5) GC/MS による魚体エラ中の迅速な農薬一斉分析法の開発

石原宏明 齊藤弘毅 宮崎康平 内田大智* 西島遥 武千尋 木野世紀

要旨

魚へい死が発生した際に原因推定を行うため、魚体のエラを検体とした GC/MS による農薬一斉分析法の検討を行った。

添加回収試験を実施して精製方法を検討した結果, SAX/PSA ミニカラムを用いた精製方法は,146 農薬中133 農薬において50~120%の回収率が得られ,迅速な農薬一斉分析法に適していると考えられた。

キーワード: GC/MS. 魚へい死. エラ. 迅速一斉分析法

はじめに

河川で大量に魚がへい死したといった水質事故は全国各地で発生しており、本県でも例年15件程度発生しているが、原因不明のまま状況が改善するケースが多い

原因不明となる要因としては、魚のへい死の通報を 受けて保健所等の担当者が現地に向かったうえでの採 水となるため、採水した河川水が魚のへい死した直後 の水とは性質が大きく異なる可能性が考えられる。

魚のへい死原因の一つとして農薬の河川等への流入がある。へい死が発生した際、本県でも河川水の農薬分析を実施している。農薬は水中の生物だけでなく、人にも影響を与えるもので、環境基本法で人の健康の保護に関する環境基準が定められているものや要監視項目として位置づけられているものがあり、魚へい死の原因究明は重要である。

そこで、時間が経過した後にもその場に留まるへい 死魚から農薬を検出できれば、へい死の原因推定及び 改善指導等に繋がる可能性があることから、へい死魚 を検体とした分析法に着目した。

現在、へい死魚を検体とした農薬分析の公定法は存在しないが、水産物の農薬分析法として、厚生労働省から「GC/MSによる農薬等の一斉試験法(畜水産物)」いが示されている。本法は精製法としてゲル浸透クロマトグラフィー(GPC)を用いているが、試験溶液の調整に時間を要する操作であるため、より迅速に分析可能である「アセトニトリル/n-ヘキサン分配を用いた畜

水産物中の農薬分析法」²⁾を参考に、魚体のエラを検体 として用いたGC/MSによる農薬一斉分析法を検討した ので報告する。

実験方法

1 試薬材料等

1.1 試料

魚体試料は、10 cm程度の試験検査用の真鯉 (Cyprinus carpio Linnaeus)を使用し、3個体のエラ計 約1gを1検体とした。

1.2 標準品等

· 農薬混合標準

農薬混合標準液 I , 農薬混合標準液66, 農薬混合標準液70, 農薬混合標準液72

残留農薬試験用 (関東化学)

- ・テブコナゾール標準品,チフルザミド標準品,ヘキ サコナゾール標準物質
- 残留農薬試験用(富士フイルム和光純薬)
- ・プロジアミン標準品 残留農薬試験用 (Dr. Ehrenstofer)
- ・トリフロキシストロビン 試験研究用(AccuStandard inc)
- · 農薬中間混合標準液

農薬類は上記標準品をアセトンに溶解し、それぞれの農薬濃度が 1 mg/L となるように調製した。ただし、混合標準 (I, 66, 70, 72) に重複して含まれる農

^{*} 現県北広域本部保健福祉環境部

薬は2~4 ppm となる。

- · 内部標準混合標準原液3: 水質試験用(関東化学)
- ・内部中間標準液 内部標準混合標準原液 3 をアセトンで 10 μg/mL とし て用いた。

1.3 その他の試薬等

- ・ヘキサン, アセトン, 無水硫酸ナトリウム 残留農薬PCB試験用5000倍(関東化学)
- ・アセトニトリル, ジクロロメタン 残留農薬PCB試験用5000倍(富士フイルム和光純薬)
- ・オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (C18) InertSeP C18-C・1 g/6 mL (ジーエルサイエンス)
- ・トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル/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 (SAX/PSA)

InertSep SAX/PSA・500 mg/500 mg/6 mL (ジーエルサイエンス)

2 測定項目,装置及び測定条件

• 測定項目

表1に測定項目及び測定イオンを示した。なお、環境基準及び要監視項目に設定されている農薬やゴルフ場農薬として指針値が定められている農薬など146項目を分析対象としている。

· GC/MS

島津製作所製 GCMS-TQ8040

・キャピラリカラム

RESTEK 製 Rtx-5MS

内径 0.25 mm 長さ 30 m 膜厚 0.25 μm

・注入方式 スプリットレス

・試料注入量 2 μL ・注入口温度 250°C ・インターフェース温度 250°C ・イオン源温度 230°C

· GC 昇温条件

50℃ (2分) -7℃/分-180℃-12℃/分- 300℃ (3分)

・キャリアーガス ヘリウム

・イオン化電圧 70 eV・イオン化法 EI・分析モード SIM

3 試験溶液の調整

ポリプロピレン製のチューブに試料1 g及びアセトン /n-ヘキサン (1:2) 20 mLを入れ, 超音波抽出を10分間 実施した。抽出作業後、遠心分離 $(4^{\circ}C, 3,000 \text{ rpm}, 10)$

min)を行い、上澄みを採取した。残渣にn-ヘキサンを20 mL添加し、同様に抽出操作を行い、先の液に合わせた。漏斗に無水硫酸ナトリウムを約30 g敷き、得られた抽出液を通水し脱水した後、ロータリーエバポレーターを使用し、5 mL程度に減圧濃縮した。

これをn-ヘキサンで20 mLに定容し、n-ヘキサン飽和アセトニトリル20 mLを加え、5分間振盪した後、静置した。アセトニトリル層を分取後、さらに残ったn-ヘキサン層にn-ヘキサン飽和アセトニトリル20 mLを加え同様に操作し、アセトニトリル層を合わせた(図1)。

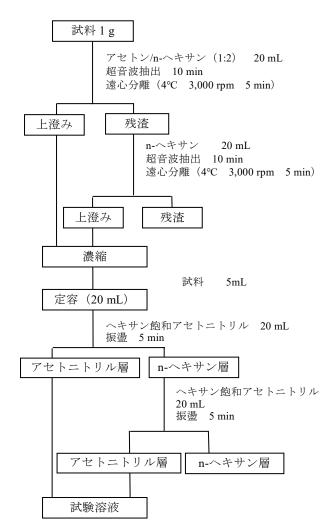


図1 抽出操作及びアセトニトリル/ヘキサン分配

4 添加回収試験

試料1 gに農薬中間混合標準液を100 μL添加し,30分放置後,抽出操作及び精製操作を行い,内標準法により定量した。

農薬の分析において、実際の濃度より大きく評価される正のマトリックス効果が起こる場合があり、今回の分析でも見られたため、感度変動の影響を小さくす

る目的で、検量線用標準溶液を試験溶液と交互に測定した³⁾。

5 精製方法の検討

3の操作で得られた溶液を以下の3通りの方法で精製し、2で示した通りGC-MSへ試料を導入して分析を行い、回収率を比較した。

5.1 C18ミニカラムを用いた精製(C18精製のみ)

「3 試験溶液の調整」で得られた溶液を5 mL程度に減圧濃縮し残存しているn-ヘキサンを除去した後,あらかじめアセトニトリル5 mLでコンディショニングした C18ミニカラムに全量負荷し,アセトニトリル5 mLで溶出した。溶出液を0.5 mL以下に減圧濃縮し,ジクロロメタンで1 mLに定容し,内部中間標準液を5 μ Lを添加した。

5.2 SAX/PSAミニカラムを用いた精製 (SAX/PSA精製のみ)

「3 試験溶液の調整」で得られた溶液を減圧濃縮し、アセトン/n-ヘキサン(1:2)5 mLに溶解し、あらかじめ同液5 mLでコンディショニングしたSAX/PSAミニカラムに全量負荷し、同液5 mLで溶出した。溶出液を減圧濃縮し、ジクロロメタンで1 mLに定容し、内部中間標準液を5 μ Lを添加した。

5.3 C18及びSAX/PSAミニカラムを用いた精製 (C18及びSAX/PSA精製)

「3 試験溶液の調整」で得られた溶液を5 mL程度に減圧濃縮し残存しているn-ヘキサンを除去した後,あらかじめアセトニトリル5 mLでコンディショニングした C18に全量負荷し,アセトニトリル5 mLで溶出した。溶出液を減圧濃縮し,アセトンn-ヘキサン(1:2)5 mLに溶解し,あらかじめ同液5 mLでコンディショニングしたSAX/PSAに全量負荷し,同液5 mLで溶出した。溶出液を減圧濃縮し,ジクロロメタンで1 mLに定容し,内部中間標準液を5 μ Lを添加した。

結果及び考察

各精製方法で添加回収試験を実施したそれぞれの回収率等の結果を表2及び3に、クロマトグラムを図2に示す。

C18精製のみ、SAX/PSA精製のみ並びにC18及びSAX/PSA精製の3つの精製法で添加回収試験を実施した結果,回収率が50~120%であったのは146農薬中それぞれ122農薬(84%),133農薬(91%)及び124農薬(85%)であった。

C18精製のみで行った分析法は、環境基準が定められているシマジン及びチオベンカルブの2農薬のうち、シマジンのピークが夾雑物のピークに重なり、検出されなかったが、SAX/PSA精製のみで行った分析法とC18及びSAX/PSA精製で行った分析法は、2農薬とも検出された。

また、要監視項目となっている11農薬は、3つの精製方法とも、2農薬(ジクロルボス、クロロタロニル)の回収率が50%未満であった。

ジクロルボスは水溶性が高いため、エラから抽出されず、 残渣に残留した可能性が考えられた。また、クロロタロニルは 分解しやすいことが報告されており、魚のエラに付着 した後、分解した可能性が推察された⁴⁾。

一般に、SAX/PSAカラムは、カルボン酸のような弱い陰イオン性物質の除去に使用される。本研究においても、SAX/PSAカラムによる精製で行った分析法では、4.5分から25分まで幅広く検出される脂肪酸などの夾雑物のピークが除去された。これにより、SAX/PSA精製のみ、C18及びSAX/PSA精製で分析した結果、シマジン(保持時間:10.346 min)などの農薬5種(シマジン、ペンシクロン、イマザメタベンズメチルエステル、フェナミホス、メチルダイムロン)が検出可能となったと考えられる。

C18カラムは、脱脂用のカラムとして使用される。 C18カラムによる精製で行った分析法では、52分付近に 検出されるステロイド骨格を持つ化合物と推定される ピークが除去可能であることが確認された。しかし、 分析対象とした農薬の定量に影響がなかったため、C18 精製が省略可能であることが示唆された。

C18及びSAX/PSA精製で行った分析方法は、両カラム

表 3 精製方法の違いによる回収率の変化

精製方法	回収率	50 ~ 120 %	回収率 50%未満		
	農薬数	割合(0/)	環境基準	要監視項目	
	長架数	割合(%)	(2農薬)	(11農薬)	
C18精製	122	84	シマシ゛ン	シ゛クロルホ゛ス・クロロタロニル	
SAX/PSA精製	133	91	なし	シ゛クロルホ゛ス ・ クロロタロニル	
C18及びSAX/PSA精製	124	85	なし	シ゛クロルホ゛ス・クロロタロニル	

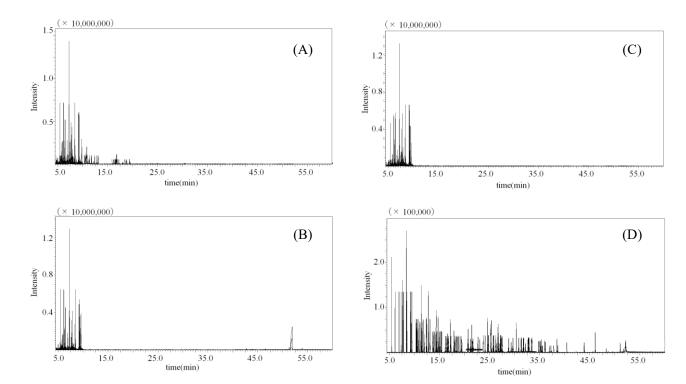


図2 各精製方法のクロマトグラム

- (A) C18精製のみ, (B) SAX/PSA精製のみ, (C) C18及びSAX/PSA精製
- (D) ジクロロメタンに5 µL農薬中間混合標準液を添加したもの

の効果により夾雑物によるピークが最も低減することができた。しかし、SAX/PSA精製のみに比べて、操作手順が増えることから回収率が低下したと考えられた。 更に、2本のカラムを組み合わせることによって新たに回収可能となった農薬は存在しなかった。

これらのことから、SAX/PSA精製のみを行った分析 法は、回収できた対象農薬が最も多く、C18精製を省略 することで、前処理時間を短縮することができるため、 今回の3つの精製方法の中で、迅速な農薬一斉分析法 に最も適していると考えられた。

まとめ

河川の魚へい死の原因究明のため、へい死魚のエラを検体とした GC/MS による農薬一斉分析法の検討を行った。今回、添加回収試験を行った全 146 種の農薬のうち、回収率が $50\sim120\%$ であった割合は、C18 精製のみの場合が 84%、SAX/PSA 精製のみの場合が 91%、C18 精製及び SAX/PSA 精製の場合が 85%であった。

SAX/PSA 精製のみを行った分析は、環境基準が定め

られている 2 農薬及びジクロルボス及びクロロタロニルを除く要監視項目で 50~120%の回収率が得られ、回収できた対象農薬数が最も多かった。また、この分析は C18 精製を省略することで、前処理時間を短縮することができるため、今回の3つの精製方法の中で、迅速な農薬一斉分析法に最も適していると考えられた。

文献

- 1) 厚生労働省:通知法, GC/MS による農薬等の一斉 試験法(畜水産物)
- 吉崎麻友子,小林ゆかり,清水正法,丸山浩一: 食品衛生学雑誌 56(3),77-82 (2015).
- 3) 根本了,佐々木久美子,衛藤修一,斎藤勲,酒井洋,高橋哲夫,外海泰秀,永山敏廣,堀伸二郎,前川吉明,豊田正武:食品衛生学雑誌,41(4),233-241(2000).
- 4) 廣田敏郎, 木下誠,廣中博見:福岡市保健環境研究 所報, 27,91-96 (2001).

表 1. GC/MS による農薬の保持時間及びモニターイオン

		こよる農薬の保持時間				
No.	農薬	保持時間(min)	定量イオン		翻イオ	ン
1	シ゛クロルホ゛ス	5.35	109	185		
2	フェノフ゛カルフ゛	8.299	121	150		
3	へ。ンシクロン	9.372	125	180		
4	シマシ゛ン	10.346	201	186		
5	プ゚ロピザミド	11.251	173	175	254	
6	<i>ダイアジノ</i> ン	11.589	179	304	152	
7	クロロタロニル	12.322	266	264		
8	イプ゜ロヘ゛ンホス	12.676	204	91		
9	メタラキシル	15.198	206	249		
10	ジ゛チオヒ゜ル	16.055	354	306		
11	フェニトロチオン	16.296	277	260		
12	プ゚ロジアミン	16.58	321	333		
13	チオヘ゛ンカルフ゛	17.026	100	72		
14	ペンディメタリン	20.533	252	281		
15	フルトラニル	25.117	173	281		
16	イソフ゜ロチオラン	25.295	189	118	162	
17	チフルナ゛ミト゛	27.182	194	166		
18	イソキサチオン	27.407	177	105		
19	メフ゜ロニル	30.218	269	119		
20	クロルニトロフェン	30.677	317	319		
21	プ° ロヒ° コナソ゛ール	32.012	259	173		
22	トリフロキシストロヒ゛ン	32.534	116	131		
23	テフ゛コナソ゛ール	32.654	250	125		
24	EPN	35.419	157	169		
25	ナプ゚ロパミト゛	24.452	72	128		
26	ヘキサコナソ゛ール	24.571	214	286		
27	XMC	7.74	122	107		
28	アサ゛コナソ゛ール	26.642	217	173		
29	アセトクロール	14.144	223	146		
30	アトラシ゛ン	10.523	215	200		
31	アニロホス	36.778	226	125	228	
32	アメトリン	14.864	227	212		
33	アラクロール	14.798	188	160	146	
34	アレスリン	21.565	123	136		
35	イサゾ ホス	12.265	161	285	257	
36	イソキサチオンオキソン	25.253	105	161	77	297
37	イソフェンホス	21.307	213	121	185	
38	イソフェンホスオキソン	16.08	229	201	314	
39	イソフ。ロカルフ、	7.517	121	136	122	
40	イプロジオン	35.021	314	316	187	
41	イマサ゛メタヘ゛ンス゛メチルエステル	23.98	256	187	214	
42	エスフ。ロカルフ、	16.491	91	222	162	
43	エデ、イフェンホス	31.136	109	173	310	
44	エチオン	29.519	231	153		
45	エトフェンフ゜ロックス	45.919	163	135	183	
46	エトフメセート	16.528	286	161	207	
47	エトリシ゛アソ゛ール	6.817	211	183	213	
48	硫酸エンドスルファン	31.13	229	274		
49	オキサシ゛アソ゛ン	26.298	175	258	302	
50	オキサシ゛キシル	29.372	163	132		
51	オキシフルオルフェン	26.927	300	302	331	
52	カルフェントラソ゛ンエチル	31.605	340	312	330	
53	カフェンストロール	43.723	100	167	188	
54	カルボ・フラン	10.393	164	149		
55	キノキシフェン	31.209	237	307		
56	キノクラミン	16.654	172	TIC		
57	キャプ。タン	21.04	79	149	117	
58	キントセ゛ン	11.23	237	295		
59	クロマソ・ソ	10.669	204	125		
60	クロタールシ゛メチル	18.291	301	332		

表1 (続)

No.	農薬	保持時間(min)	定量イオン	確認イオン		
61	クロルヒ [°] リホス	17.91	197	199	314	
62	クロルヒ。リホスメチル	14.291	286	125		
63	クロロネブ゛	7.258	206	191	193	
64	シアノホス	11.142	243	109		
65	シ゛クロホップ。メチル	33.196	340	253		
66	ジグロヘーニル	6.055	171	173	100	
67	シ゛クロラン	10.211	206	176		
68	シ゛スルホトン	11.854	89	186	97	
69	ジフェナミト゛	19.366	167	239	,	
70	ジェタメトリン	20.617	212	240	255	
71	シ゛メトエート	10.206	87	93	125	
72	シメトリン	14.539	213	170	155	
73	シ゛メピペレート	21.311	119	91	145	
74	タ゛イアジ ノンオキソン	10.944	137	273	288	
75	テルフ゛カルフ゛	14.215	205	220	206	
76	テクナセン	8.387	203	261	200	
77	テトラクロルヒ゛ンホス	19.234	329	331		
78	テトラシ゛ホン	37.081	356	159		
78 79	テトフン ホン テニルクロール	32.716	127	288	141	
80	トリアシ゛メホン	18.174	57	208	1+1	
81		12.296	86	226	104	270
82	トリアレート トリフ゛ホス	25.633	86 169	314	184	270
	17: "				200	
83	トリフルラリン	9.108	306	264	290	
84	トリクロヒ゜ル-2-ブ゛トキシエチルエステル	27.045	85 265	182	210	
85	トルクロホスメチル	14.58	265	267	125	
86	トルクロホスメチルオキソン	13.526	249	251	109	
87	トルフェンヒ。ラト゛	51.59	348	197	254	
88	ニトロタールイソフ。ロヒ。ル	18.714	236	212	254	
89	ノルラゾン	31.678	303	145	173	
90	ヒ゛フェノックス	35.329	341	310	343	
91	と゜へ゜ロホス	35.829	122	140	320	
92	t° ラゾホス	40.228	221	232		
93	ヒ゜リタ゛フェンチオン	35.177	340	199	125	
94	ヒ゜リフ゛チカルフ゛	34.723	165	108	181	
95	ピリプロキシフェン	38.273	136	137	226	
96	ヒ [°] ロキロン	11.376	130	173	144	
97	ヒ゛ンクロソ゛リン	14.281	187	213	285	
98	フェナミホス	24.666	303	154	217	
99	フェニトロチオンオキソン	13.683	244	261	109	
100	フェノチオカルフ゛	23.167	72	160		
101	フェノトリン	37.631	123	183		
102	フェンチオン	17.767	278	153	125	
103	フェンチオンスルホキシト゛	28.658	278	294	125	
104	フェンチオンスルホン	29.179	310	231	125	
105	フェンチオンオキソン	15.33	262	109	247	
106	フェンチオンオキソンスルホキシト゛	26.078	262	247		
107	フェンチオンオキソンスルホン	26.547	294	215		
108	フェントエート	21.544	274	93	125	
109	フェンフ゛コナソ゛ール	43.689	129	198		
110	フェンフ [°] ロヒ [°] モルフ	17.762	128	129	70	
111	フサライト゛	18.971	144	142		
112	ブタミホス	24.601	286	258	200	
113	ブピリメート	27.105	273	208	316	
114	ブブプロフェジン	26.566	115	172	175	
115	フラムフ゜ロッフ゜メチル	26.583	276	105	77	
116	フルアクリヒ゜リム	31.208	204	190	145	189
117	フルトリアホール	23.900	219	201	164	
118	フルミオキサシ゛ン	48.136	354	77	287	
119	フルミクロラックへ。ンチル	50.944	308	318	_0,	
-	11 N 11 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1	25.711	176	238	262	

表1(続)

No.	農薬	保持時間(min)	定量イオン	確認イオン		
121	プ゚ロパクロール	8.403	120	176		
122	プロハ。ニル	13.708	161	163	217	
123	プロパルギット	33.346	135	173	107	
124	プ゜ロフェノホス	25.313	339	337	139	
125	ブ゛ロモフ゛チト゛	13.84	119	232		
126	フ [°] ロホ [°] キスル	8.335	110	152		
127	ブ゛ロマシル	16.601	205	207	231	
128	プ。ロメトリン	15.144	241	184	226	
129	ブ゛ロモフ゜ロヒ゜ <i>レー</i> ト	35.329	341	183		
130	フ゛ロモホスメチル	19.226	331	329	125	
131	ヘキサジ ノン	32.617	171	252	128	
132	ヘ゛ナラキシル	31.109	148	206		
133	ヘ゛ノキサコール	12.972	120	259		
134	ヘ゛ンスリト゛	32.534	131	77	141	
135	ベンフルラリン	9.177	292	264		
136	ホスファミト゛ン	13.729	127	264		
137	ホスメット	35.022	160	161	133	
138	マラチオン	17.17	127	173	93	
139	メチタ゛チオン	22.537	145	85	302	
140	メチルタ゛イムロン	21.045	107	91	119	
141	メトキシクロール	35.964	227	228	274	
142	E-メトミノストロビン	25.617	191	196	238	
143	Z -メトミノストロビン	27.304	238	191	196	
144	メフェナセット	38.44	192	120		
145	モノクロトホス	13.729	127	192	164	
146	モリネート	7.585	126	188	98	

表 2. 添加回収率の一覧

No.	農薬名	C18	SAX/PSA	C18 + SAX/PSA	No.	農薬名	C18	SAX/PSA	C18 + SAX/PSA
1	シ゛クロルホ゛ス	38.4	35.7	27.6	48	硫酸エンドスルファン	96.5	85.3	90.2
2	フェノフ゛カルフ゛	90.6	89.8	92.9	49	オキサジアソ゛ン	86.9	83.5	92.3
3	へ。ンシクロン	ND	105.3	84.7	50	オキサシ゛キシル	76.9	74.4	55.1
4	シマシ゛ン	ND	92.7	97.1	51	オキシフルオルフェン	79.3	63.4	75.8
5	プ゚ロピザミド	98.8	119.1	106.0	52	カルフェントラゾンエチル	40.8	40.2	40.2
6	ダ イアジ ノン	80.5	76.2	87.6	53	カフェンストロール	64.5	75.0	80.7
7	クロロタロニル	ND	ND	ND	54	カルホ、フラン	96.5	89.3	93.9
8	イプ゜ロヘ゛ンホス	94.0	87.5	98.5	55	キノキシフェン	76.6	71.4	79.6
9	メタラキシル	74.7	96.2	79.1	56	キノクラミン	ND	22.9	28.6
10	シ゛チオピル	100.9	92.4	97.0	57	キャプ・タン	ND	8.9	9.8
11	フェニトロチオン	101.4	81.8	88.8	58	キントセ゛ン	62.0	57.4	62.3
12	プロジアミン	104.1	80.3	87.6	59	クロマソ゛ン	100.4	84.4	91.3
13	チオヘ゛ンカルブ゛	88.8	83.1	92.7	60	クロタールシ゛メチル	75.2	73.6	80.4
14	ペンテ゛ィメタリン	76.8	67.4	80.1	61	クロルヒ゜リホス	74.8	71.2	83.2
15	フルトラニル	99.3	89.9	94.5	62	クロルヒ。リホスメチル	83.1	77.1	83.9
16	イソフ゜ロチオラン	88.0	81.8	88.2	63	クロロネブ	ND	ND	ND
17	チフルサ゛ミト゛	97.9	87.4	93.1	64	シアノホス	88.6	79.6	89.1
18	イソキサチオン	88.8	73.3	79.4	65	シ゛クロホッフ゜メチル	14.0	18.0	21.1
19	メフ゜ロニル	98.3	90.5	92.8	66	シ゛クロヘ゛ニル	64.5	63.2	44.9
20	クロルニトロフェン	92.7	72.7	80.8	67	ジ・クロラン	87.6	79.9	88.0
21	プロピコナゾール	30.6	90.1	28.8	68	シ゛スルホトン	93.7	78.6	77.2
22	トリフロキシストロヒ゛ン	99.6	85.1	94.0	69	ジフェナミト゛	88.9	86.6	92.3
23	テフ゛コナソ゛ール	9.2	83.6	ND	70	シ゛メタメトリン	87.4	86.8	94.0
24	EPN	91.7	81.6	77.5	71	シ゛メトエート	ND	68.4	35.9
25	ナプ°ロハ°ミト゛	86.4	89.4	91.8	72	シメトリン	94.3	91.8	98.3
26	ヘキサコナゾ・ール	ND	75.8	ND	73	ジメピペルート	72.5	69.9	78.4
27	XMC	87.5	88.6	93.2	74	ダ イアジ ノンオキソン	67.2	55.9	62.5
28	アサ゛コナソ゛ール	ND	83.2	93.2 ND	75	テルフ・カルフ・	92.3	92.9	98.2
29	アセトクロール	78.9	83.5	89.1	76	テクナセン		58.1	62.0
30	アトラジン		89.9		77	テトラクロルヒ゛ンホス	60.0		
31		74.3		92.4	78		80.2	72.4	80.8
32	アニロホス	116.0	102.5	107.3	79	テトラシ゛ホン	83.5	77.5	84.1
	アメトリン	96.4	95.7	103.6		テニルクロール	65.1	71.7	64.4
33	アラクロール	85.6	86.1	86.8	80	トリアシ゛メホン	75.7	88.5	96.4
34	アレスリン	81.1	91.4	93.9	81	トリアレート	54.9	55.5	67.5
35	イサゾ・ホス	84.6	72.4	85.6	82	トリフ゛ホス	65.1	56.0	66.6
36	イソキサチオンオキソン	62.0	47.2	58.2	83	トリフルラリン	76.0	73.1	80.0
37	イソフェンホス	79.9	72.4	85.4	84	トリクロヒ゜ル -2- フ゛トキシ エチルエステル	65.7	73.3	102.4
38	イソフェンホスオキソン	61.6	69.3	62.1	85	トルクロホスメチル	83.4	79.5	86.6
39	イソフ゜ロカルフ゛	95.3	92.6	92.7	86	トルクロホスメチルオキソン	97.8	96.4	101.3
40	イプロジオン	92.7	85.7	91.7	87	トルフェンヒ [°] ラト゛	66.4	93.4	88.7
41	イマザメタベンズメチ ルエステル	ND	64.4	56.1	88	ニトロタールイソフ゜ロヒ゜ル	82.4	66.4	77.4
42	エスフ゜ロカルフ゛	85.0	83.9	94.5	89	ノルフルラゾン	87.5	79.7	70.1
43	エディフェンホス	134.1	85.6	93.1	90	ビフェノックス	89.3	87.7	93.7
44	エチオン	95.9	77.6	83.8	91	ピッペールス	95.6	80.9	88.0
45	エトフェンフ゜ロックス	76.1	91.1	94.9	92	t° 5y * tax	109.0	91.7	99.5
46	エトフメセート	112.1	97.6	103.6	93	ピリダフェンチオン	97.7	84.2	89.2
47	エトリシ゛アソ゛ール	53.9	51.2	45.7	94	ヒ゜リフ゛チカルフ゛	97.7	89.3	96.8
т/	±17√ 11 -N	23.7	J1.∠	73./		L 7/ /////	72.1	07.3	90.8

表 2 (続)

				表 2	(統)				
No.	農薬名	C18	SAX/PSA	C18 + SAX/P SA	No.	農薬名	C18	SAX/PSA	C18 + SAX/PSA
95	ピリプロキシフェン	86.2	83.9	92.9	128	プ ロメトリン	84.1	92.9	100.2
96	ピロキロン	85.1	89.8	89.9	129	ブロモプロピレート	88.6	86.3	92.8
97	ヒ゛ンクロソ゛リン	87.2	83.9	84.4	130	フ゛ロモホスメチル	80.3	72.6	81.3
98	フェナミホス	ND	93.0	86.7	131	ヘキサシ゛ノン	74.0	75.8	57.1
99	フェニトロチオンオキソン	68.6	66.6	72.7	132	ヘ゛ナラキシル	91.0	91.8	96.2
100	フェノチオカルフ゛	85.0	83.6	92.6	133	ヘ゛ノキサコール	56.2	55.5	63.2
101	フェノトリン-2	79.6	78.1	86.7	134	ヘ゛ンスリト゛	103.8	86.8	100.8
102	フェンチオン	82.8	70.5	80.3	135	ベンフルラリン	76.5	73.2	79.6
103	フェンチオンスルホキシト゛	101.2	96.4	57.9	136	ホスファミト゛ン	76.6	75.6	79.7
104	フェンチオンスルホン	111.1	89.9	91.7	137	ホスメット	106.6	92.6	95.8
105	フェンチオンオキソン	90.6	87.0	89.0	138	マラチオン	78.2	72.3	86.5
106	フェンチオンオキソンスルオキ シト゛	ND	29.0	ND	139	メチタ゛チオン	90.8	79.9	89.7
107	フェンチオンオキソンスルホン	53.0	61.1	18.0	140	メチルタ゛イムロン	ND	80.7	100.7
108	フェントエート	83.4	71.7	79.7	141	メトキシクロール	89.0	79.5	86.0
109	フェンフ゛コナソ゛ール	88.8	86.8	57.0	142	E-メトミノストロビン	98.3	85.5	88.4
110	フェンプ゜ロヒ゜モルフ	ND	25.7	ND	143	Z -メトミノストロヒ゛ン	100.6	90.0	91.4
111	フサライト゛	42.5	39.6	44.4	144	メフェナセット	101.6	95.0	102.1
112	ブ゛タミホス	95.2	73.0	78.2	145	モノクロトホス	75.7	75.9	79.6
113	ブ゛ピ リメート	100.5	95.5	100.7	146	モリネート	57.0	61.9	60.4
114	ブプ。ロフェジン	94.8	89.2	94.2	134	ヘ゛ンスリト゛	84.1	92.9	100.2
115	フラムフ゜ロッフ゜メチル	92.1	86.4	88.2	135	ヘ゛ンフルラリン	88.6	86.3	92.8
116	フルアクリヒ゜リム	96.0	91.0	72.7	136	ホスファミト゛ン	80.3	72.6	81.3
117	フルトリアホール	98.5	54.4	ND	137	ホスメット	74.0	75.8	57.1
118	フルミオキサシ゛ン	96.0	76.9	84.4	138	マラチオン	91.0	91.8	96.2
119	フルミクロラックへ。ンチル	30.1	44.8	47.8	139	メチタ゛チオン	56.2	55.5	63.2
120	プ゜レチラクロール	80.2	76.2	82.2	140	メチルタ゛イムロン	103.8	86.8	100.8
121	プ゜ロハ゜クロール	2.5	ND	ND	141	メトキシクロール	76.5	73.2	79.6
122	プロハーニル	97.3	92.0	96.2	142	E-メトミノストロビン	76.6	75.6	79.7
123	プロパルギット	101.3	94.7	110.9	143	Z -メトミノストロビン	106.6	92.6	95.8
124	プ [°] ロフェノホス	83.6	74.6	83.1	144	メフェナセット	78.2	72.3	86.5
125	ブ゛ロモフ゛チト゛	94.9	97.6	102.3	145	モノクロトホス	90.8	79.9	89.7
126	フ [°] ロホ [°] キスル	82.9	88.3	92.1	146	モリネート	ND	80.7	100.7
127	ブ゛ロマシル	ND	79.7	ND					