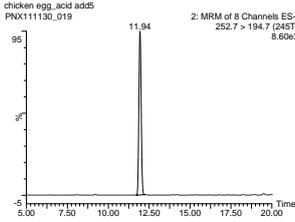
2,4-DB
ブランク試料



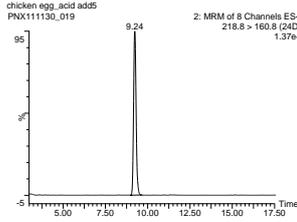
クロプロップ
ブランク試料



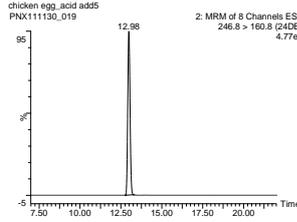
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



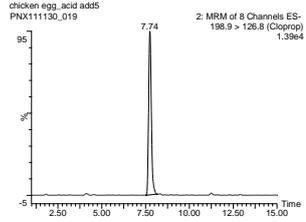
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



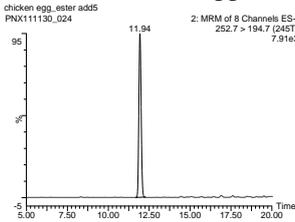
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.05 ppm



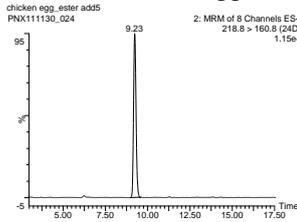
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



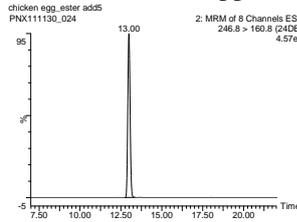
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



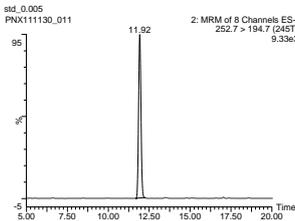
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



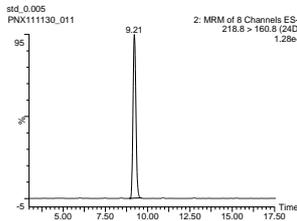
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.05 ppm



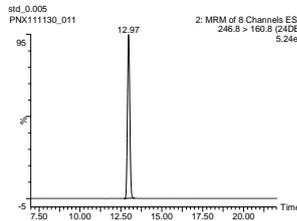
標準溶液 (定量限界)



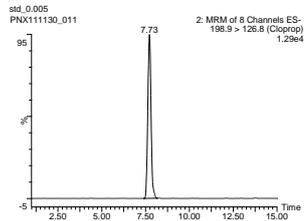
標準溶液 (定量限界)



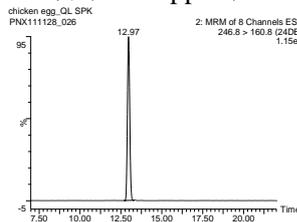
標準溶液 (基準値)



標準溶液 (定量限界)



マトリックス添加
試料中 0.01 ppm 相当



標準溶液 (定量限界)

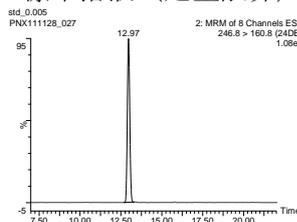
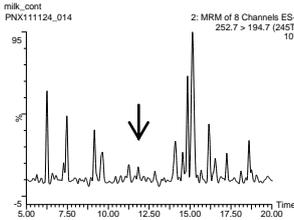


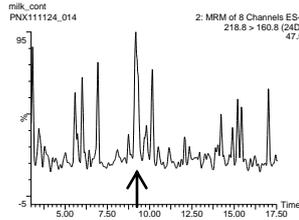
図 31 鶏卵の SRM クロマトグラム

[牛乳]

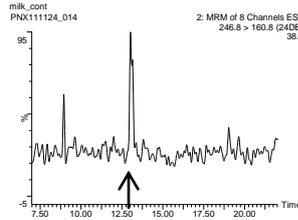
2,4,5-T
ブランク試料



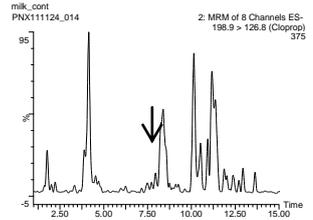
2,4-D
ブランク試料



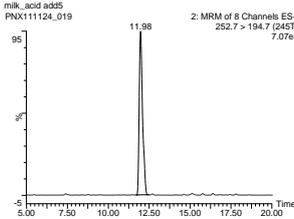
2,4-DB
ブランク試料



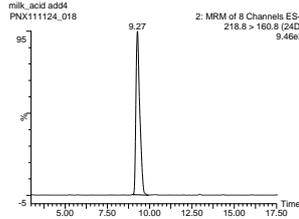
クロプロップ
ブランク試料



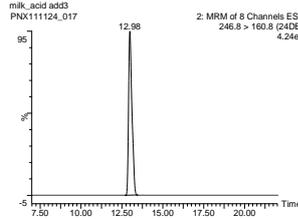
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



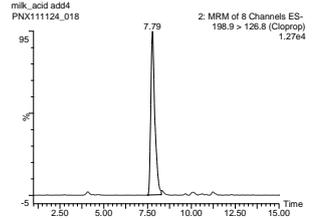
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



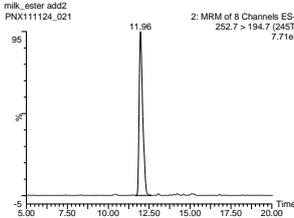
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.05 ppm



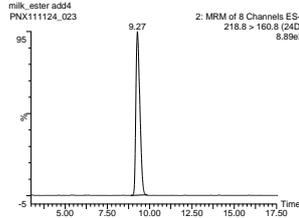
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



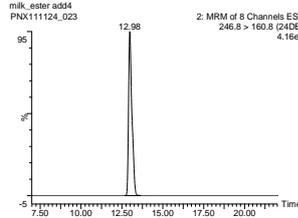
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



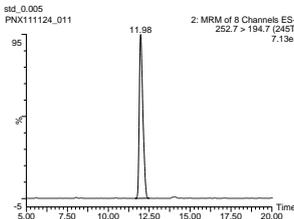
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



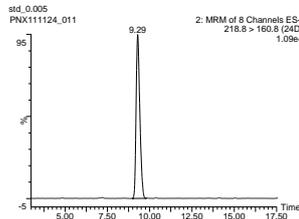
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.05 ppm



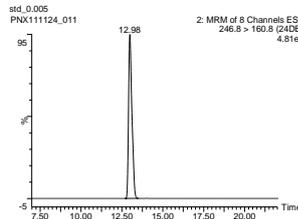
標準溶液 (定量限界)



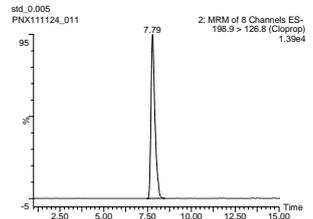
標準溶液 (定量限界)



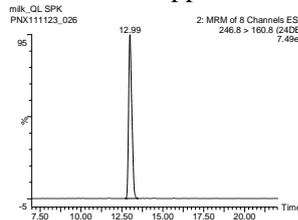
標準溶液 (基準値)



標準溶液 (定量限界)



マトリックス添加
試料中 0.01 ppm 相当



標準溶液 (定量限界)

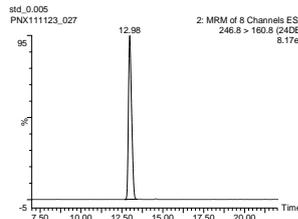
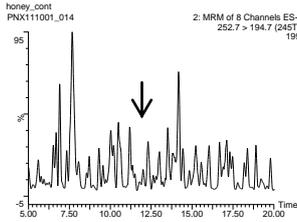


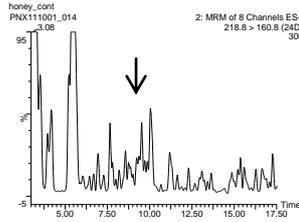
図 32 牛乳の SRM クロマトグラム

〔はちみつ〕

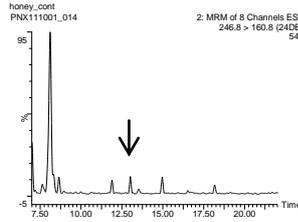
2,4,5-T
ブランク試料



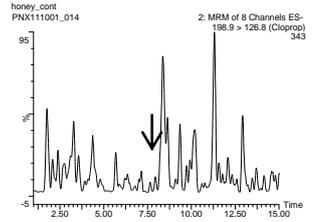
2,4-D
ブランク試料



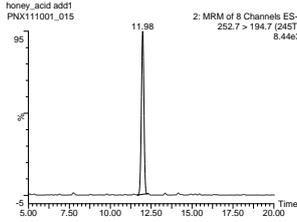
2,4-DB
ブランク試料



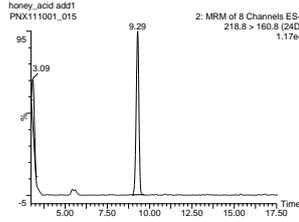
クロプロップ
ブランク試料



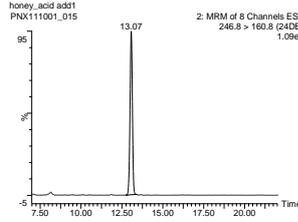
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



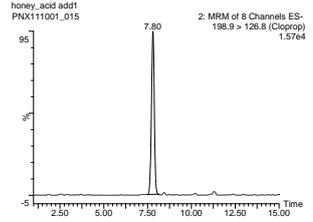
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



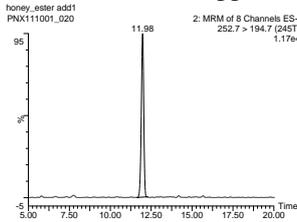
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



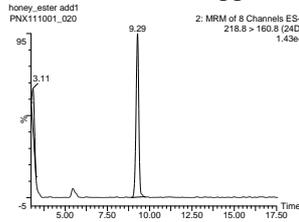
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



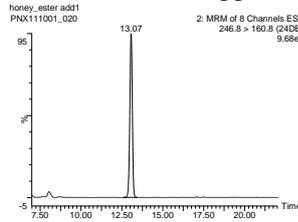
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



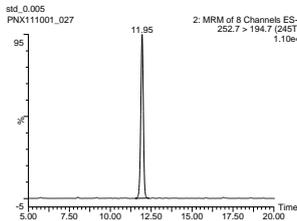
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



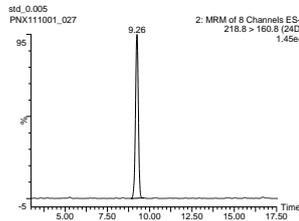
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



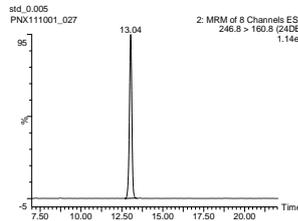
標準溶液 (定量限界)



標準溶液 (定量限界)



標準溶液 (定量限界)



標準溶液 (定量限界)

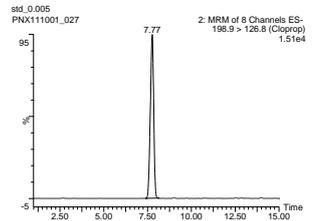
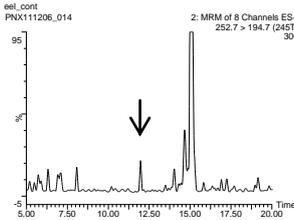


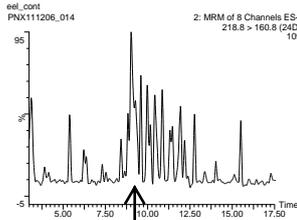
図 33 はちみつの SRM クロマトグラム

[うなぎ]

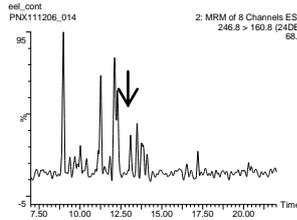
2,4,5-T
ブランク試料



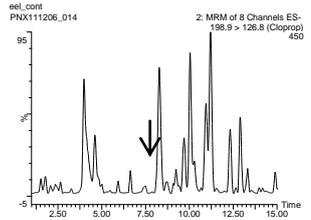
2,4-D
ブランク試料



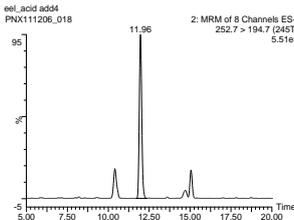
2,4-DB
ブランク試料



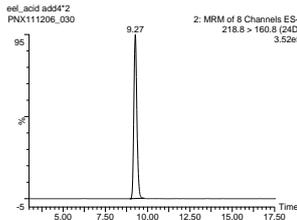
クロプロップ
ブランク試料



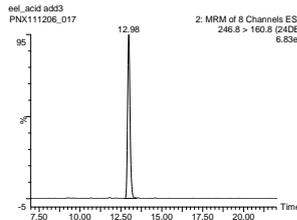
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



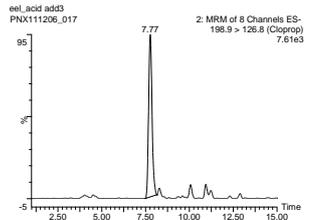
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 1 ppm
2 倍希釈



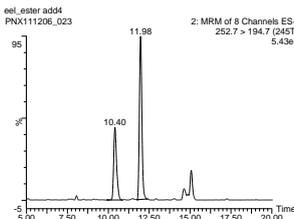
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



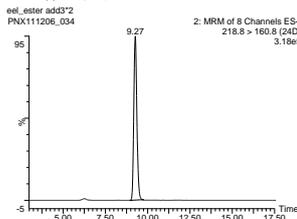
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



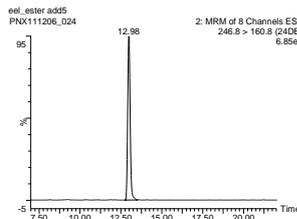
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



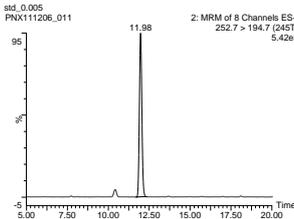
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 1 ppm
2 倍希釈



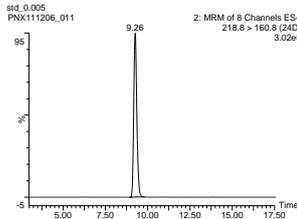
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



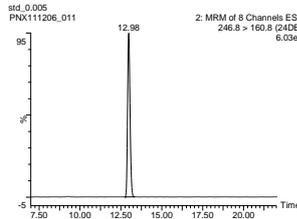
標準溶液 (定量限界)



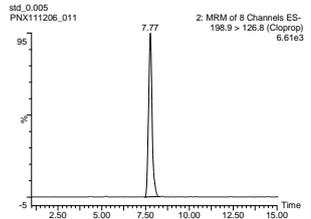
標準溶液 (基準値)



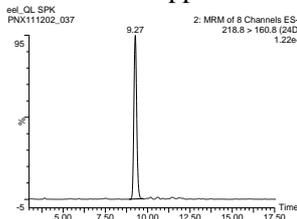
標準溶液 (定量限界)



標準溶液 (定量限界)



マトリックス添加
試料中 0.01 ppm 相当



標準溶液 (定量限界)

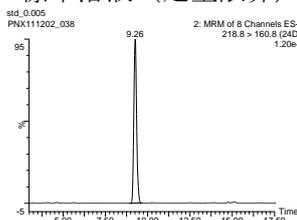
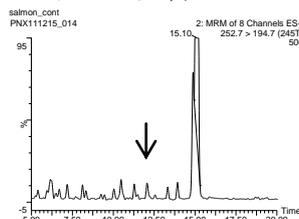
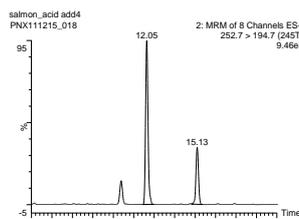


図 34 うなぎの SRM クロマトグラム

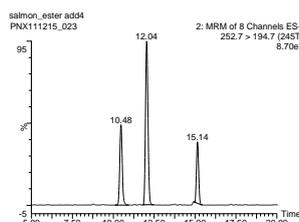
[さけ]
2,4,5-T
ブランク試料



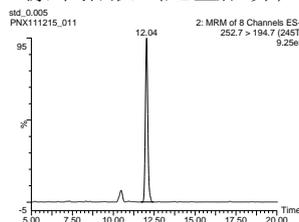
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



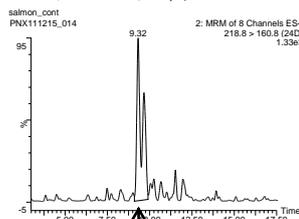
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



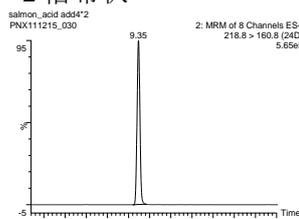
標準溶液 (定量限界)



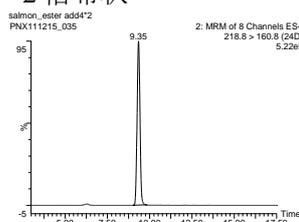
2,4-D
ブランク試料



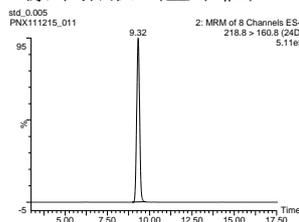
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 1 ppm
2 倍希釈



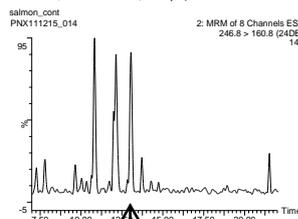
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 1 ppm
2 倍希釈



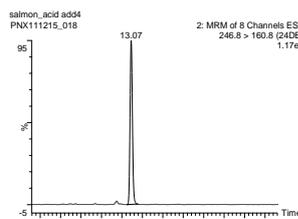
標準溶液 (基準値)



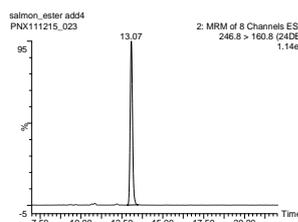
2,4-DB
ブランク試料



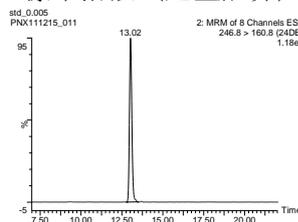
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



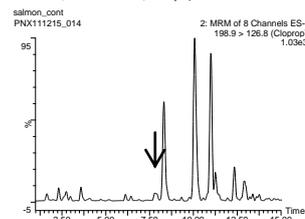
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



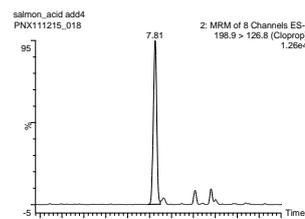
標準溶液 (定量限界)



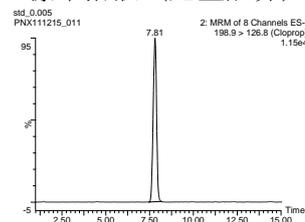
クロプロップ
ブランク試料



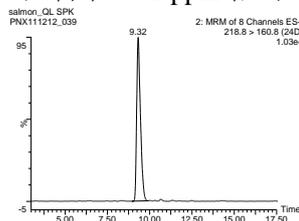
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



標準溶液 (定量限界)



マトリックス添加
試料中 0.01 ppm 相当



標準溶液 (定量限界)

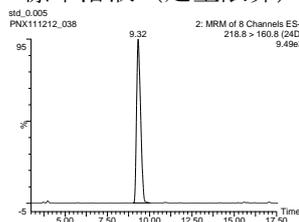
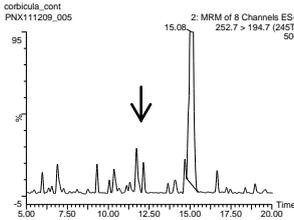


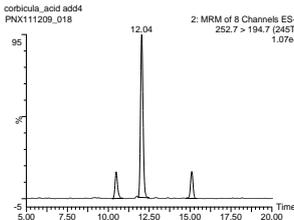
図 35 さけの SRM クロマトグラム

[しじみ]

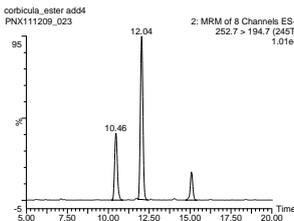
2,4,5-T
ブランク試料



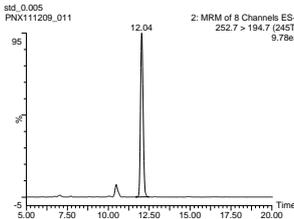
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



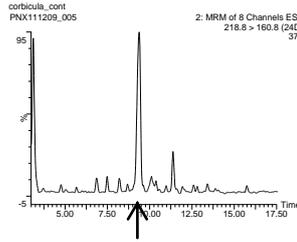
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



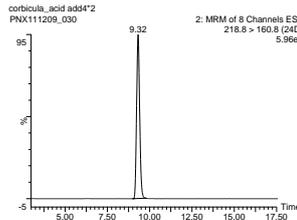
標準溶液 (定量限界)



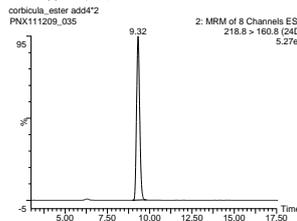
2,4-D
ブランク試料



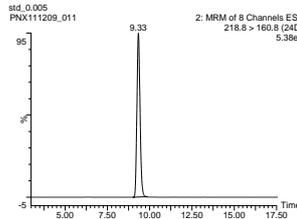
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 1 ppm
2 倍希釈



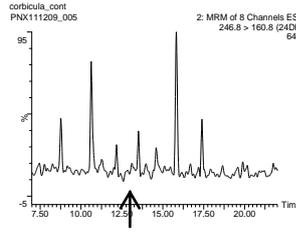
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 1 ppm
2 倍希釈



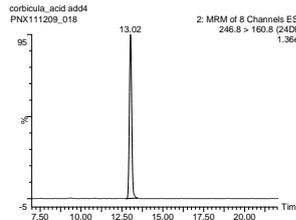
標準溶液 (基準値)



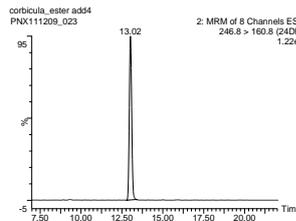
2,4-DB
ブランク試料



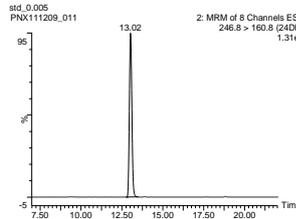
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



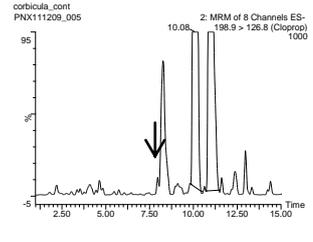
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



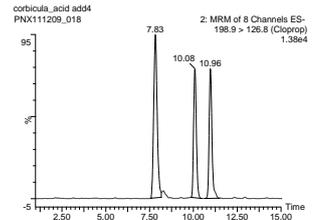
標準溶液 (定量限界)



クロプロップ
ブランク試料



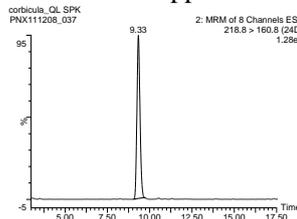
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



標準溶液 (定量限界)



マトリックス添加
試料中 0.01 ppm 相当



標準溶液 (定量限界)

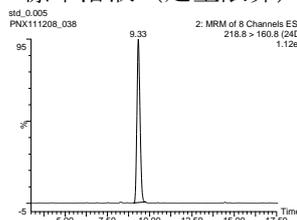
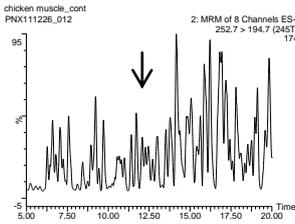


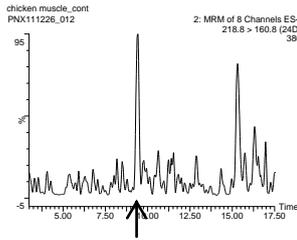
図 36 しじみの SRM クロマトグラム

〔鶏の筋肉〕

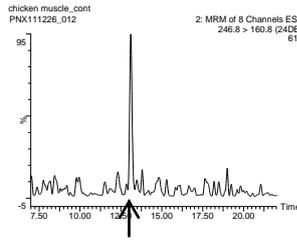
2,4,5-T
ブランク試料



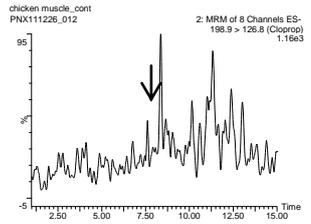
2,4-D
ブランク試料



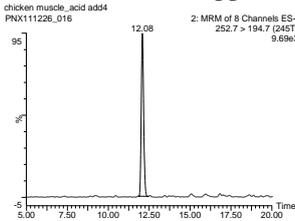
2,4-DB
ブランク試料



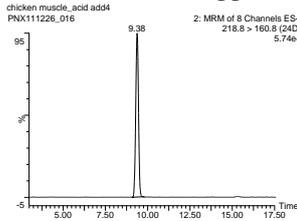
クロプロップ
ブランク試料



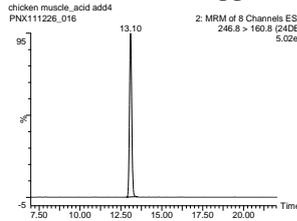
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



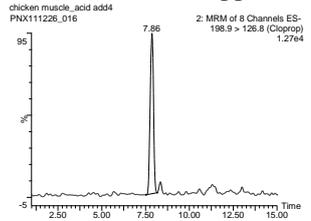
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.05 ppm



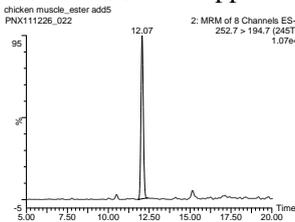
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.05 ppm



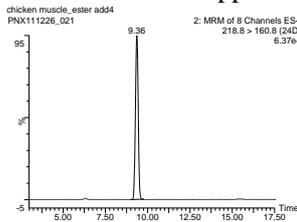
添加回収 (酸体)
添加濃度 : 0.01 ppm



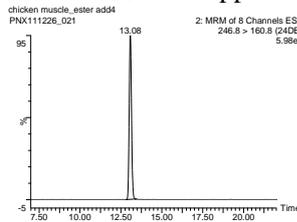
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.01 ppm



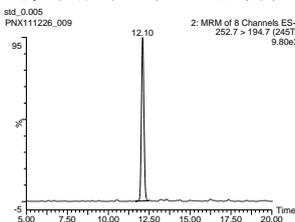
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.05 ppm



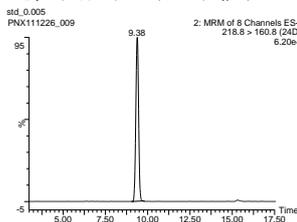
添加回収 (エステル体)
添加濃度 : 0.05 ppm



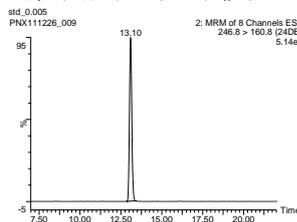
標準溶液 (定量限界)



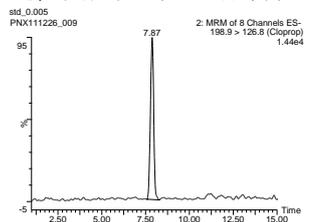
標準溶液 (基準値)



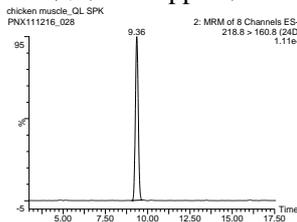
標準溶液 (基準値)



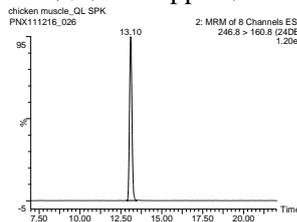
標準溶液 (定量限界)



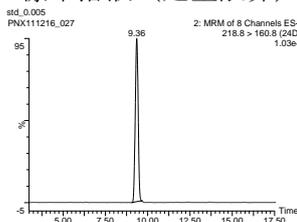
マトリックス添加
試料中 0.01 ppm 相当



マトリックス添加
試料中 0.01 ppm 相当



標準溶液 (定量限界)



標準溶液 (定量限界)

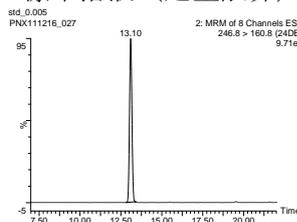


図 37 鶏の筋肉の SRM クロマトグラム

2) ブランク試料の代表的なトータルイオンクロマトグラム

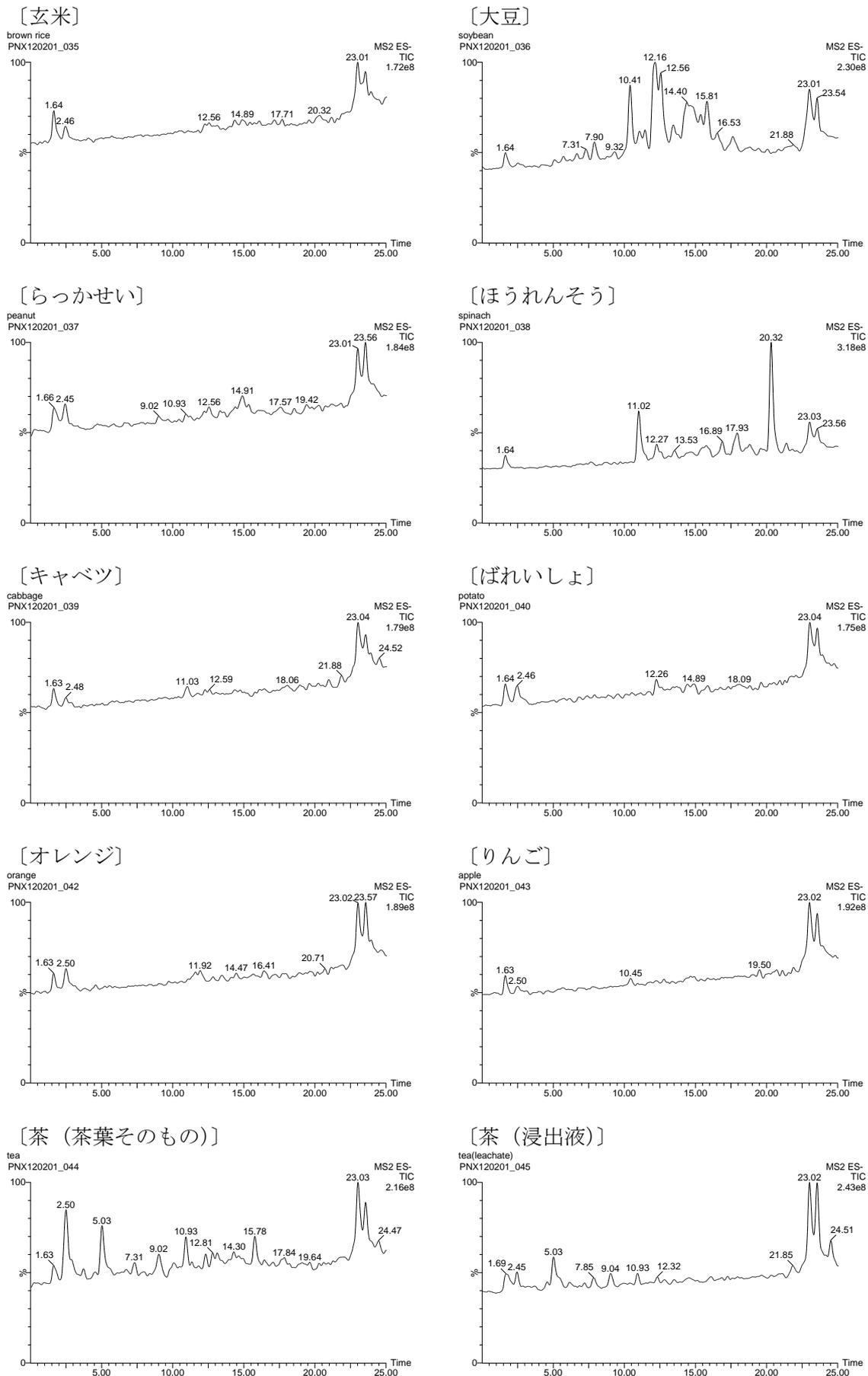


図 38 ブランク試料のトータルイオンクロマトグラム
(スキャン範囲: 50~550 amu)

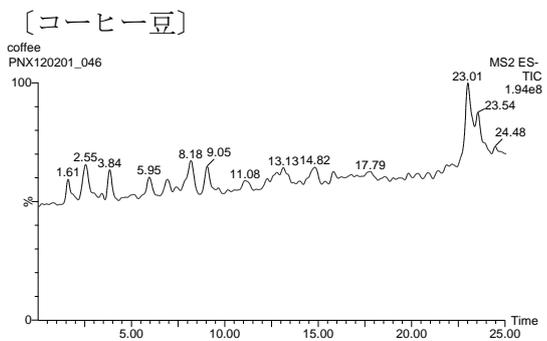
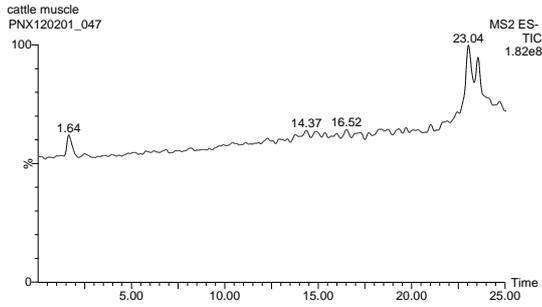
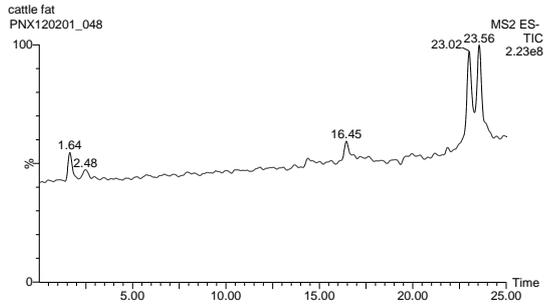


図 39 ブランク試料のトータルイオンクロマトグラム
(スキャン範囲：50～550 amu)

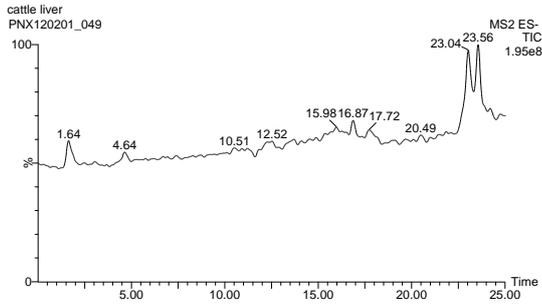
〔牛の筋肉〕



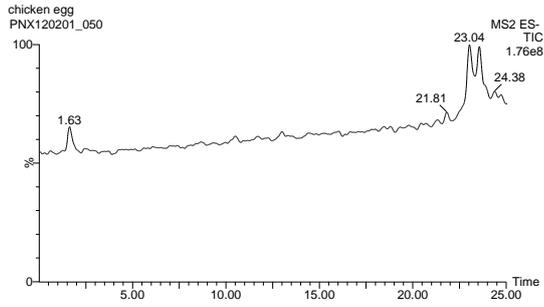
〔牛の脂肪〕



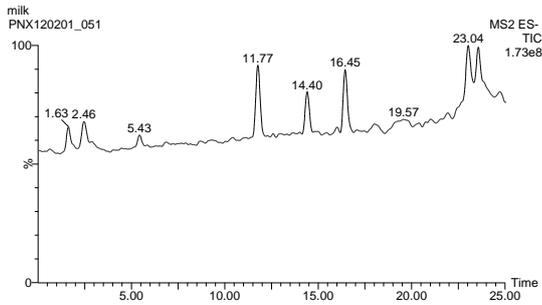
〔牛の肝臓〕



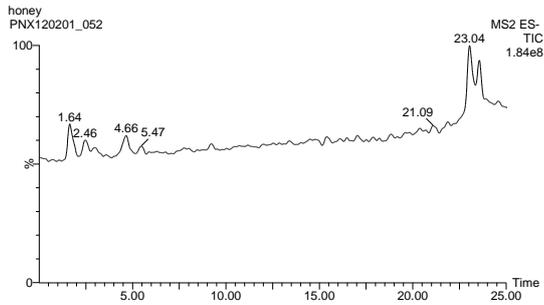
〔鶏卵〕



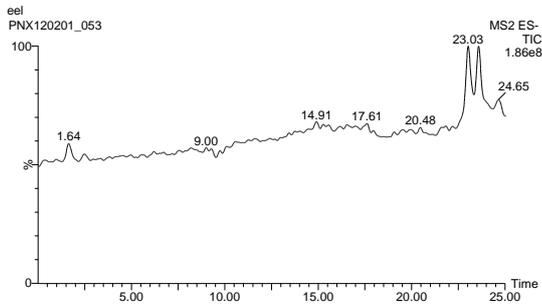
〔牛乳〕



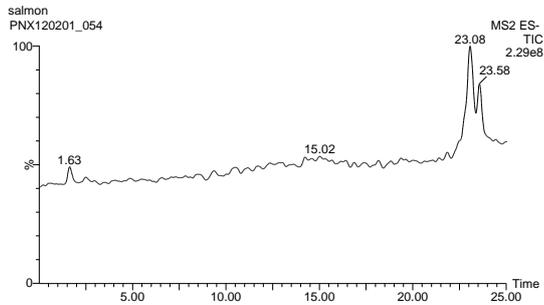
〔はちみつ〕



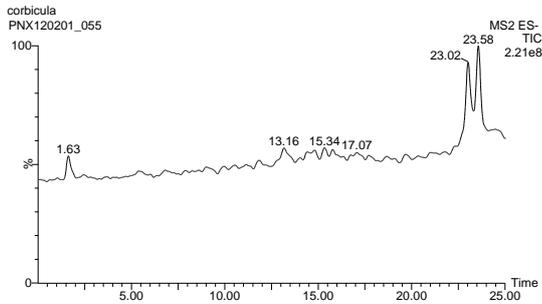
〔うなぎ〕



〔さけ〕



〔しじみ〕



〔鶏の筋肉〕

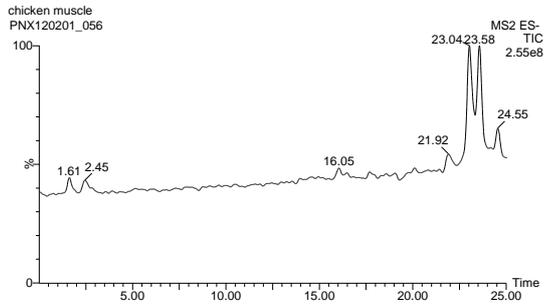


図 40 ブランク試料のトータルイオンクロマトグラム
(スキャン範囲：50～550 amu)