

5) 超臨界流体抽出を用いる黒ボク土壤中の残留農薬分析法の検討

吉田 達雄 村川 弘 福島 孝兵 吉元 秀和 飛野 敏明

要 旨

超臨界流体抽出 (SFE) を用いて黒ボク土壤中の残留農薬分析法の検討を行った。土壌への吸着が大きい有機塩素系農薬成分を対象として添加回収試験を行った結果、風乾土壌 2g に対して水 2mℓ を添加した場合、回収率がソックスレー抽出比で 91 - 102% となり、同等の抽出効率を示した。この条件を用いて、359 農薬成分について検討を行い、257 成分について良好な回収結果 (70 - 120% , RSD < 15%) が得られた。

キーワード：超臨界流体，残留農薬，黒ボク，土壌，GC/MS

はじめに

当研究所においては、食の安全安心確保のため、食品中の残留農薬分析を行ってきた。食の安全安心に関わる問題として、国内において現在使用されていない農薬成分が農作物から検出され、残留基準を超過するという問題が報告されている。2002年に行われた東京都の調査では、都内で生産されたキュウリの330試料のうち12試料から残留基準値0.02mg/kgを超えるディルドリンが検出されている¹⁾。また2004年新潟県で栽培されたキュウリから基準値を超える0.03mg/kgのディルドリン²⁾、さらに2006年北海道で栽培されたカボチャから基準値0.03mg/kgを超える0.07mg/kgのヘプタクロールが検出されている³⁾。これらの農薬は30年以上前に登録が失効しており、現在では使用されていないため、登録失効前に使用したものが土壌中に長期残留し、それを農作物が根から吸収して、作物部位に移行、蓄積したものと考えられている⁴⁾。

土壌中の農薬分析には、主にアセトンなどの有機溶媒による振とう抽出やソックスレー抽出が用いられている。振とう抽出はソックスレー抽出に比べて迅速に操作が行えるが、抽出効率が低い。これは土壌に含まれる有機炭素成分に農薬成分が強く吸着するためと考えられている⁵⁾。小林らが行った研究では、有機炭素含量 2.53% の土壌に対しアセトンを抽出溶媒として、

30 分間振とう抽出を行った結果、1mg/kg の添加量においてアルドリン及びディルドリンの回収率はそれぞれ平均 78% , 89% であった⁶⁾。これは、1mg/kg の高濃度で行った添加回収試験であり、低濃度の場合では、さらに回収率は低下するものと考えられる。さらに関東地区の土壌を対象としてアセトンによる振とう抽出を行ったとき、ディルドリンの回収率は 77.4% という報告もあり⁷⁾、いずれも振とう抽出による土壌中の有機塩素系農薬分析において、高回収率は得られていない。そのため、十分に高い回収率を得るためにはソックスレー抽出を用いる必要がある。殷らの報告によると、土壌中のディルドリンとエンドリンについて、アセトンを溶媒として用いた振とう抽出では、回収率が約 60% であったが、ソックスレー抽出では約 90-100% と高回収率が得られた⁸⁾。しかし、ソックスレー抽出は、抽出時間が 16 時間以上と、長い時間を必要とする。土壌調査では多くの試料を分析するため、迅速な分析法が必要であり、かつ正確な測定値を得るために簡易で高い回収率を得られる分析法が求められている。

当研究所では、超臨界流体抽出 (Supercritical Fluid Extraction, 以下 SFE と略す。) を用いた作物中の農薬分析法の研究開発を行い、良好な結果を得てきた。また、文献においても、作物中の農薬分析⁹⁾、¹⁰⁾ や土壌中のダイオキシン類分析¹¹⁾ に適用した研究報告がある。

これらの研究で示されるように SFE は、迅速かつ回収率の高い抽出法であるので、今回、土壤中農薬分析への適用を試みた。

当研究所の SFE による作物中農薬分析では、作物試料 2g の場合、モディファイアとして 1-ヘキサンスルホン酸ナトリウム 0.5g を加えることにより、良好な結果を得ている^{12), 13)}。これは、1-ヘキサンスルホン酸ナトリウムを添加することにより、農薬成分の超臨界流体への溶解性が高まるためと考えられている。また一方、土壌における SFE には、土壌中の水分含量を変化させることにより、抽出効率が改善されるという報告がある^{11), 14)}。作物試料と土壌試料では物性が大きく異なるが、土壌水分量を変えることにより、土壌に強く吸着した農薬についても SFE による十分な抽出が期待された。そこでこれらの知見を基に、SFE を用いる土壌中の残留農薬分析法の開発を目的として、土壌への水添加量を検討し、標準品添加回収試験により、高い回収率が得られるかを調べた。また、同じ試料に対してソックスレー抽出により分析を行い、比較を行った。土壌試料には、有機炭素含量が高く、農薬成分を強く吸着する黒ボク土壌を用い、対象とする農薬成分は土壌残留性の高い有機塩素系農薬 13 成分とした。さらに得られた最適条件により、359 農薬成分について添加回収試験を行った結果、良好な結果が得られたので、報告する。

実験方法

1 水分添加量検討試験

1.1 試料の調製

水分添加量検討用農薬成分は、土壌残留性有機塩素系農薬であるアルドリノ、ディルドリン、エンドリン、ヘプタクロル、ヘプタクロルエポキシド、 α -BHC、 β -BHC、 γ -BHC、 δ -BHC、 o,p' -DDT、 p,p' -DDD、 p,p' -DDE、 p,p' -DDT の 13 成分とした。土壌試料の物性について表 1 に示す。試料は金属製のヘラで碎き、時々攪拌しながら 5 日間静置して風乾した。これをふるいにかけて 2mm 以下に調製した。

風乾させた試料 2g を 4 個のピーカーに秤取し、それぞれに水分添加量検討用農薬混合標準溶液を試料中で 0.05 mg/kg となるように添加し、1 日放置した。この試料に蒸留水をそれぞれ 0, 1, 2, 3ml 加えて 5 分間静置し、水分添加量検討用試料とした。

表 1 土壌試料の物性

土壌種	有機炭素含量	土壌 pH	風乾後の水分含量
Loam	7.4%	6.2	13%

1.2 SFE

水分添加量検討用試料に 1-ヘキサンスルホン酸ナトリウム (イオンペアクロマトグラフ用、和光純薬工業) を 0.5g 加えて、混和した。これに吸水剤 (Wetsupport, ISCO 社) 3g を金属製のヘラで碎きながら試料と混和した後、抽出容器に入れ、超臨界流体抽出を行った。抽出物をアセトン 20ml で捕集した後、エバポレーターで濃縮し、窒素気流下で乾固した。これをアセトン/ヘキサン (3:1) 混液 2ml に溶解し、抽出液とした。

SFE 装置は ISCO 社製 SFX1220 を用い、抽出溶媒は二酸化炭素とし、オープン温度は 40、圧力は 2000psi に設定した。また、リストリクター温度は 60、スタティック及びダイナミック抽出時間はそれぞれ 15 分間とした。

1.3 ソックスレー抽出

1.1 と同様の操作を行った風乾土壌試料 10g に、水分添加量検討用農薬混合標準溶液を試料中で 0.05 mg/kg となるように添加し、1 日放置後、アセトン 150ml を用いてソックスレー抽出を行った。すべての試料について抽出時間は 16 時間以上とし、100 回以上の還流を行った。抽出液をエバポレーターで約 5ml まで濃縮し、これを多孔性ケイソウ土カラム (Extrelut20, MERCK) に負荷後、5 分間放置した。ヘキサン 120ml で溶出後、溶出液をエバポレーターで減圧濃縮し、窒素気流下で乾固した。これをアセトン/ヘキサン (3:1) 混液 10ml で定容し、うち 2ml を以下の操作に供した。

1.4 精製及び測定

SFE 及びソックスレー抽出で得られた抽出液をアセトン/ヘキサン (3:1) 混液 15ml でコンディショニングを行った GC/PSA ミニカラム (300mg/500mg, GL-Pak GC/PSA, GL Sciences) に負荷し、同混液を 20ml 加えて溶出した。この溶液をエバポレーターで減圧濃縮し、窒素気流下で乾固後、アセトン 1ml で定容したものを測定用試験溶液とし、GC/MS で測定した。検量線用の標準溶液は、農薬成分無添加試料抽出液を使用してマトリックス一致標準溶液により作製した。

1.5 GC/MS 測定条件

GC: Agilent6890(Agilent), MS: Agilent5973(Agilent), カラム: HP-5MS 0.25mm \times 30m 膜厚 0.25 μ m, カラム温度: 80 (2min) - 30 /min - 180 (10min) - 2 /min - 200 - 3 /min - 280 (10min), 注入口温度: 250, MS イオン源温度: 220, MS 四重極温度: 150, 注入量: 4 μ l, 注入方法: パルスドスプリットレス

1.6 水分添加量の検討

上記の方法により、SFE 及びソックスレー抽出でそれぞれ3回の繰り返し測定を行い、平均回収率を求めた。SFE 及びソックスレー抽出の平均回収率の比で抽出効率を表し、これらを比較して最適水分添加量を検討した。

2 添加回収試験

添加回収試験用試料は、1.1と同じ土壤試料を同様に処理したもの2gに農薬359成分を含有する混合標準溶液を試料中で0.05mg/kgになるように添加、一日放置後、水分添加量検討試験で求めた最適量の蒸留水を添加し作製した。

この試料について1の実験方法によりSFEを用い、3回の繰り返し測定を行った。

結果及び考察

1 水分添加量の検討

水分添加量による抽出効率を比較した結果を図1に示す。0-2 mlの水分添加量範囲では、ほとんどの農薬成分について、試料への添加量が増加するにつれて、回収率が良好な結果を示した。土壤2gに水2mlを添加した試料において回収率がソックスレー抽出比 91

-102%となり、最も良好な値であった。土壤2gに水2mlを超えて添加すると、BHC類について、わずかにSFEによる回収率の低下が見られた。Leeらは、SFEにより底質中ポリ塩化ビフェニル及びクロロベンゼンの抽出を行い、水分含量が11-50%の範囲にあるとき、抽出効率が良好になり、水分含量をほぼ0%に調製した試料では抽出効率が低下することを報告している¹⁴⁾。また、宮脇らは、SFEを用いた土壤中のダイオキシン類分析において、水分含量9.8%付近のとき最も抽出効率が良好になると報告している¹¹⁾。これらのことより、ポリ塩化ビフェニル、クロロベンゼンやダイオキシン類と同じ有機塩素系化合物である土壤残留性有機塩素系農薬も同様に、土壤水分含量によりSFEの抽出効率が変化したと考えられる。今回用いた土壤試料は風乾後において、水分含量は13%である。この試料2gに水2mlを添加したとき土壤中水分含量は57%となるが、この後吸水剤(水分含量0.6%)を3g混和しており、SFEを行っている時の抽出容器中試料の水分含量は33%となる。よって本実験により、モディファイアとして1-ヘキサンスルホン酸ナトリウムを添加したSFEによる土壤中の残留性有機塩素系農薬の分析には、抽出容器中の試料が水分含量33%の時、最も抽出効率が良好になることがわかった。

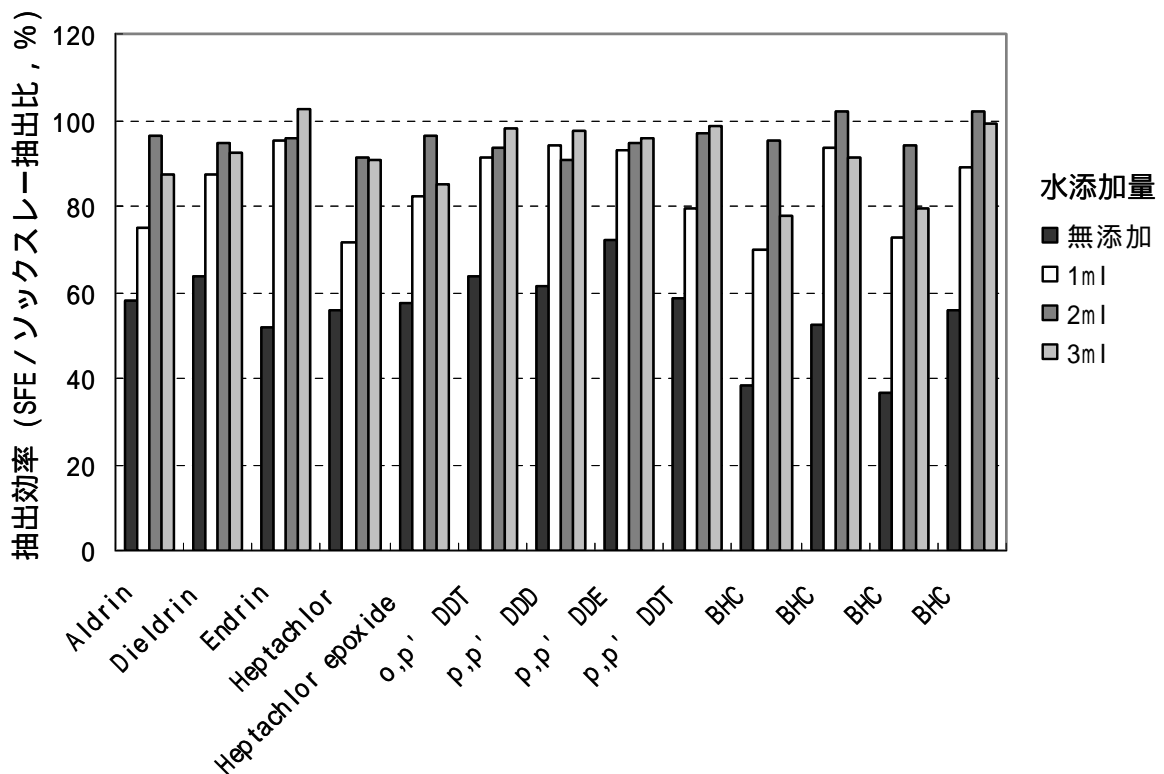


図1 SFEにおける土壤試料への水添加量の影響

2 添加回収試験

結果 1 で得られた最適条件により、農薬 359 成分に対して行った添加回収試験結果を表 2 に示す。3 回の繰り返し測定で、平均回収率 70 - 120% (RSD < 15%) を満たす農薬成分数は、257 であった。

今回、検討に用いた土壌は、有機炭素含量が 7.4% と高く、農薬成分を強く吸着する。この土壌に対して、SFE を用いて良好な抽出結果が得られたため、有機炭素含量の低い他の土壌種についても十分適用できると考えられる。SFE は抽出時間が 30 分程度でありソックスレー抽出にかかる 16 時間と比べ迅速であり、また操作についても簡易な方法である。

ま と め

超臨界流体抽出 (SFE) を用いて黒ボク土壌中の残留農薬分析法の検討を行った。土壌への吸着が大きい有機塩素系農薬成分を対象として、土壌への水添加量の検討を行い、高い回収率が得られるかを調べた。また、同じ試料に対して抽出効率の高いソックスレー抽出により分析を行い、比較を行った。その結果、風乾土壌 2g に対して水 2ml を添加した場合、回収率がソックスレー抽出比で 91 - 102% となり、同等の抽出効率を示した。この条件により、0.05mg/kg 添加濃度において、359 農薬成分について検討を行い、257 成分について良好な回収結果 (70 - 120%, RSD < 15%) が得られた。SFE は抽出時間が 30 分程度でありソックスレー抽出にかかる 16 時間と比べ迅速であり、また操作についても簡易な方法である。さらに有機溶媒の使用量が少ないなどの利点もある。本法は、土壌中の残留農薬分析法として非常に有効な手法である。

文 献

- 1) Y.Hashimoto: *J.Pestic.Sci.*, 30, 397-402(2005).
- 2) 新潟県庁ホームページ
http://www.fureaikan.net/syokuinfo/01consumer/con03/con03_01/con03_01_06/con03_01_06.html
- 3) 北海道庁ホームページ
http://www.pref.hokkaido.lg.jp/ns/shs/heputakuroru_005.htm
- 4) T.Otani and N.Seike: *J.Pestic.Sci.*, 31, 316-321(2006).
- 5) 鋤塚昭三, 山本広基: “土と農薬”, p.84-97(1998), (日本植物防疫協会).
- 6) H.Kobayashi, K.Sato, O.Matano and S.Goto: *J.Pestic.Sci.*, 8, 105-110(1983).
- 7) 近藤治美, 天川映子, 佐藤寛, 安田和男, 大貫憲一, 秋葉美智子, 金谷和明: 東京都健康安全研究センター年報, 54, p.132-135(2003).
- 8) 殷熙洙, 関野禎, 渡邊栄喜, 清家伸康, 馬場浩司, 荒尾和人, 遠藤正造: 第 13 回環境化学討論会講演要旨集, p.576(2004).
- 9) S.Nemoto, K.Sasaki, M.Toyoda and Y.Saito: *J.Chromatogr.Sci.*, 35, 467-477(1997).
- 10) M.Saka, K.Iijima, Y.Odanaka and Y.Kato: *J.Pestic.Sci.*, 23, 414-418(1998).
- 11) 宮脇崇, 川嶋文人, 本田克久: 分析化学, 52, 989-995(2003).
- 12) 飛野敏明: 農薬学会誌, 32, 322-327(2007).
- 13) 村川弘, 吉田達雄, 吉元秀和, 飛野敏明: 熊本県保健環境科学研究所報, 37, 29-35(2007).
- 14) H.Lee and T.E.Peart: *J.Chromatogr. A*, 663, 87-95(1994).

表2 添加回收試驗結果-1

農藥成分名	平均 (%)	RSD (%)	農藥成分名	平均 (%)	RSD (%)	農藥成分名	平均 (%)	RSD (%)
2,3,5-Trimethacarb	92	3.6	Imazalil	<20	-	Sainepirin 1	75	4.2
2,4-Dichloroaniline	41	9.3	Imibenconazole	<20	-	Sainepirin 2	92	3.0
2,6-Dichlorobenzamide	<20	-	Imibenconazole-des-benzyl	<20	-	Salithion	56	3.5
3,4,5-Trimethacarb	92	2.7	Indoxacarb	122	4.7	Cyanazine	64	0.5
EPN	101	4.0	Uniconazole P	<20	-	Cyanofenphos	104	2.3
EPTC	23	12.4	Esprocarb	93	1.4	Cyanophos	76	3.3
MPMC	82	5.5	Ethiofencarb	31	7.9	Diethofencarb	92	0.7
o,p'-DDT	99	3.3	Ethion	108	1.0	Dioxacarb 1	35	4.8
p,p'-DDD	98	1.2	Ethychlozate	32	5.7	Dioxacarb 2	<20	-
p,p'-DDE	103	1.2	Ethiprole	92	2.9	Cycloate	64	4.6
p,p'-DDT	102	2.2	Edifenphos	80	3.2	Diclocymet	100	1.6
swep	78	2.6	Etoxazole	100	3.1	Dichlofenthion	85	1.3
XMC	82	4.0	Etofenprox	102	1.0	Dichlofluanid	52	4.6
-BHC	84	2.4	Ethofumesate	104	1.1	Dichlobenil	37	11.9
-Endosulfan	98	2.8	Ethoprophos	75	3.4	Diclofop-methyl	63	2.9
-Chlorfenvinphos	108	1.7	Etobenzanid	59	32.9	Dichloran	55	3.1
-BHC	100	0.5	Etridiazole	36	12.0	Dichlorvos	<20	-
-Endosulfan	102	4.4	Etrimfos	79	1.8	Dicofol	107	2.3
-Chlorfenvinphos	105	0.8	Endosulfan sulphate	102	4.3	Disulfoton	26	6.2
-BHC	98	2.0	Endrin	100	1.6	Dithiopyr	95	0.8
-BHC	99	1.1	Oxadiazon	104	1.6	Cyhalothrin 1	101	2.9
Acrinathrin	101	4.7	Oxadixyl	22	5.1	Cyhalothrin 2	110	1.2
Azaconazole	96	0.6	Oxamyl	<20	-	Cyhalofop-butyl	70	3.0
Azinphos-ethyl	99	2.0	Oxyfluorfen	105	4.1	Diphenamid	97	2.2
Azinphos-methyl	95	1.7	2-Phenylphenol	41	3.6	Diphenylamine	<20	-
Acetamiprid	<20	-	Cadusafos	82	2.6	Difenoconazole 1	100	3.4
Acetochlor	94	2.3	Cafenstrole	94	7.3	Difenoconazole 2	100	3.9
Acephate	<20	-	Carbaryl 1	81	5.4	Difenzoquat	<20	-
Azoxystrobin	94	3.2	Carbaryl 2	70	8.9	Cyfluthrin 1	102	2.2
Atrazine	98	3.4	Carfentrazone-ethyl	49	4.0	Cyfluthrin 2	95	2.3
Anilofos	101	3.6	Carpropamid	99	2.3	Cyfluthrin 3	98	2.1
Aminocarb	<20	-	Carbetamide	23	3.4	Cyfluthrin 4	101	2.4
Ametryn	77	1.4	Carboxin	28	7.6	Diflufenican	<20	-
Alachlor	101	1.2	Carbofuran	114	3.1	Diflubenzuron	<20	-
Aldicarb	<20	-	Quinalphos	96	4.0	Cyproconazole	102	1.3
Aldrin	85	2.8	Quinoxifen	55	3.5	Cyprodinil	<20	-
Allethrin 1	94	2.0	Quinoclamine	<20	-	Cypermethrin 1	104	2.7
Allethrin 2	99	3.1	Quintozene	58	7.3	Cypermethrin 2	100	5.0
Isazophos	97	1.1	Cumyluron	77	7.3	Cypermethrin 3	94	2.5
Isocarbophos	93	1.0	Kresoxim-methyl	92	2.2	Cypermethrin 4	100	4.5
Isoxathion	99	4.0	Clomazone	84	3.0	Simazine	73	4.1
Isoxathion oxon	61	10.0	Chlormetoxinyl	93	4.1	Dimethametryn	92	1.9
Isofenphos	107	1.1	Chloridazon	<20	-	Dimethipin	101	1.6
Isofenphos oxon	106	2.6	Chlorthal-dimethyl	100	2.0	Dimethylvinphos	71	2.4
Isoprocarb	79	0.6	Chlornitrofen	105	0.7	Dimethenamid	94	1.2
Isoprothiolane	100	1.4	Chlorpyrifos	97	1.5	Dimethoate	37	2.6
Isopropalin	100	3.1	Chlorpyrifos-methyl	73	1.7	Dimethomorph 1	53	10.5
Inabenfide	<20	-	Chlorfenapyr	97	2.7	Dimethomorph 2	45	16.2
Iprodione	108	5.9	Chlorpropham	83	1.8	Simetryn	37	5.8
Iprodione metabolite	105	2.2	Chlorothalonil	<20	-	Dimepiperate	102	4.1
Iprobenphos	99	2.2	Chloroneb	61	4.7	Silafuofen	104	3.0
Imazamethabenz methyl ester	38	1.8	Chlorobenzilate	106	1.9	Cinmethylin	96	1.4

表2 添加回收試驗結果-2

農藥成分名	平均 (%)	RSD (%)	農藥成分名	平均 (%)	RSD (%)	農藥成分名	平均 (%)	RSD (%)
Sulprofos	70	4.4	Halfenprox	104	4.6	Butamifos	102	5.3
Secbumeton	67	1.1	Bitertanol 1	<20	-	Butylate	24	26.7
Terbacil	98	2.3	Bitertanol 2	<20	-	Bupirimate	102	1.4
Diazinon	89	2.1	Bifenazate	71	3.2	Buprofezin	100	1.3
Daimuron	99	5.5	Bifenox	97	1.4	Furathiocarb	107	0.9
Thiabendazole	25	7.9	Bifenthrin	101	1.9	Flamprop-methyl	97	1.1
Thiamethoxam	<20	-	Piperonyl Butoxide	100	3.2	Furametpyr	100	2.2
Thiobencarb	93	3.1	Piperophos	115	1.0	Fluacrypyrim	96	2.1
Thiometon	28	6.3	Pyraclufos	88	3.2	Fludioxonil	24	9.7
Thifluzamide	109	0.3	Pyrazoxyfen	105	3.4	Flucythrinate 1	112	6.0
Dieldrin	100	1.6	Pyrazophos	94	1.8	Flucythrinate 2	104	2.9
Tecnazene	49	8.4	Pyraflufen-ethyl	61	5.2	Flusilazole	100	3.1
Tecloftalam	31	91.2	Pyridafenthion	91	2.7	Flutolanil	103	2.0
Desmetryne	51	1.5	Pyridaben	108	2.4	Flutriafol	98	2.4
Tetrachlorvinphos	72	1.6	PyrifenoX 1	92	2.0	Fluvalinate 1	102	2.7
Tetraconazole	102	1.3	PyrifenoX 2	87	2.4	Fluvalinate 2	103	2.2
Tetradifon	99	0.9	Pyributicarb	85	2.4	Flumioxazin	100	1.9
Tetramethrin 1	95	1.2	Pyriproxyfen	93	1.6	Flumiclorac-Pentyl	71	1.1
Tetramethrin 2	92	1.5	Pirimicarb	65	4.8	Pretilachlor	107	1.8
Thenylchlor	97	2.1	Pyrimidifen	<20	-	Prochloraz	78	8.6
Tebuconazole	94	5.1	Pyriminobac-methyl (Z type)	101	1.0	Procymidone	101	0.4
Tebufenpyrad	107	0.8	Pyriminobac-methyl (E type)	103	1.0	Prothiofos	102	1.5
Tefluthrin	91	0.5	Pirimiphos-methyl	92	0.9	Propachlor	70	2.1
Deltamethrin 1	107	5.2	Pyrimethanil	31	3.6	Propanil	42	1.9
Deltamethrin 2	118	1.1	Pyroquilon	55	4.5	Propaphos	69	4.8
Terbucarb	101	0.8	Vinclozolin	91	2.7	Propamocarb	23	6.1
Terbutryn	86	2.5	Famoxadone	93	3.4	Propargite 1	101	3.6
Terbufos	57	7.8	Fipronil	113	3.4	Propargite 2	107	3.5
Terbumeton	95	0.7	Fenamiphos	62	6.5	Propiconazole 1	101	2.2
Tralkoxydim	77	1.3	Fenarimol	98	3.1	Propiconazole 2	104	3.3
Triadimenol 1	101	5.5	Fenitrothion	93	2.1	Propyzamide	94	0.4
Triadimenol 2	111	6.6	Fenoxanil 1	105	5.4	Propham	64	5.7
Triadimefon	98	1.6	Fenoxanil 2	103	4.0	Profenofos	85	1.4
Triazophos	98	1.5	Fenoxaprop-ethyl	<20	-	Probenazole 1	87	1.6
Tri-allate	83	1.1	Fenothiocarb	101	6.9	Probenazole 2	81	3.9
Tricyclazole	<20	-	Phenothrin 1	104	4.8	Propoxur	89	3.3
Tribuphos	107	2.2	Phenothrin 2	100	2.7	Bromacil	<20	-
Triflumizole	102	0.8	Fenobucarb	86	1.4	Promecarb 1	84	4.3
Triflumizole metabolite	62	1.2	Ferimzone (E type)	37	2.5	Promecarb 2	101	0.8
Trifluralin	74	1.9	Ferimzone (Z type)	56	3.4	Prometryn	94	2.3
Trifloxystrobin	104	0.8	Fenchlorphos	83	2.7	Prometon	88	3.4
Tolclofos-methyl	89	0.8	Fensulfothion	104	3.6	Bromobutide	97	1.9
Tolfenpyrad	110	0.5	Fenthion	73	3.5	Bromobutide-des-bromo	93	1.0
Naproanilide	<20	-	Phenthoate	92	2.2	Bromopropylate	101	2.4
Napropamide	98	0.9	Fenvalerate 1	114	3.6	Bromophos	91	1.6
Nitralin	112	4.3	Fenvalerate 2	106	5.0	Bromophos-ethyl	100	2.0
Nitrothal-isopropyl	99	2.3	Fenbuconazole	87	4.8	Hexachlorobenzene	<20	-
Norflurazon	43	4.6	Fenpropathrin	104	4.3	Hexaconazole	108	2.3
Paclobutrazol	102	2.4	Fenpropimorph	76	5.6	Hexazinone	23	2.9
Vamidothion	91	1.2	Fenhexamid	<20	-	Hexythiazox	102	1.5
Parathion	95	2.3	Fthalide	68	5.5	Benalaxyl	101	2.7
Parathion-methyl	82	0.6	Butachlor	106	2.8	Benoxacor	89	2.7

表2 添加回收試驗結果-3

農藥成分名	平均 (%)	RSD (%)
Heptachlor	81	0.8
Heptachlor epoxide	101	3.3
Permethrin 1	114	0.3
Permethrin 2	111	1.0
Penconazole	101	1.7
Pencycuron	<u>≤20</u>	-
Bendiocarb	93	4.9
Pendimethalin	104	2.2
Benfluralin	75	3.5
Benfuresate	96	0.8
Phosalone	83	4.9
Boscalid	77	3.3
Fosthiazate 1	96	1.7
Fosthiazate 2	99	3.2
Phosphamidon	85	2.2
Phosmet	80	1.7
Fonofos	80	2.6
Folpet	20	90.3
Phorate	45	2.6
Malaoxon	54	3.9
Malathion	51	2.6
Myclobutanil	101	2.5
Metaldehyde	<u>≤20</u>	-
Methacrifos	<u>≤20</u>	-
Methabenzthiazuron	<u>≤20</u>	-
Methamidophos	<u>≤20</u>	-
Metalaxyl	103	1.9
Methiocarb	98	6.0
Methidathion	91	1.5
Methyldymron	100	2.4
Methoxychlor	99	0.9
Methoprene	102	2.4
Methoprotryne	75	4.3
Metominostrobin (Z type)	105	2.3
Metominostrobin (E type)	105	0.9
Metolachlor	99	2.6
Metribuzin	97	3.7
Metolcarb	65	2.5
Mevinphos	<u>≤20</u>	-
Mefenacet	85	1.7
Mepronil	95	3.5
Monocrotophos	<u>≤20</u>	-
Molinate	50	8.7
Linuron	95	3.9
Resmethrin 1	82	5.1
Resmethrin 2	81	7.9
Lenacil	<u>≤20</u>	-