Ⅳ. 資 料

1. 試験期間中の気温等

表28. 山梨 (露地) りんご試験期間中の気温および降水量

日付	平均気温(°C)	最高気温(°C)	最低気温(°C)	降水量(mm)
2021/4/7	12.5	20.0	6.4	0
2021/4/8	11.9	19.1	4.8	0
2021/4/9	10.5	18.0	4.7	0
2021/4/10	9.1	16.7	2.6	0
2021/4/11	11.1	20.2	3.6	0
2021/4/12	12.9	21.0	4.6	0

表29. 福島(露地) りんご試験期間中の気温および降水量

日付	平均気温(℃)	最高気温(°C)	最低気温(℃)	降水量(mm)
2021/4/19	13.1	17.4	9.7	0.0
2021/4/20	15.7	25.0	5.4	-
2021/4/21	15.0	19.9	10.7	-
2021/4/22	13.5	21.3	7.2	-
2021/4/23	11.4	20.0	4.4	-
2021/4/24	14.4	24.1	4.6	-

表30. 岩手(露地) りんご試験期間中の気温および降水量

日付	平均気温(°C)	最高気温(℃)	最低気温(℃)	降水量(mm)
2021/5/4	14.6	20.1	9.4	0.0
2021/5/5	13.3	19.7	5.8	2.0
2021/5/6	15.2	22.1	8.0	0.0
2021/5/7	13.9	22.2	5.2	0.0
2021/5/8	16.2	23.6	9.7	0.0
2021/5/9	14.1	21.4	7.4	0.0
2021/5/10	12.2	14.7	9.1	2.5
2021/5/11	12.8	19.0	8.1	0.0

表31. 山梨(施設) かんきつ(温州みかん) 試験期間中の気温

日付	平均気温(°C)	最高気温(°C)	最低気温(°C)
2021/4/28	18.0	31.6	10.8
2021/4/29	16.3	22.8	13.2
2021/4/30	20.3	35.8	9.9
2021/5/1	16.9	31.3	7.6
2021/5/2	17.3	33.7	8.4
2021/5/3	16.2	29.0	5.8

表32. 高知(施設) かんきつ(日向夏)試験期間中の気温

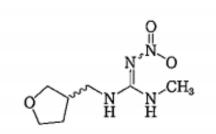
日付	平均気温(℃)	最高気温(℃)	最低気温(℃)
2021/4/23	18.0	29.0	11.1
2021/4/24	19.1	26.0	13.2
2021/4/25	19.1	29.2	11.5
2021/4/26	16.7	28.2	8.4
2021/4/27	18.3	29.1	8.9
2021/4/28	18.2	23.1	14.6
2021/4/29	16.7	19.0	11.6
2021/4/30	18.8	29.1	10.0

表33. 宮崎(施設) かんきつ(不知火)試験期間中の気温

日付	平均気温(°C)	最高気温(°C)	最低気温(℃)
2021/4/16	19.7	33.5	11.2
2021/4/17	20.0	35.5	11.3
2021/4/18	20.6	39.0	8.0
2021/4/19	21.8	44.0	7.3
2021/4/20	23.6	46.8	8.4
2021/4/21	25.1	46.6	9.7
2021/4/22	24.6	45.8	9.7
2021/4/23	22.7	38.7	12.4
2021/4/24	23.9	41.6	14.2
2021/4/25	24.8	42.4	12.9

2. 分析方法の詳細

(1)分析対象化合物の構造式、化学名および物理化学的性状 <ジノテフラン>



化学名: (RS)-1-methyl-2-nitro-3-(tetrahydro-3-furylmethyl) guanidine

化学式: C7H14N4O3

分子量:202.21

性状:白色結晶,無臭

融点:107.5℃

沸点:沸点 208℃ (100.2kPa) で分解のため測定不能

蒸気圧: <1.7×10-6Pa (30℃)

オクタノール/水分配係数: log Pow = -0.549 (25℃)

溶解性:水;40g/L (pH6.98)

アセトン;58g/L、エタノール;19g/L、キシレン;72mg/L、ジクロロメタン;61g/L、酢酸エチル;5.2g/L、トルエン;150mg/L、ヘキサン;0.009mg/L、

ヘプタン; 0.011mg/L、メタノール; 57g/L (以上 20℃)

安定性:熱;安定(150℃)、

加水分解性半減期 (25℃); >1年 (pH4, pH7、pH9)

水中光分解性半減期(25℃、300~800nm);3.8 時間(滅菌蒸留水、400W/m²)

3.8 時間 (自然水、416W/m²)

出典: 農薬ハンドブック 2021 年版

<ペルメトリン>

化学名: 3-phenoxybenzyl (1RS,3RS;1RS,3SR)-3-(2,2-dichlorovinyl)-2,2-

dimethylcyclopropanecarboxylate

化学式: C₂₁H₂₀Cl₂O₃

分子量:391.3

性状:白色結晶性粉末,無臭

融点:43.8~46.1℃

蒸気圧: 6.82×10⁻⁷Pa (25℃)

オクタノール/水分配係数: log Pow = 6.36 (室温)

溶解性:水;11.1μg/L(20℃)

トルエン・ヘキサン;>1,000g/L (25℃)、メタノール;51.7g/L (25℃)

安定性:熱;安定

加水分解性半減期; >1年(25℃、pH4、pH7)、43.5日(20℃、pH9)

水中光分解性半減期(25℃);約30日(河川水)

出典: 農薬ハンドブック 2021 年版

(2) 試薬および機器

ジノテフラン標準品:純度100.0%(関東化学製)

有効期限: 2023 年 9 月

cis-ペルメトリン標準品:純度 99.8% (富士フイルム和光純薬製)

有効期限: 2023 年 9 月

trans-ペルメトリン標準品:純度 99.4% (富士フイルム和光純薬製)

有効期限: 2026年1月

アセトン、アセトニトリル、ヘキサン:残留農薬試験用(関東化学製)

メタノール:LC/MS用(関東化学製)

1mol/L 酢酸アンモニウム:高速液体クロマトグラフィー用(関東化学製)

ぎ酸:特級

超純水:ピュアライト(オルガノ製)及びピューリック ZII(オルガノ製)

で精製した水

塩析用試薬:「Q-sep」抽出塩キット(Restek 製)

ポリマー系ミニカラム: InertSep PLS-2 500mg/6mL (ジーエルサイエンス製)

陰イオン交換ミニカラム: Bond Elut Jr PSA 500mg (Agilent 製)

電子天秤: Excellence XS4002S、XSR205、ML54T/00(メトラー・トレド製)

振とう機:エルビス(スギヤマゲン製)、TS-Shaker(池田理化製)

減圧濃縮装置:ロータリー・エバポレーター R-134型(柴田科学製)

小型冷却遠心分離機:CF6RN(エッペンドルフ・ハイマック・テクノロジーズ製)

撹拌機:NZ-1100、ZZ-1000(東京理化器械製)

ボルテックスミキサー:LABO-MIXER NS-8(iuchi 製)

ミニポンプ:DA-30S(アルバック機工製)

液体クロマトグラフ/タンデム型質量分析計(LC-MS/MS):

ACUITY UPLC H-Class / Xevo TQ-S micro (Waters 製)

データ処理ソフトウェア: MassLynx (Waters 製)

(3) 分析機器の操作条件

くジノテフラン>

液体クロマトグラフの操作条件

カラム: ACUQUITY UPLC BEH C18 (Waters 製)

径 2.1mm, 長さ 100mm, 粒径 1.8μm

溶離液:A液;2mM酢酸アンモニウム水溶液

B液; 2mM 酢酸アンモニウムメタノール

[グラジエントテーブル]

	1 / / /	
時間(分)	A液(%)	B液(%)
0	60	40
3	60	40
7	15	85
11	15	85
12	60	40
15	60	40

流量: 0.3µL/min カラム温度: 40℃

注入量:8 μL

保持時間:約1.0分

質量分析計の操作条件

イオン化法:エレクトロスプレーイオン化法(ESI), 正モード

コーンガス流量:50L/hr (N₂)

脱溶媒ガス流量:1000L/hr (N₂)

ソースブロック温度:500℃ キャピラリー電圧:1.00kV

イオン抽出方法: MRM 法

コーン電圧:26V

コリジョン電圧:6V

モニタリングイオン(m/z): プリカーサーイオン; 203.266

プロダクトイオン;157.216

<ペルメトリン>

液体クロマトグラフの操作条件

カラム: ACUQUITY UPLC ® HSS T3 (Waters 製)

径 2.1mm, 長さ 100mm, 粒径 1.8μm

溶離液:A液 2mM 酢酸アンモニウム水溶液

B液 2mM 酢酸アンモニウム含有メタノール

[グラジエントテーブル]

時間(分)	A液(%)	B液(%)
0-10	15	85

流量: 0.3µL/min カラム温度: 40℃

注入量: 4μL

保持時間: cis-ペルメトリン;約5.8分

Trans-ペルメトリン;約4.9分

質量分析計の操作条件

イオン化法:エレクトロスプレーイオン化法(ESI),正モード

コーンガス流量:50L/hr (N₂) 脱溶媒ガス流量:1000L/hr (N₂) ソースブロック温度:500℃

キャピラリー電圧: 1.00kV イオン抽出方法: MRM 法

コーン電圧:34V

コリジョン電圧:18V

モニタリングイオン(m/z):

プリカーサーイオン; 408.047 プロダクトイオン; 182.981

7 7 1 1 7 7 7 102.501

※cis-ペルメトリン及び trans-ペルメトリンで共通

(4)検量線の作成

<ジノテフラン>

ジノテフラン標準品 20.0mg を精秤後アセトンで溶解し、20mL 定容とし 1000mg/L 標準原液を調製した。この原液をアセトンで希釈して 20mg/L 標準溶液を調製し、さらにこの標準溶液をメタノール/水 (50:50, v/v) で順次希釈して 0.0005, 0.00025, 0.00005, 0.000025 及び 0.0000125mg/L の検量線用標準溶液を調製した。この溶液を前記条件の液体クロマトグラフ/タンデム型質量分析計に注入し、データ処理装置を用いてジノテフランのピーク面積を測定し、横軸に重量 (ng),縦軸にピーク面積をとって検量線を作成した。

<ペルメトリン>

cis-ペルメトリン標準品 20.1mg(純品 20mg 相当)および trans-ペルメトリン標準品 20.3mg(純品 20mg 相当)を精秤後アセトンで溶解し、20mL 定容とし 1000mg/L 標準原液を調製した。この原液をアセトンで希釈して 20mg/L 標準溶液を調製し、さらにこの標準溶液をメタノール/水 (85:15,v/v) で順次希釈して 0.0025,0.00125,0.00025,0.000125 及び 0.0000625mg/L の検量線用標準溶液を調製した。この溶液を前記条件の液体クロマトグラフ/タンデム型質量分析計に注入し、データ処理装置を用いてジノテフランのピーク面積を測定し、横軸に重量 (ng),縦軸にピーク面積をとって検量線を作成した。

(5) 分析操作

- (5) -1. 試料の前処理
 - (5) -1-1. 花粉試料の前処理

試料に試料重量の 10 倍量の超純水を加えた後, ホモジナイザーをつけた撹拌機(回転数約 1000rpm)で 3 分間磨砕均一化した。分取の際はボルテックスでよく撹拌してから 50mL 容 PP 製遠心管に必要量を移した。

(5) -1-2. 葯試料の前処理

試料に試料重量の 20 倍量の超純水を加えた後, いぼ付きホモジナイザーをつけた撹拌機 (回転数約 1000rpm) で 3 分間磨砕均一化した。分取の際はボルテックスでよく撹拌してから 50mL 容 PP 製遠心管に必要量を移した。

(5) -2. 分析操作

<ジノテフラン>

① 抽出

50 mL 容 PP 製遠心管に分取した試料にアセトニトリル/水 (4:1, v/v) 混液 10 mL を加え、振とう器を用いて 1 分間振とうした。

② 塩析

抽出液に塩析用試薬適量を加え振とう器で 1 分間振とうした。振とう後遠心 分離機(回転数 3000rpm, 温度 10℃設定)で1分間遠心分離を行った。

③ 精製

[ヘキサン洗浄]

上清液を $100 \, \text{mL}$ 容の分液ロートに移した。ヘキサン飽和アセトニトリル $20 \, \text{mL}$, 次いでアセトニトリル飽和ヘキサン $30 \, \text{mL}$ を $100 \, \text{mL}$ 容分液ロートに加えた。振とう機で $5 \, \text{分間振とうした。暫時放置しアセトニトル層を分取し,ヘキサン層は捨てた。アセトニトリル層を再度 <math>100 \, \text{mL}$ 容の分液ロートに移し,アセトニトリル飽和ヘキサン $30 \, \text{mL}$ を加え振とう機で $5 \, \text{分間振とうした。暫時放置しアセトニトル層を分取した。アセトニトリル層を }40 \, \text{℃以下の水浴中で減圧濃縮し、窒素気流下で溶媒を留去した。}$

[PLS-2+PSA 連結ミニカラム]

PLS-2+PSA 連結ミニカラムにアセトニトリル 5mL を流下して前処理を行った。乾固物をアセトニトリル 10mL で溶解しカラムに流下した。同溶媒で同様の操作を繰り返し,これらの流出液をとり溶出液とした。溶出液を 40° 以下の水浴中で減圧濃縮し、窒素気流下で溶媒を留去した。

④ 定量

乾固物をメタノール/水(1:4, v/v)混液 2mLで溶解した。前記条件のLC-MS/MSに注入してピーク面積を求めた。その値から、検量線により対象物質重量を求め、試料中の残留濃度を算出した。なお、測定溶液のピーク面積(もしくは高さ)が検量線の範囲を超えた場合は、同混合溶液で希釈し、再測定した。

<ペルメトリン(りんご花粉及び花蜜)>

①抽出

50 mL 容 PP 製遠心管に分取した試料にアセトニトリル/水 (4:1, v/v) 混液 10 mL を加え、振とう器を用いて 1 分間振とうした。

②塩析

抽出液に塩析用試薬適量を加え振とう器で 1 分間振とうした。振とう後遠心 分離機(回転数 3000rpm, 温度 10℃設定)で 1 分間遠心分離を行った。

③精製

[フロリジルミニカラム]

フロリジルミニカラムにヘキサン 10~mL を流下して前処理を行った。乾固物をヘキサン 5mL で溶解しカラムに流下した。同溶媒で同様の操作を後2回繰り返し,これらの流出液は捨てた。次いでヘキサン/ジエチルエーテル (95:5, v/v) 混液 10mL を流下し溶出液を取った。この溶出液を 40° 以下の水浴中で減圧濃縮し、窒素気流下で溶媒を留去した。

④定量

乾固物メタノール/水(85:15, v/v)混液 2mLで溶解した。前記条件のLC-MS/MSに注入してピーク面積を求めた。その値から、検量線により対象物質重量を求め、試料中の残留濃度を算出した。なお、測定溶液のピーク面積(もしくは高さ)が検量線の範囲を超えた場合は、同混合溶液で希釈し、再測定した。

<ペルメトリン(葯、日向夏花粉)>

①抽出

50mL 容 PP 製遠心管に分取した試料にアセトニトリル/水 (4:1, v/v) 混液 10mL を加え、振とう器を用いて 1 分間振とうした。

② 塩 析

抽出液に塩析用試薬適量を加え振とう器で1分間振とうした。振とう後遠心分離機(回転数 3000rpm, 温度 10℃設定)で1分間遠心分離を行った。

③精製

「PLS-2+PSA 連結ミニカラム]

PLS-2+PSA 連結ミニカラムにアセトニトリル 5mL を流下して前処理を行った。乾固物を 0.01% ぎ酸アセトニトリル 10mL で溶解しカラムに流下した。同溶媒で同様の操作を繰り返し、これらの流出液をとり溶出液とした。溶出液を 40%以下の水浴中で減圧濃縮し、窒素気流下で溶媒を留去した。

④定量

乾固物メタノール/水(85:15, v/v)混液 2mLで溶解した。前記条件のLC-MS/MSに注入してピーク面積を求めた。その値から、検量線により対象物質重量を求め、試料中の残留濃度を算出した。なお、測定溶液のピーク面積(もしくは高さ)が検量線の範囲を超えた場合は、同混合溶液で希釈し、再測定した。

(6) 定量限界および検出限界

<ジノテフラン>

試料	試料量 (g)	注入量 (μL)	最終 液量 (mL)	最小 検出量 (ng)	検出限界 (mg/kg)	定量限界 相当量 (ng)	定量限界 (mg/kg)
りんご・かんきつ 花粉	0.05	8	2	0.0001	0.0005	0.0002	0.001
かんきつ 葯	0.05	8	2	0.0001	0.0005	0.0002	0.001
りんご・かんきつ 花蜜	0.05	8	2	0.0001	0.0005	0.0002	0.001

<ペルメトリン>

試料	試料量 (g)	注入量 (μL)	最終 液量 (L)	最小 検出量 (ng)	検出限界 (mg/kg)	定量限界 相当量 (ng)	定量限界 (mg/kg)
りんご 花粉	0.05	4	2	0.00025	0.003	0.0005	0.005
かんきつ 葯・花粉	0.05	4	2	0.0001	0.0005	0.0002	0.001
りんご・かんきつ 花蜜	0.05	4	2	0.0001	0.0005	0.0002	0.001

(7)回収率と併行再現性

くジノテフラン>

試料	添加濃度 (mg/kg)	回収率 (%)				平均回収率 (%)	RSDr	
	40	104	101	100	100	100	101	2
りんご 花粉*	0.05	90	90	90	88	84	88	3
	0.001	110	90	90	80	70	88	17
	20	101	89	89	88	79	89	9
かんきつ 葯 **	0.05	88	88	88	86	86	87	1
	0.001	110	110	100	100	90	102	8
	20	94	89	85	80	77	85	8
調製 花蜜***	0.05	90	88	88	86	84	87	3
	0.001	90	80	70	70	70	76	12

- *受粉用の市販品を使用
- **日植防高知の日向夏の葯を使用
- ***スクロース、グルコース、フルクトースを 1:1:1 の割合で超純水に溶解した 溶液を使用

<ペルメトリン>

試料	添加濃度 (mg/kg)		[回収率 (%)	Š		平均回収率 (%)	RSDr
	40	110	106	104	104	103	105	3
りんご 花粉*	0.25	86	84	80	76	73	80	7
_	0.005	102	102	98	94	84	96	8
かんきつ	20	91	91	88	87	87	89	2
葯**	0.05	88	88	88	86	86	87	1
	0.001	110	110	100	100	90	102	8
	20	92	88	86	84	79	86	6
調製 花蜜***	0.05	92	86	82	80	72	82	9
	0.001	120	120	110	110	110	114	5

^{*}受粉用の市販品を使用

^{**}日植防高知の日向夏の葯を使用

^{***}スクロース、グルコース、フルクトースを 1:1:1 の割合で超純水に溶解した 溶液を使用

(8) 保存安定性試験

くジノテフラン>

分析試料	添加濃度 (mg/kg)	保存期間 (日)	回収率 (%)	平均回収率 (%)
りんご 花粉*	0.05	81 (2021/7/15 – 10/4)	84,80	82
かんきつ 葯 **	0.05	81 (2021/7/15 – 10/4)	82,82	82
調製 花蜜***	0.05	87 (2021/4/20-7/16)	76,68	72

<ペルメトリン>

	添加濃度 (mg/kg)	保存期間 (日)	回収率 (%)	平均回収率 (%)
りんご 花粉*	0.05	81 (2021/7/15 – 10/4)	88,86	87
かんきつ 葯 **	0.05	81 (2021/7/15—10/4)	90,90	90
調製 花蜜***	0.05	73 (2021/4/20 – 7/2)	80,76	78

(9) 内部精度管理

回収率は定量限界量の10倍量で実施した。

<ジノテフラン>

	分析年月日*/対象分析試料	無処理試料**	回収率***
	万州 平月 口 / 对 象 万 州 武 科	(mg/kg)	(%)
2021/6/7	岩手植 無処理区試料分析時(りんご花粉)		
	福島植 無処理区試料分析時(りんご花粉)	<0.001	103
	日植防山梨 無処理区試料分析時(りんご花粉)		
2021/6/8	日植防山梨 無処理区試料分析時(かんきつ葯)		
	日植防高知 無処理区試料分析時(かんきつ葯・花粉)	<0.001	71
	日植防宮崎 無処理区試料分析時(かんきつ葯)		
2021/6/9	日植防山梨 処理区試料分析時 (りんご花粉)	<0.001	101
2021/6/10	岩手植 処理区試料分析時(りんご花粉)	/0.001	0.7
	福島植 処理区試料分析時(りんご花粉)	<0.001	87
2021/6/11	日植防山梨 処理区試料分析時(りんご花粉)	<0.001	80
	福島植 処理区試料分析時(りんご花粉)	\0.001	
2021/6/14	日植防山梨 処理区試料分析時(かんきつ葯)	<0.001	80
	日植防宮崎 処理区試料分析時(かんきつ葯)	₹0.001	
2021/6/15	日植防山梨 処理区試料分析時(かんきつ葯)	<0.001	77
	日植防高知 処理区試料分析時(かんきつ花粉)	\0.001	11
2021/6/16	日植防高知 処理区試料分析時(かんきつ葯・花粉)	<0.001	79
2021/6/16	岩手植 無処理区試料分析時(りんご花蜜)		
	福島植 無処理区試料分析時(りんご花蜜)		
	日植防山梨 無処理区試料分析時(りんご花蜜)	<0.001	80
	日植防山梨 無処理区試料分析時(かんきつ花蜜)	<0.001	
	日植防高知 無処理区試料分析時(かんきつ花蜜)		
	日植防宮崎 無処理区試料分析時(かんきつ花蜜)		
2021/6/17	岩手植 処理区試料分析時(りんご花蜜)	<0.001	77
	日植防山梨 処理区試料分析時(りんご花蜜)	\0.001	
2021/6/18	岩手植 処理区試料分析時(りんご花蜜)		
	福島植 処理区試料分析時(りんご花蜜)	<0.001	91
	日植防宮崎 処理区試料分析時(かんきつ花蜜)		
2021/6/21	日植防山梨 処理区試料分析時(かんきつ花蜜)		
	日植防高知 処理区試料分析時(かんきつ花蜜)	<0.001	85
	日植防宮崎 処理区試料分析時(かんきつ花蜜)		
2021/7/16	保存安定性の確認試料分析時 (花蜜)	<0.001	77

2021/10/5 保存安定性の確認試料分析時(花粉)	<0.001	71
2021/10/5 保存安定性の確認試料分析時(葯)	<0.001	77

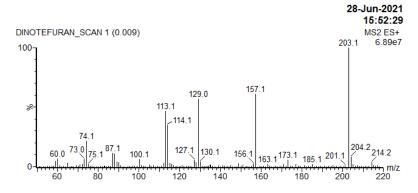
くペルメトリン>

八七左日日* / 4A 八七子N	無処理試料**	回収率***
分析年月日*/対象分析試料	(mg/kg)	(%)
2021/4/20 日植防山梨無処理区,処理区試料分析時(りんごね	花 <0.001	102
蜜)	\0.001	102
2021/6/2 岩手植 無処理区,処理区試料分析時(りんご花蜜	<0.001	85
福島植 無処理区, 処理区試料分析時(りんご花蜜	(0.001	0.0
2021/6/3 日植防山梨 無処理区試料分析時(かんきつ花蜜)		
日植防高知 無処理区試料分析時(かんきつ花蜜)		
日植防宮崎 無処理区試料分析時(かんきつ花蜜)	<0.001	93
日植防山梨 処理区試料分析時(かんきつ花蜜)	(0.001	30
日植防高知 処理区試料分析時 (かんきつ花蜜)		
日植防宮崎 処理区試料分析時 (かんきつ花蜜)		
2021/6/8 岩手植 無処理区試料分析時 (りんご花粉)		
福島植 無処理区試料分析時 (りんご花粉)		85
日植防山梨 無処理区試料分析時(りんご花粉)	<0.005	
岩手植 処理区試料分析時(りんご花粉)	\0.003	
福島植 処理区試料分析時(りんご花粉)		
日植防山梨 処理区試料分析時 (りんご花粉)		
2021/6/9 岩手植 処理区試料分析時 (りんご花粉)		
福島植 処理区試料分析時(りんご花粉)	<0.005	76
日植防山梨 処理区試料分析時 (りんご花粉)		
2021/6/10 日植防山梨 無処理区試料分析時(かんきつ葯)		
日植防高知 無処理区試料分析時(かんきつ花粉)		
日植防高知 無処理区試料分析時(かんきつ葯)	<0.001	95
日植防宮崎 無処理区試料分析時(かんきつ葯)		
日植防山梨 処理区試料分析時 (かんきつ葯)		
2021/6/11 日植防高知 処理区試料分析時 (かんきつ花粉)		
日植防高知 処理区試料分析時 (かんきつ葯)	<0.001	89
日植防宮崎 処理区試料分析時 (かんきつ葯)		
2021/7/2 保存安定性の確認試料分析時(花蜜)	<0.001	89
2021/10/4 保存安定性の確認試料分析時(花粉)	<0.001	101
2021/10/5 保存安定性の確認試料分析時(葯)	<0.001	86

(10)添付資料

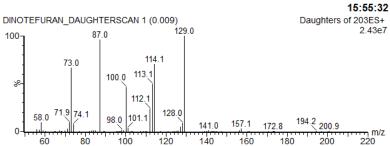
<ジノテフラン>

①MS スペクトル



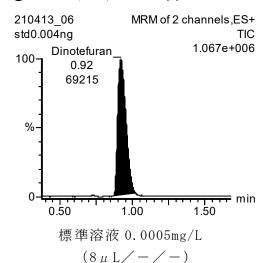
プリカーサーイオン 203.1



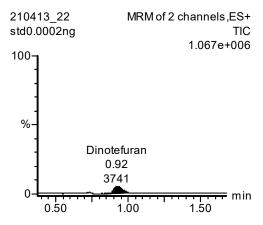


プロダクトイオン 157.1

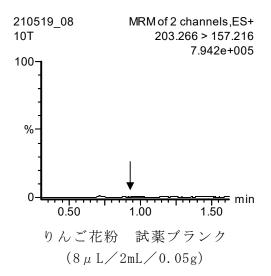
②クロマトグラムの一例

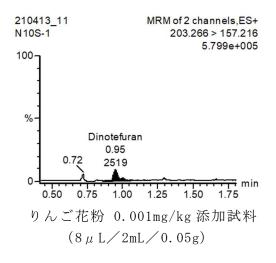


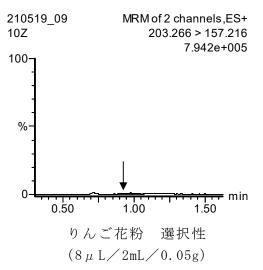
(注入量/最終溶液量/試料量)

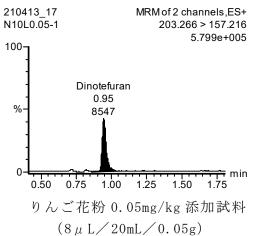


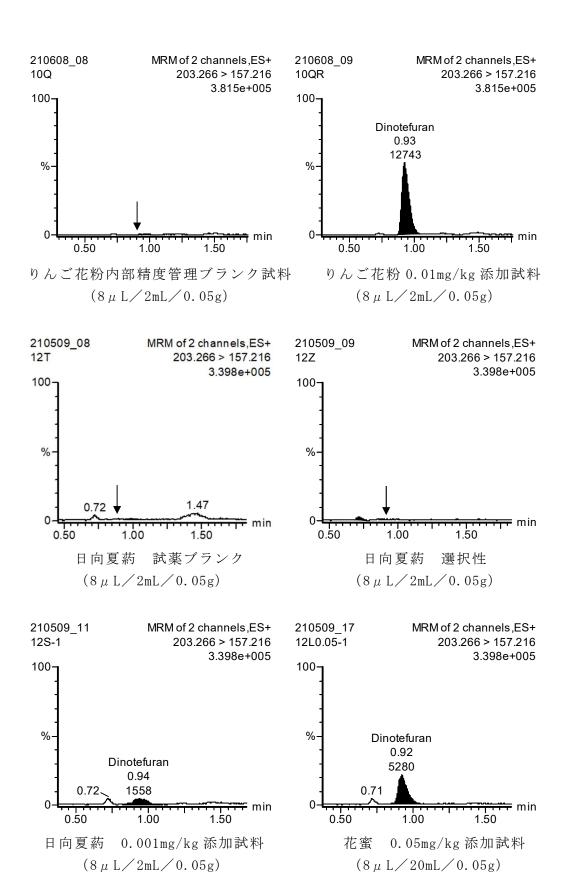
定量限界相当標準溶液 0.000025 mg/L $(8 \mu L/-/-)$

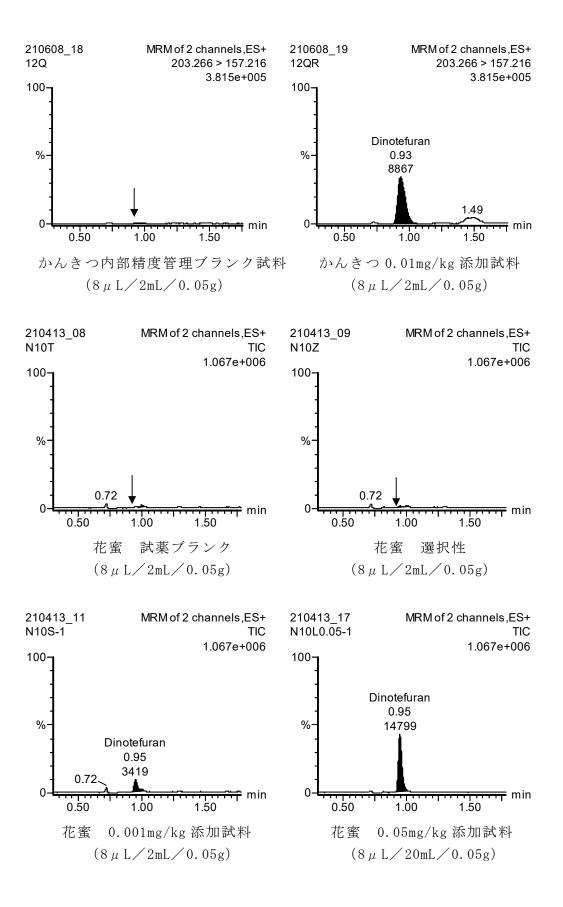


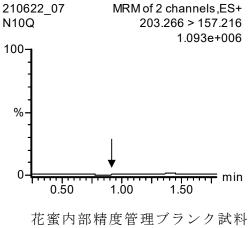




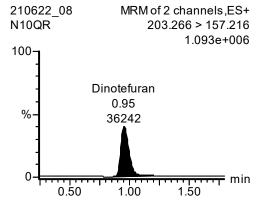






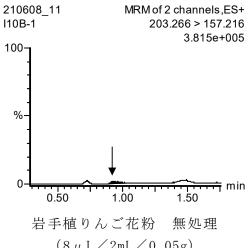


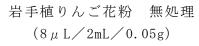
 $(8 \mu L/2mL/0.05g)$

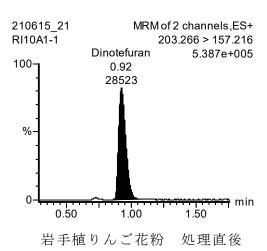


花蜜 0.01mg/kg 添加試料 $(8 \mu L/2mL/0.05g)$

③受領試料の一例



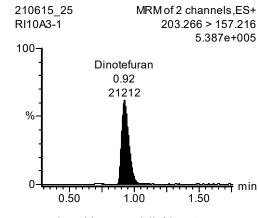


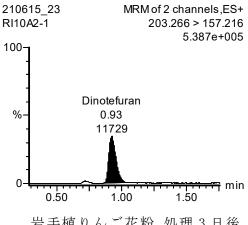


 $(8 \mu L / 1000 mL / 0.05g)$

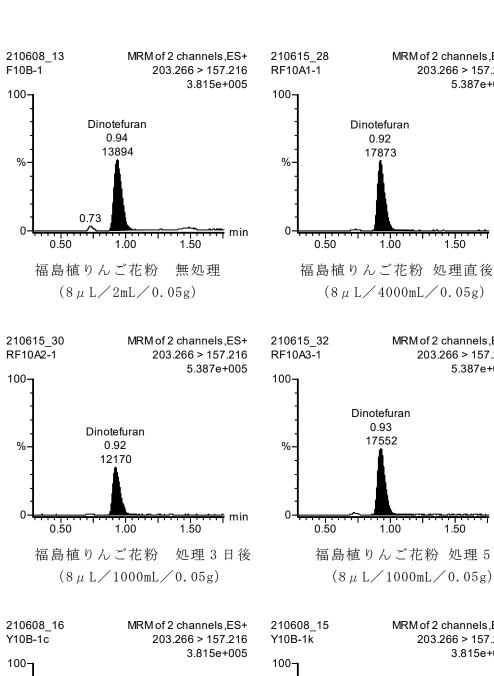
5.387e+005

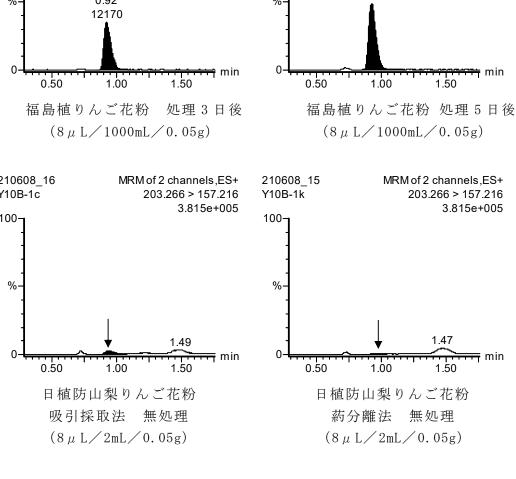
🔫 min





岩手植りんご花粉 処理3日後 $(8 \mu L/1000 mL/0.05g)$





MRM of 2 channels, ES+

1.50

MRM of 2 channels, ES+

203.266 > 157.216

5.387e+005

Dinotefuran

0.92

17873

1.00

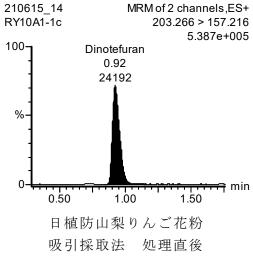
Dinotefuran 0.93

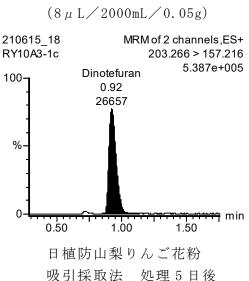
17552

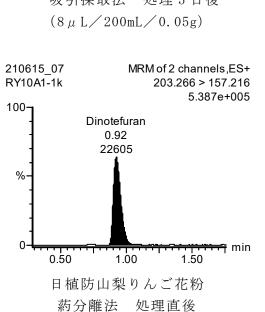
203.266 > 157.216

5.387e+005

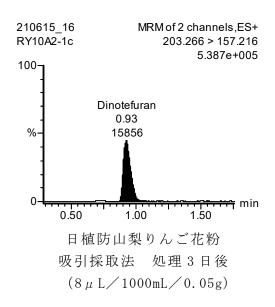
∺ min

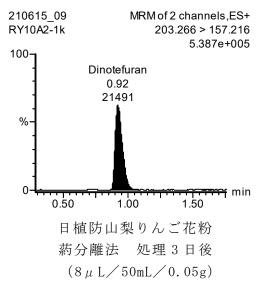


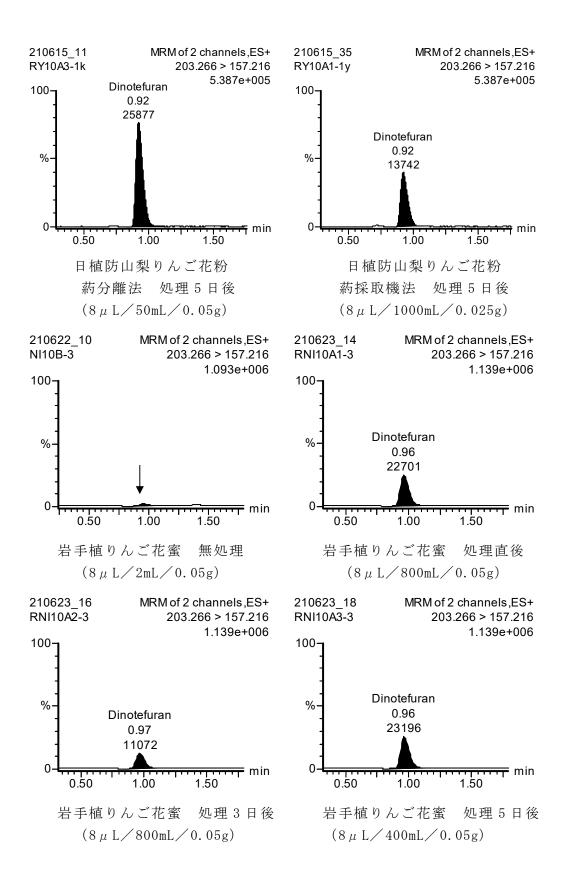


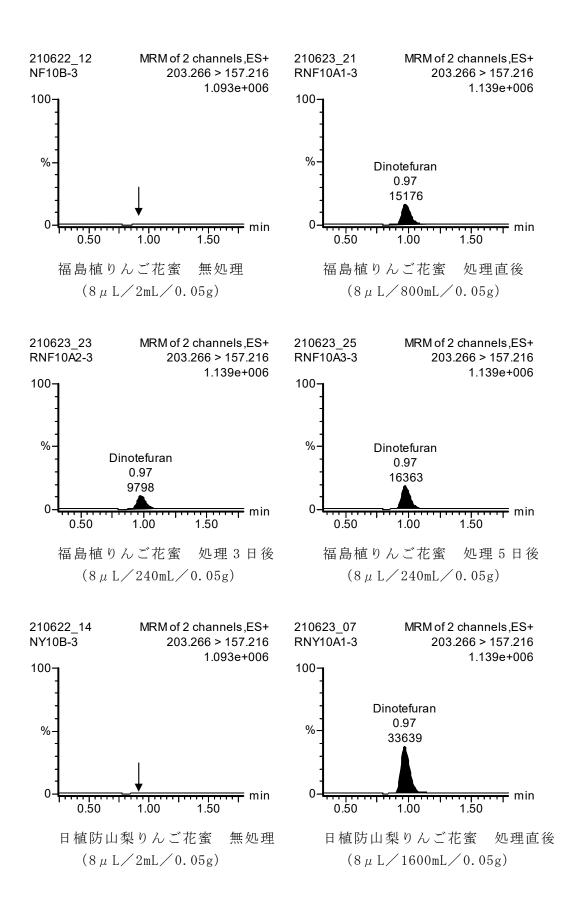


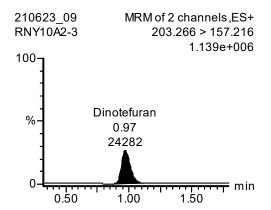
 $(8 \mu L/100 mL/0.05g)$



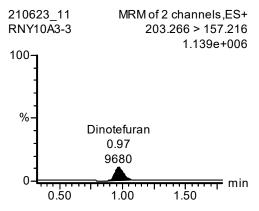




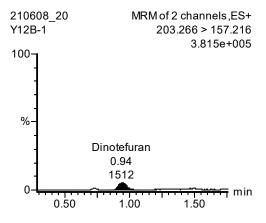




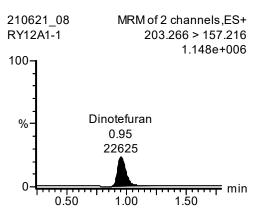
日植防山梨りんご花蜜 処理 3 日後 (8 µ L/800mL/0.05g)



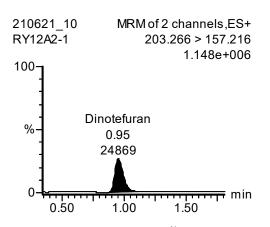
日植防山梨りんご花蜜 処理 5 日後 (8 µ L/400mL/0.05g)



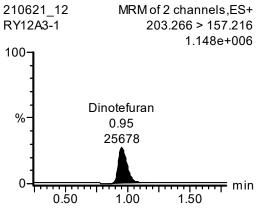
日植防山梨 温州みかん葯 無処理 $(8 \mu L/2mL/0.05g)$



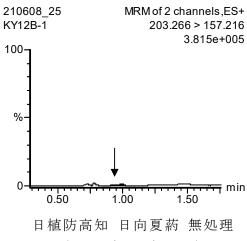
日植防山梨 温州みかん葯 処理直後 $(8 \mu L/3200mL/0.05g)$

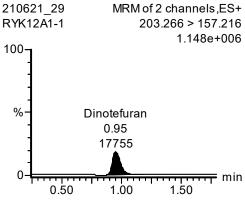


日植防山梨 温州みかん葯 処理 3 日後 $(8\mu L/400mL/0.05g)$



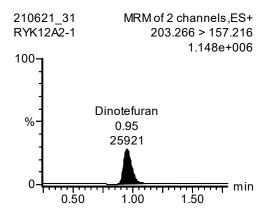
日植防山梨 温州みかん葯 処理 7 日後 $(8 \mu L/40 m L/0.05 g)$

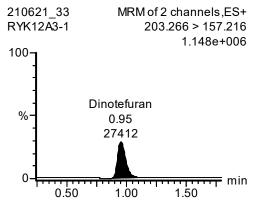




日植防高知 日向夏葯 無処理 日植 $ar{N}$ (8 μ Lig/2mLig/O.05g)

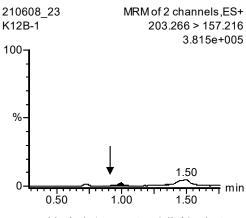
日植防高知 日向夏葯 処理直後 $(8 \mu L/3200 mL/0.05 g)$

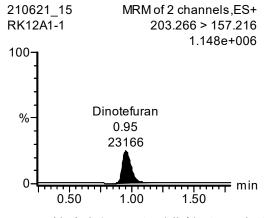




日植防高知 日向夏葯 処理 3 日後 $(8 \mu L/400mL/0.05g)$

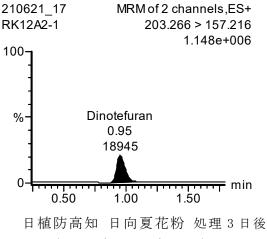
日植防高知 日向夏葯 処理 7 日後 $(8 \mu \text{ L} / 40 \text{mL} / 0.05 \text{g})$



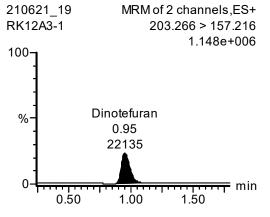


日植防高知 日向夏花粉 無処理 $(8 \mu L/2mL/0.05g)$

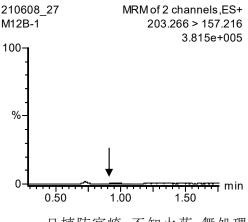
日植防高知 日向夏花粉 処理直後 $(8 \mu L/3200 mL/0.05g)$



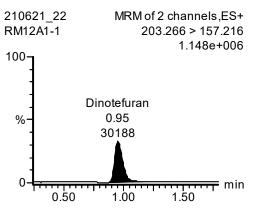
 $(8 \mu L/400 mL/0.05g)$



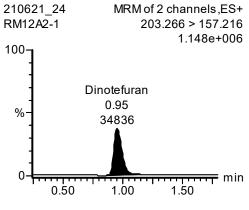
日植防高知 日向夏花粉 処理7日後 $(8 \mu L/40 mL/0.05 g)$



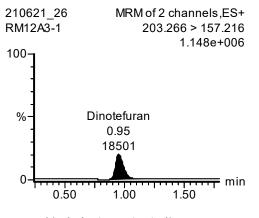
日植防宮崎 不知火葯 無処理 $(8 \mu L/2mL/0.05g)$



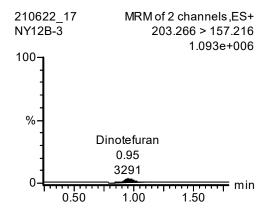
日植防宮崎 不知火葯 処理直後 $(8 \mu L/3200 mL/0.05g)$



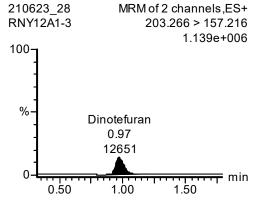
日植防宮崎 不知火葯 処理3日後 $(8 \mu L/400 mL/0.05g)$



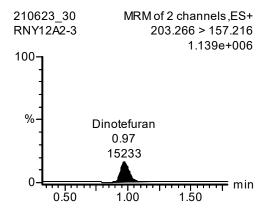
日植防宮崎 不知火葯 処理7日後 $(8 \mu L/400 mL/0.05g)$



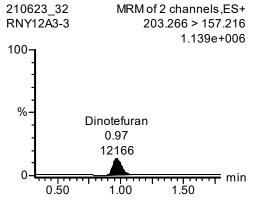
日植防山梨 温州みかん花蜜 無処理 $(8 \mu L/2mL/0.05g)$



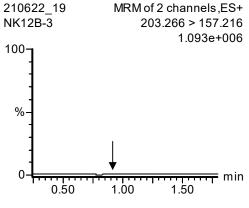
日植防山梨 温州みかん花蜜 処理直後 $(8 \mu L/800 mL/0.05g)$



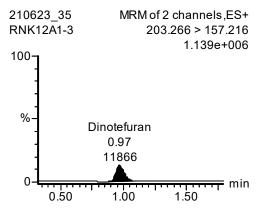
日植防山梨 温州みかん花蜜 処理 3 日後 $(8 \mu L/400mL/0.05g)$



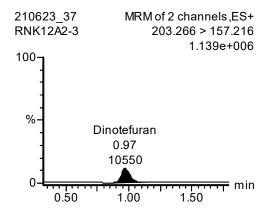
日植防山梨 温州みかん花蜜 処理7日後 $(8 \mu L/400 mL/0.05g)$



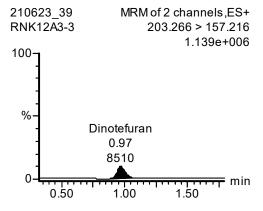
日植防高知 日向夏花蜜 無処理 $(8 \mu L/2mL/0.05g)$



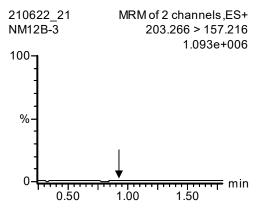
日植防高知 日向夏花蜜 処理直後 $(8 \mu \text{ L}/160 \text{mL}/0.05 \text{g})$



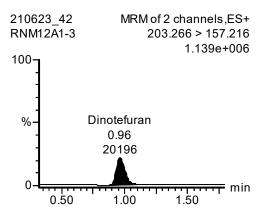
日植防高知 日向夏花蜜 処理 3 日後 $(8 \mu L/160mL/0.05g)$



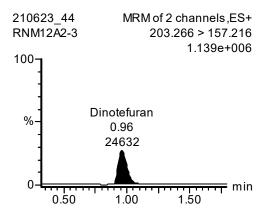
日植防高知 日向夏花蜜 処理 7 日後 $(8 \mu L/80 mL/0.05 g)$



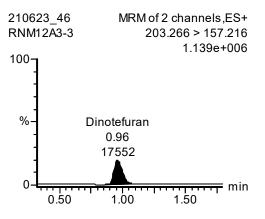
日植防宮崎 不知火花蜜 無処理 $(8 \mu L/2mL/0.05g)$



日植防宮崎 不知火花蜜 処理直後 $(8 \mu L/3200 mL/0.05g)$



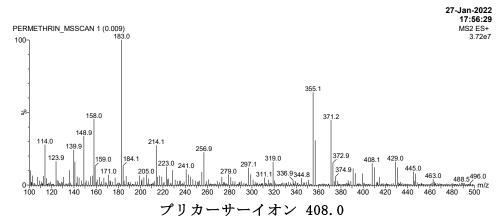
日植防宮崎 不知火花蜜 処理 3 日後 $(8 \mu L/800mL/0.05g)$

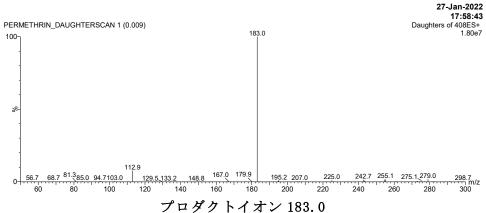


日植防宮崎 不知火花蜜 処理 7 日後 $(8 \mu L/240 m L/0.05g)$

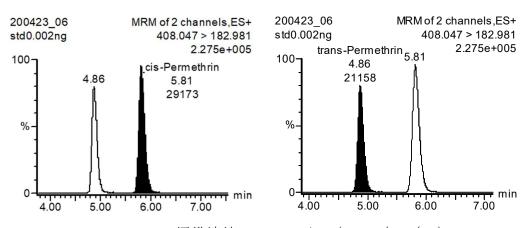
<ペルメトリン>

①MS スペクトル

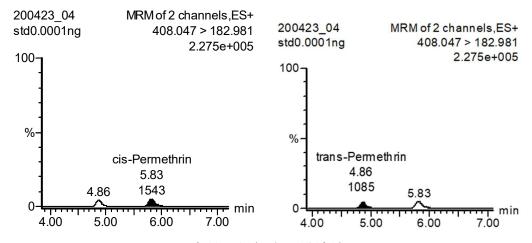




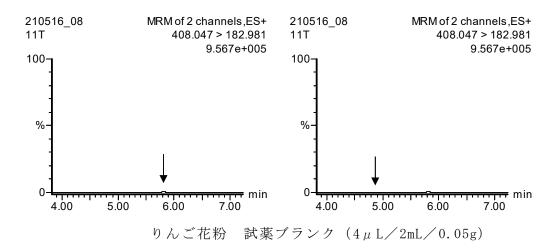
②クロマトグラムの一例(左: cis-ペルメトリン、右 trans-ペルメトリン)

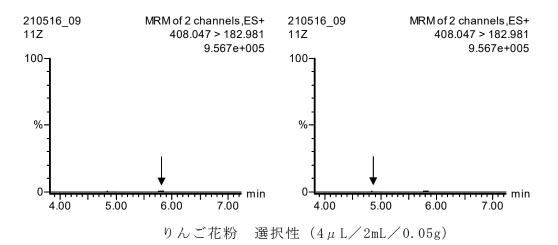


標準溶液 0.0005 mg/L $(4 \mu \text{L/-/-})$ (注入量/最終溶液量/試料量)

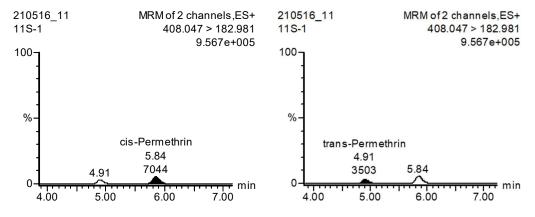


定量限界相当標準溶液 0.000025mg/L

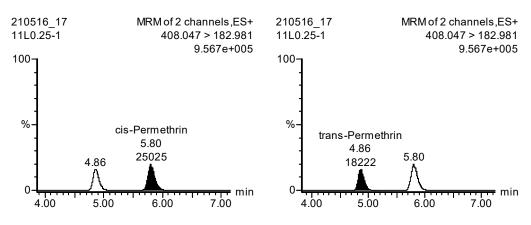




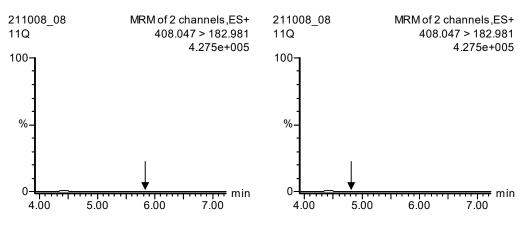
63



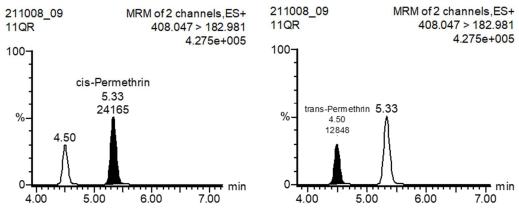
りんご花粉 0.001mg/kg 添加試料 (4μL/2mL/0.05g)



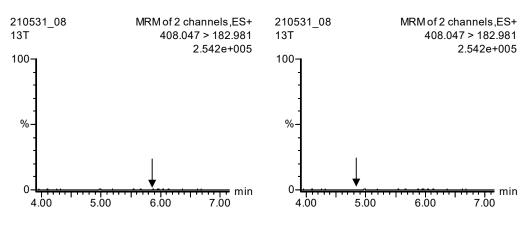
りんご花粉 0.05mg/kg 添加試料 (4 μ L/20mL/0.05g)



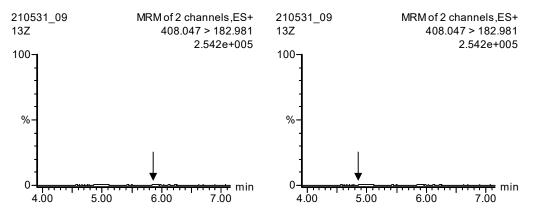
りんご花粉内部精度管理ブランク試料 (4 μ L/2mL/0.05g)



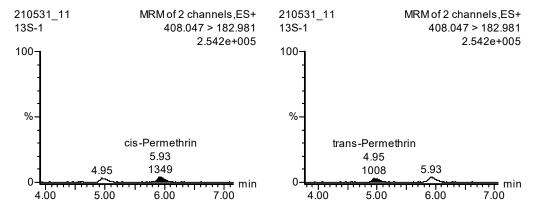
りんご花粉 0.01mg/kg 添加試料 (4 μ L/2mL/0.05g)



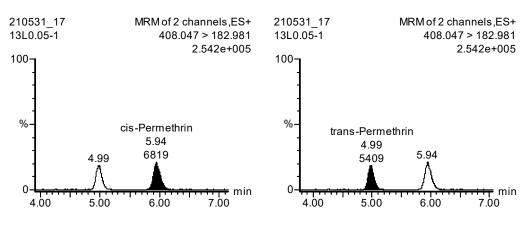
日向夏葯 試薬ブランク (4 µ L/2mL/0.05g)



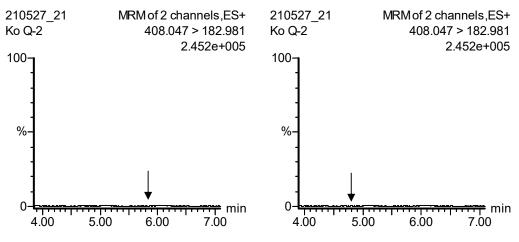
日向夏葯 選択性 (4 μ L/2mL/0.05g)



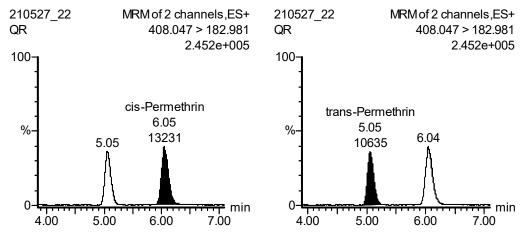
日向夏葯 0.001mg/kg 添加試料 (4μL/2mL/0.05g)



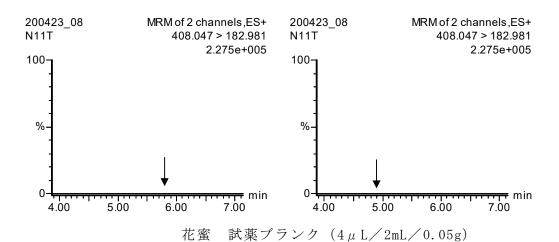
花蜜 0.05mg/kg 添加試料 (4 μ L/20mL/0.05g)

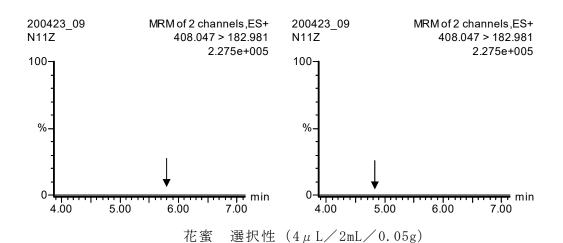


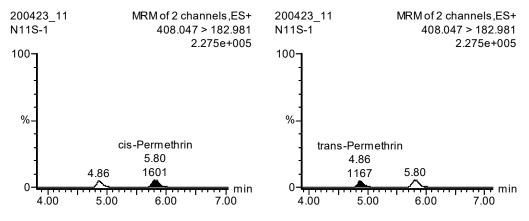
かんきつ内部精度管理ブランク試料 $(4 \mu L/2mL/0.05g)$



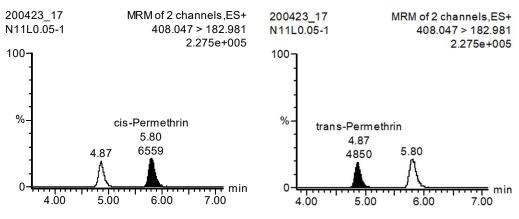
かんきつ 0.01 mg/kg 添加試料 $(4 \mu \text{L}/2 \text{mL}/0.05 \text{g})$



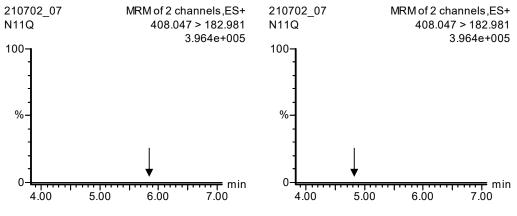




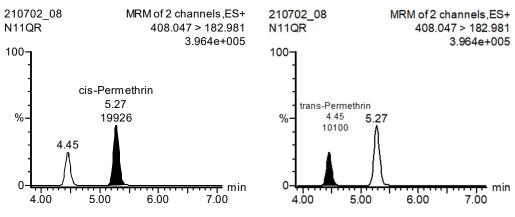
花蜜 0.001mg/kg 添加試料 (4μL/2mL/0.05g)



花蜜 0.05mg/kg 添加試料 (4 μ L/20mL/0.05g)

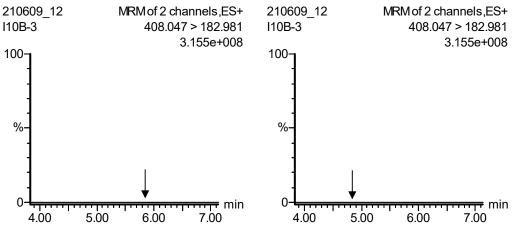


花蜜内部精度管理ブランク試料 (4 μ L/2mL/0.05g)

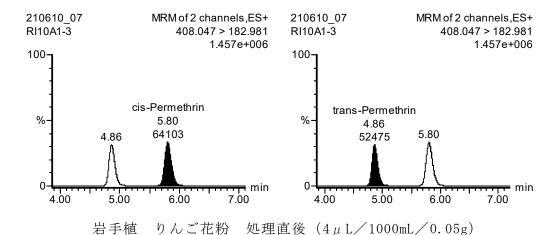


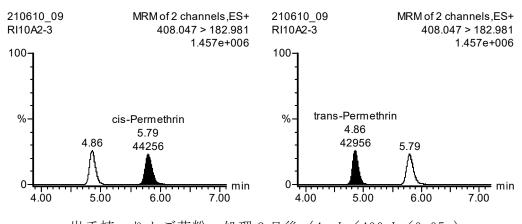
花蜜 0.01mg/kg 添加試料 (4 μ L/2mL/0.05g)

③受領試料の一例(左: cis-ペルメトリン、右 trans-ペルメトリン)

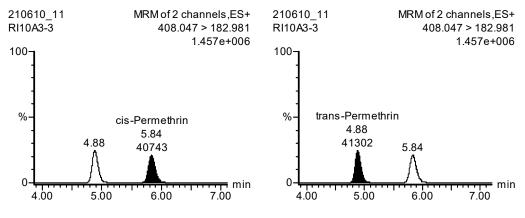


岩手植 りんご花粉 無処理 (4μL/2mL/0.05g)

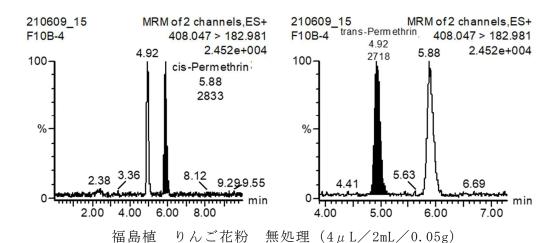


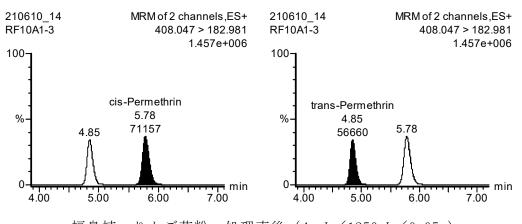


岩手植 りんご花粉 処理 3 日後 $(4\mu L/400mL/0.05g)$

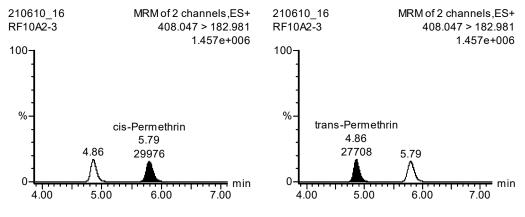


岩手植 りんご花粉 処理5日後 (4 µ L/100mL/0.05g)

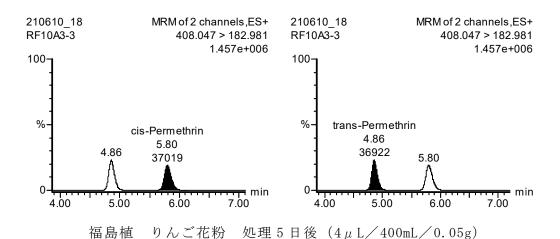




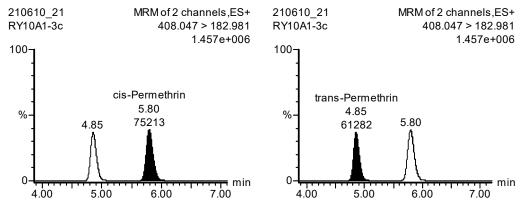
福島植 りんご花粉 処理直後 (4 µ L/1250mL/0.05g)



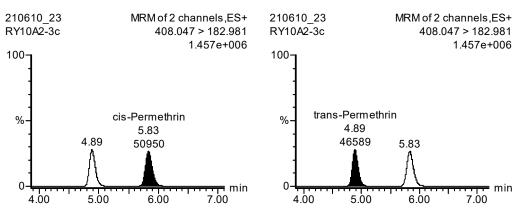
福島植 りんご花粉 処理3日後(4 µ L/400mL/0.05g)



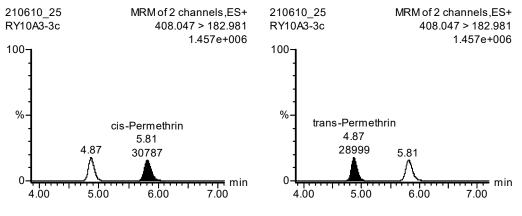
210609_16 MRM of 2 channels, ES+ 210609_16 MRM of 2 channels, ES+ Y10B-2c 408.047 > 182.981 Y10B-2c 408.047 > 182.981 3.155e+008 3.155e+008 100 100-% % = min min ترین 4.00 4.00 5.00 6.00 7.00 5.00 6.00 7.00 りんご花粉 日植防山梨 吸引採取法 無処理 $(4 \mu L/2mL/0.05g)$



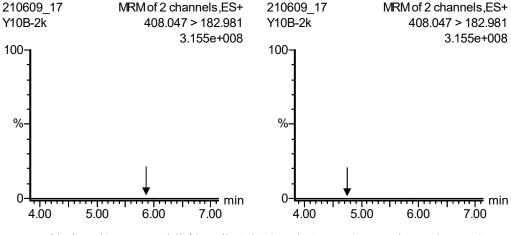
日植防山梨 りんご花粉 吸引採取法 処理直後 (4 μ L/1000mL/0.05g)



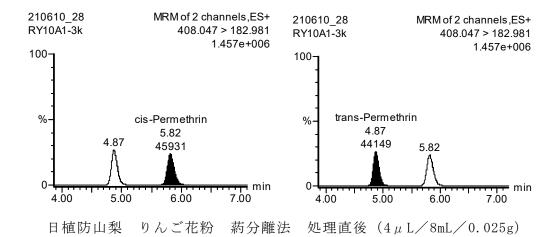
日植防山梨 りんご花粉 吸引採取法 処理3日後(4 µ L/400mL/0.05g)

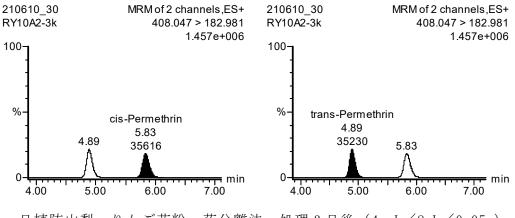


日植防山梨 りんご花粉 吸引採取法 処理 5 日後 (4 µ L/200mL/0.05g)

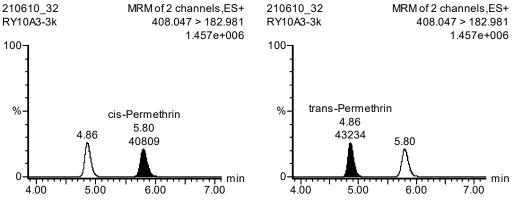


日植防山梨 りんご花粉 葯分離法 無処理 (4 µ L/2mL/0.05g)

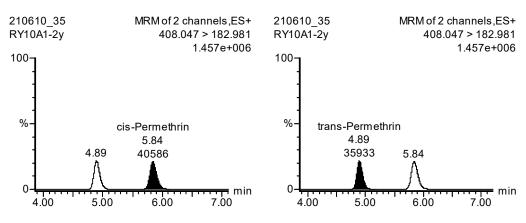




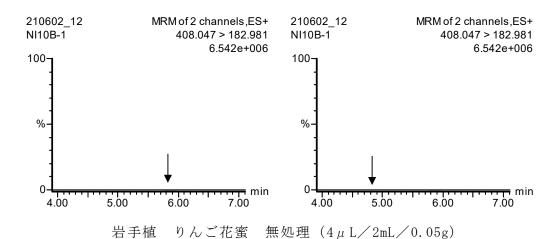
日植防山梨 りんご花粉 葯分離法 処理3日後 (4 µ L/8mL/0.05g)



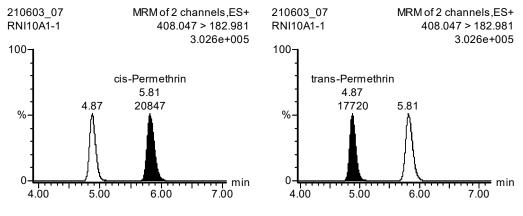
日植防山梨 りんご花粉 葯分離法 処理 5 日後 (4 µ L/8mL/0.05g)



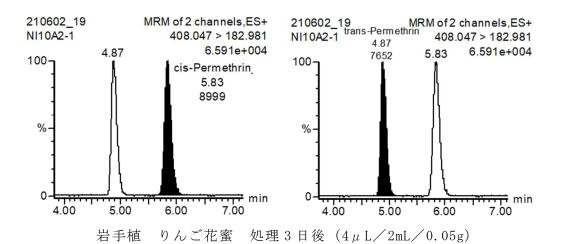
日植防山梨 りんご花粉 葯採取機法 処理直後 (4 μ L/200mL/0.025g)

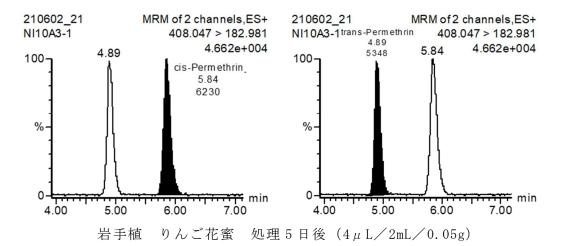


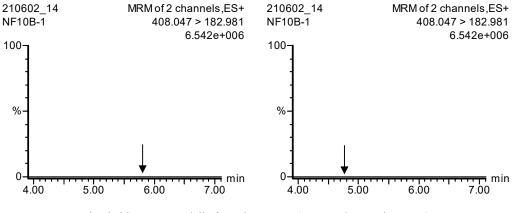
75



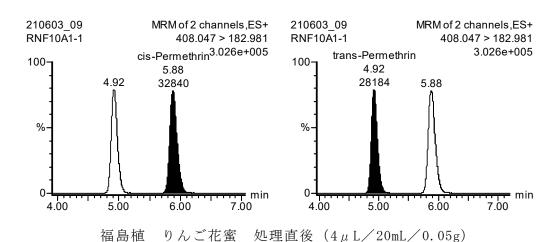
岩手植 りんご花蜜 処理直後 (4 μ L/100mL/0.05g)





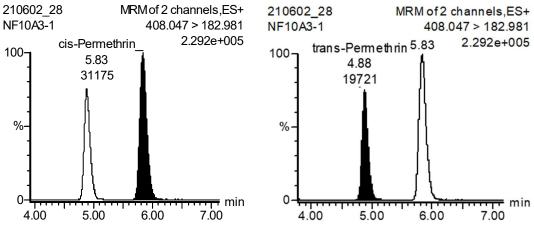


福島植 りんご花蜜 無処理 (4 µ L/2mL/0.05g)

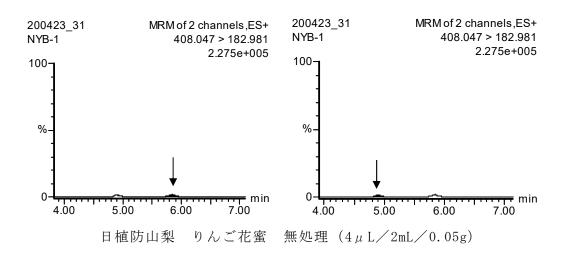


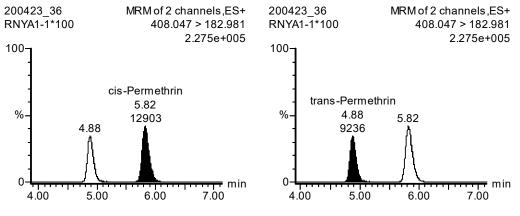
210602_26 MRM of 2 channels, ES+ 210602_26 MRM of 2 channels, ES+ NF10A2-1 408.047 > 182.981 NF10A2-1 408.047 > 182.981 9.417e+004 9.417e+004 cis-Permethrin 5.84 100-100-5.84 trans-Permethrin 12770 4.89 6858 4.89 % min min 4.00 5.00 6.00 4.00 5.00 6.00 7.00 7.00

福島植 りんご花蜜 処理3日後(4 μ L/2mL/0.05g)

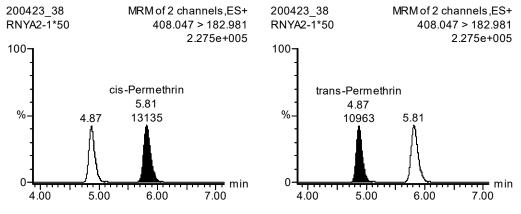


福島植 りんご花蜜 処理5日後 (4 µ L/2mL/0.05g)

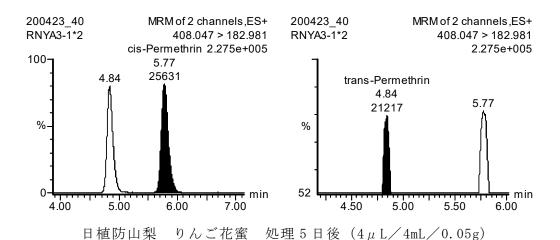




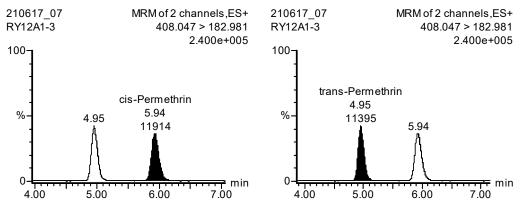
日植防山梨 りんご花蜜 処理直後 (4 µ L/200mL/0.05g)



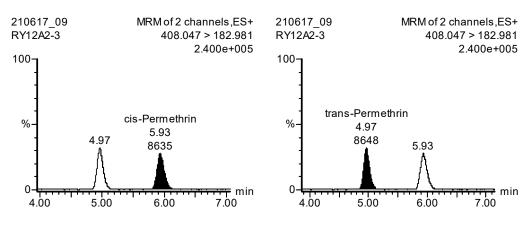
日植防山梨 りんご花蜜 処理3日後(4 µ L/100mL/0.05g)



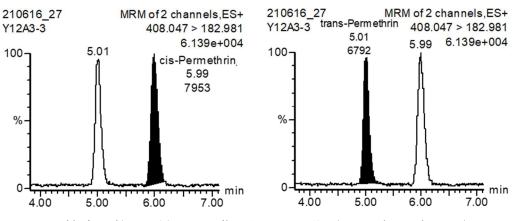
210616_13 210616_13 MRM of 2 channels, ES+ MRM of 2 channels, ES+ Y12B-3 408.047 > 182.981 Y12B-3 408.047 > 182.981 9.843e+007 9.843e+007 100-100-%-% ₹ min **=** min 7.00 5.00 7.00 4.00 6.00 4.00 5.00 6.00 日植防山梨 温州みかん葯 無処理 $(4 \mu L/2mL/0.05g)$



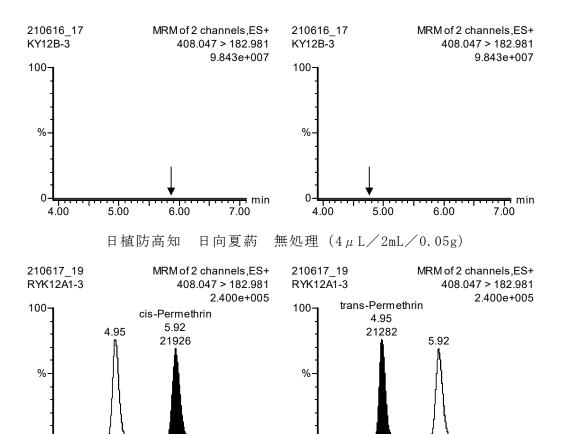
日植防山梨 温州みかん葯 処理直後 (4 µ L/2000mL/0.05g)



日植防山梨 温州みかん葯 処理3日後(4 µ L/400mL/0.05g)



日植防山梨 温州みかん葯 処理7日後 (4 µ L/2mL/0.05g)



日植防高知 日向夏葯 処理直後 $(4 \mu L/1000 mL/0.05 g)$

4.00

5.00

7.00

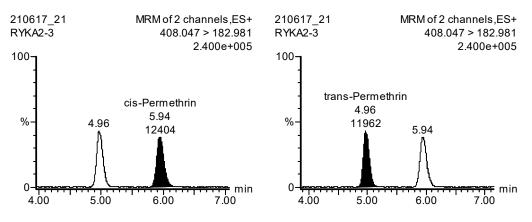
6.00

4.00

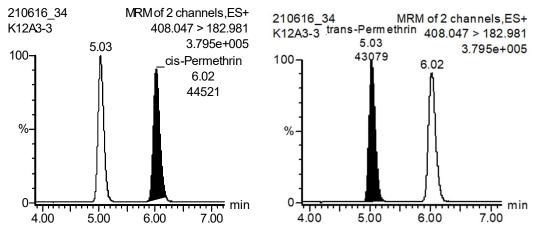
5.00

7.00

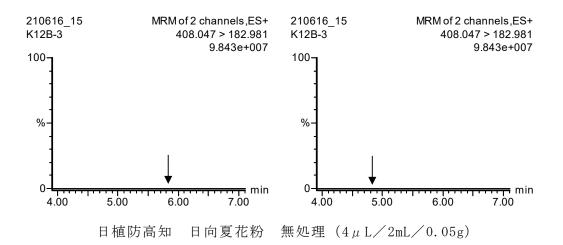
6.00

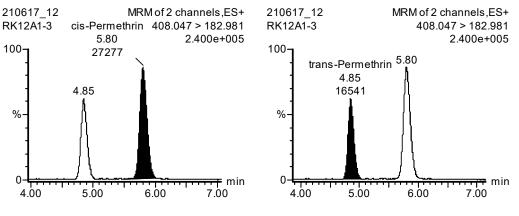


日植防高知 日向夏葯 処理3日後(4μL/40mL/0.05g)

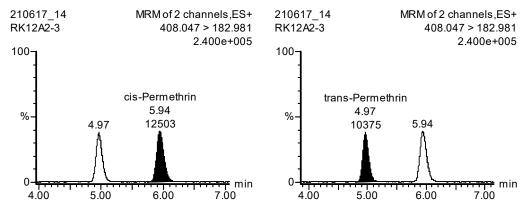


日植防高知 日向夏葯 処理7日後 $(4 \mu L/2mL/0.05g)$

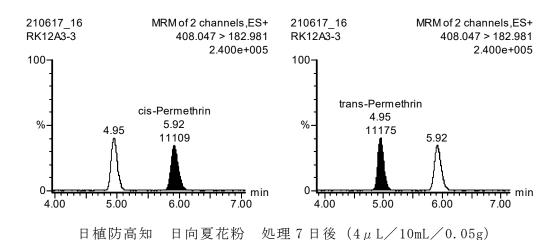




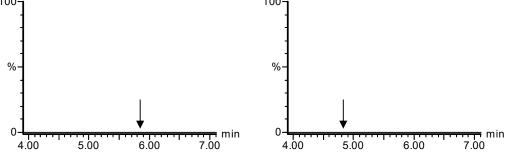
日植防高知 日向夏花粉 処理直後 (4 μ L/2000mL/0.05g)



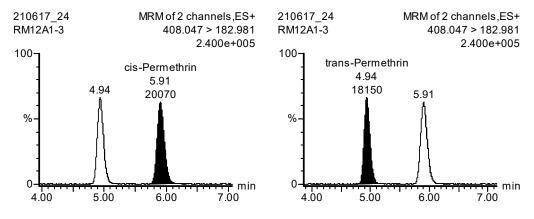
処理 3 日後 (4 μ L/100mL/0.05g) 日植防高知 日向夏花粉



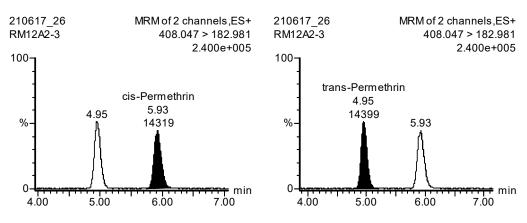
210616_20 210616_20 MRM of 2 channels, ES+ MRM of 2 channels, ES+ M12B-3 408.047 > 182.981 M12B-3 408.047 > 182.981 9.843e+007 9.843e+007 100-100-



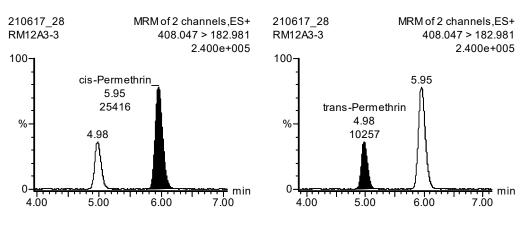
無処理 (4μL/2mL/0.05g) 日植防宮崎 不知火葯



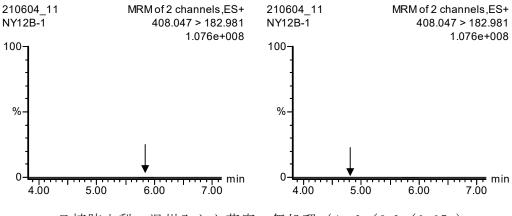
日植防宮崎 不知火葯 処理直後 (4 μ L/2000mL/0.05g)

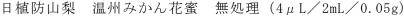


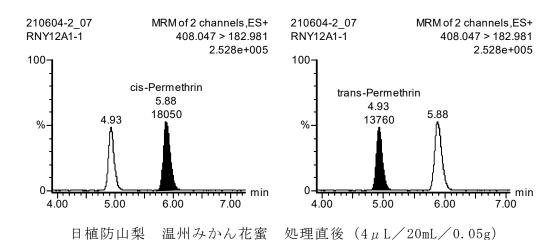
日植防宮崎 不知火葯 処理 3 日後 (4 μ L/400mL/0.05g)

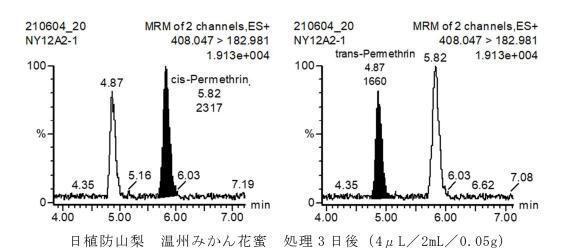


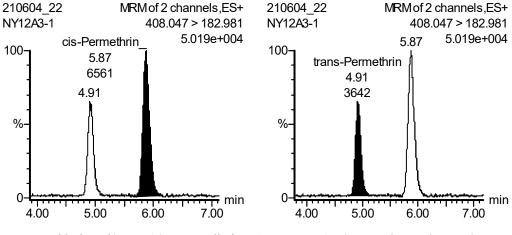
日植防宮崎 不知火葯 処理7日後 $(4 \mu L/100 mL/0.05g)$



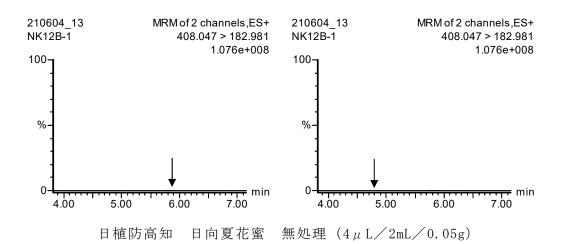


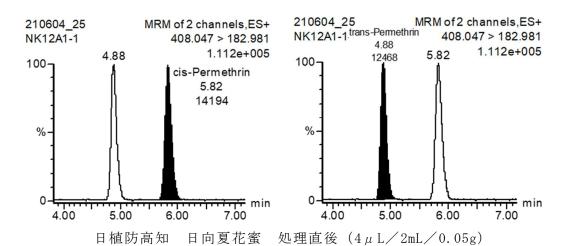


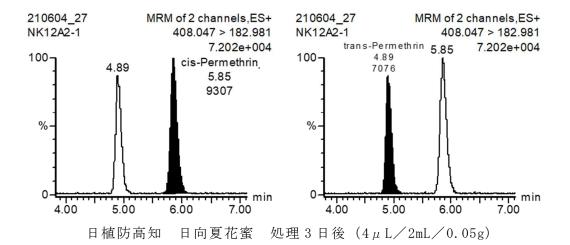


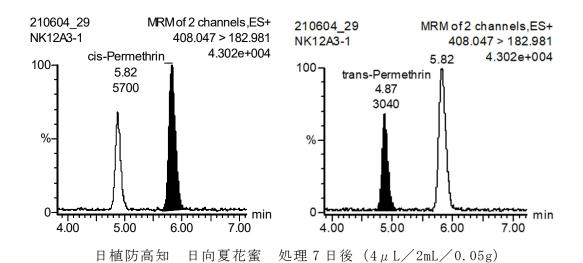


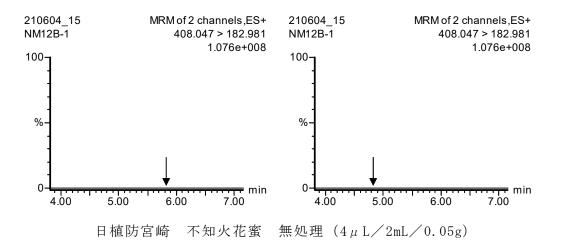
日植防山梨 温州みかん花蜜 処理7日後 (4 µ L/2mL/0.05g)

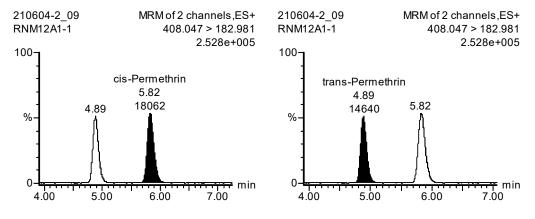




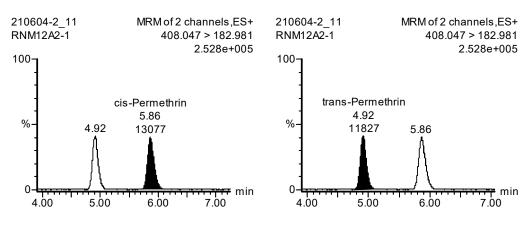




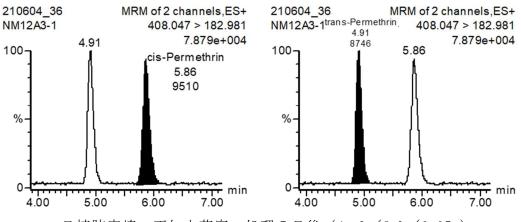




日植防宮崎 不知火花蜜 処理直後 (4 μ L/2000mL/0.05g)



日植防宮崎 不知火花蜜 処理 3 日後 (4 μ L/100mL/0.05g)



日植防宮崎 不知火花蜜 処理7日後 $(4 \mu L/2mL/0.05g)$