

# GC/MS/MS による農産物中の残留農薬の一斉分析

久保記久子・畑野和広

福岡市保健環境研究所保健科学部門

## Simultaneous Determination of Pesticide Residues in Agricultural Products by Gas Chromatography with Tandem Mass Spectrometry

Kikuko KUBO and Kazuhiro HATANO

Health Science Division, Fukuoka City Institute for Hygiene and the Environment

### 要約

残留基準が設定されている農薬について GC/MS/MS を用いた農産物中の一斉分析法を検討した。試験溶液は通知法に基づきアセトニトリルで抽出後、グラファイトカーボン/アミノプロピルメチルシリカカラムで精製し調製した。機器の感度から定量下限が一律基準(0.01ppm)を満足するものは 132 農薬であった。玄米、大豆、ほうれんそう及びオレンジに各農薬を 100ng/g 添加し回収試験を行った結果、回収率が 70 ~ 120%と良好に回収されたものは玄米で 117 農薬、大豆で 111 農薬、ほうれんそうで 111 農薬、オレンジで 121 農薬であった。またすべての農産物で 50%以上回収されたものは 122 農薬で、これらの相対標準偏差(RSD)は 20%未満であった。

**Key Words:** ガスクロマトグラフ/タンデム質量分析 GC/MS/MS, 一斉分析 simultaneous determination, 残留農薬 pesticide residue, 農産物 agricultural product

### はじめに

農薬は、病害虫や雑草等から農産物を保護して収量や品質を維持する役割を担っており、安定した食糧供給のためには欠かせないものである。一方で輸入食品からの農薬の検出や無登録農薬の問題など、食品中への農薬等の残留に対する消費者の不安は高まっており、規制強化が求められてきた。

このような状況を踏まえ、平成 15 年 5 月に食品衛生法が改正され、ポジティブリスト制が導入されることとなり、新たに多くの農薬に残留基準が設定された。これに伴い、効率的に検査を実施できるようガスクロマトグラフ/質量分析計 (GC/MS) や液体クロマトグラフ/質量分析計 (LC/MS) による一斉分析法<sup>1)</sup>が厚生労働省から通知された。

GC/MS による分析は、一般に選択イオン検出法 (SIM) が広く用いられているが、農薬と食品の組み合わせによっては夾雑ピークの影響を受けやすく、ピークの判定が

困難となりデータ処理や確認試験に時間を要することがある。また、農薬によっては感度が十分に得られず、定量下限が一律基準(0.01ppm)を満足しないことも考えられ、ポジティブリスト制に円滑に対応することが困難であるといえる。

今回、残留基準が設定されている農薬のうち、ガスクロマトグラフ/タンデム質量分析装置 (GC/MS/MS) で測定が可能と思われるものについて、SIM に比べてより選択性があり、相対感度が高く得られる選択反応検出法 (SRM) による農産物中の一斉分析法を検討したので報告する。

### 実験方法

#### 1. 試料

市販の玄米、大豆、ほうれんそう及びオレンジを用いた。

## 2. 試薬等

標準品：和光純薬工業（株），林純薬工業（株），Dr. Ehrenstorfer GmbH 社，Riedel de Haën 社製残留農薬分析用を用いた．

標準原液：各標準品を 1000mg/L となるようトルエンに溶解し調製した．溶解しない場合は適宜アセトン等の溶解する溶媒で調製した．

標準溶液：標準原液を混合し，1mg/L となるようアセトンで調製後，さらにアセトン/n-ヘキサン(1:1)で適宜希釈して使用した．

0.5mol/L リン酸緩衝液(pH7.0)：リン酸水素二カリウム 52.7g 及びリン酸二水素カリウム 30.2g を量り採り，水約 500mL に溶解し，1mol/L 塩酸を用いて pH を 7.0 に調整した後，水を加えて 1L とした．

オクタデシル(C18)ミニカラム：Varian 社製 Bond Elut C18(1g/6mL)をあらかじめアセトニトリル 10mL でコンディショニングして使用した．

グラファイトカーボン/アミノプロピル (GC/NH<sub>2</sub>) ミニカラム：SUPELCO 社製 Envi-Carb/LC-NH<sub>2</sub> (500mg/500mg)をあらかじめアセトニトリル/トルエン(3:1)混液 10mL でコンディショニングして使用した．

ろ紙：アドバンテック東洋(株)製 ろ紙 5A を使用した．

その他の試薬：残留農薬試験用を使用した．

## 3. 装置

ガスクロマトグラフ：Varian 社製 CP-3800 を使用した．

質量分析装置 (MS/MS)：Varian 社製 1200 を使用した．

ホモジナイザー：Kinematica 社製 PT10-35 を使用した．

## 4. 測定条件

### 1) ガスクロマトグラフ

通知法<sup>1)</sup>に基づき次のとおりとした．

注入口温度：250

カラム：(株) J&W 社製 DB-5MS(0.25mm i.d. × 30m, 0.25μm)

カラム温度：50 (1min) - 25 /min - 125 (0min) - 10 /min - 300 (10min)

カラム流量：1mL/min

注入量：2μL (スプリットレス)

### 2) 質量分析計

イオン化電流：150μA

イオン化モード (電圧)：EI (70 eV)

イオン源温度：225

インターフェース温度：250

その他の条件：表 1 に示した．

## 5. 試験溶液の調製

通知法<sup>1)</sup>に基づき次のとおり行った．

### 1) 抽出

#### (1) 玄米及び大豆

試料 10g に水 20mL を加え，15 分間放置した．アセトニトリル 50mL を加えホモジナイズした後，上澄み液をろ紙でろ過した．残留物にアセトニトリル 20mL を加え再度ホモジナイズしろ過後，ろ液を合わせ，アセトニトリルで 100mL に定容した．うち 20mL に塩化ナトリウム 8g 及び 0.5mol/L リン酸緩衝液(pH7.0)20mL を加えて 10 分間振とうし静置した．C18 ミニカラムに，アセトニトリル層を注入し，さらにアセトニトリル 2mL を注入して全溶出液を採り，無水硫酸ナトリウムを加えて脱水ろ過した．ろ液を 40 以下で濃縮して溶媒を留去し，残留物にアセトニトリル/トルエン(3:1)混液 2mL を加えて溶かし，抽出液とした．

#### (2) ほうれんそう及びオレンジ

試料 20g にアセトニトリル 50mL を加えホモジナイズした後，上澄み液をろ紙でろ過した．残留物にアセトニトリル 20mL を加え再度ホモジナイズしろ過後，ろ液を合わせ，アセトニトリルで 100mL に定容した．うち 20mL に塩化ナトリウム 8g 及び 0.5mol/L リン酸緩衝液(pH7.0)20mL を加えて 10 分間振とうした．静置後，アセトニトリル層に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水ろ過した．ろ液を 40 以下で濃縮して溶媒を留去し，残留物にアセトニトリル/トルエン(3:1)混液 2mL を加えて溶かし，抽出液とした．

### 2) 精製

GC/NH<sub>2</sub> ミニカラムに抽出液を注入した後，アセトニトリル/トルエン(3:1)混液 20mL を注入し，全溶出液を 40 以下で濃縮して溶媒を留去した．残留物をアセトン/ヘキサン(1:1)混液に溶かして，正確に 1mL(ほうれんそう及びオレンジは 2mL)としたものを試験溶液とした．

## 結果および考察

### 1. GC/MS/MS条件の検討

電子イオン化(EI)により各農薬を SCAN 測定し，m/z100 より大きいイオンで，高い感度が得られたものをプレカーサーイオンとした．各プレカーサーイオンに対して，コリジョンエネルギーを-5 ~ -45eV の間で変化

させプロダクトスキャンを行い、相対的に最も高い感度が得られたプロダクトイオンをモニターイオンとし、その時のコリジョンエネルギーを測定条件に設定した。なお、検出感度を上げるため、モニターイオンは各農薬 1 イオンとし、保持時間の違いにより 6 つのグループに区切り測定した。各農薬の保持時間及び測定条件を表 1 に示す。

GC/MS/MS に標準溶液 2 $\mu$ L を注入し、得られたクロマトグラムから S/N=10 となる溶液濃度を求め、試料中濃度に換算して定量下限とした。定量下限が一律基準 (0.01ppm) 以下で測定可能な農薬は、表 1 に示すとおり 132 農薬で、定量下限は<0.001 ~ 0.010ppm であった。

各農薬の検量線は 0.02, 0.05, 0.1, 0.15, 0.2, 0.5 $\mu$ g/mL の濃度で相関係数は 0.991 ~ 1.000 と概ね良好な直線性を示した。

## 2. 定量下限及び検量線

表 1 各農薬の保持時間、測定条件、定量下限及び相関係数

| グループ | No. | 農薬名                  | 保持時間<br>(min) | 測定条件             |                    | 定量下限<br>(ppm) | 相関係数  |
|------|-----|----------------------|---------------|------------------|--------------------|---------------|-------|
|      |     |                      |               | モニターイオン<br>(m/z) | コリジョンエネルギー<br>(eV) |               |       |
| Gr.1 | 1.  | ジクロロボス               | 6.62          | 185 → 93         | -20                | 0.003         | 0.998 |
|      | 2.  | オキサジクロメホン            | 9.38          | 187 → 123        | -25                | 0.002         | 0.999 |
|      | 3.  | イソプロカルブ              | 9.87          | 121 → 77         | -20                | 0.001         | 0.999 |
|      | 4.  | フェノプロカルブ             | 10.65         | 150 → 121        | -15                | <0.001        | 0.998 |
|      | 5.  | エトプロホス               | 10.99         | 158 → 134        | -10                | 0.001         | 0.998 |
|      | 6.  | クロルプロファミン            | 11.21         | 153 → 125        | -15                | 0.002         | 0.999 |
|      | 7.  | トリフルラリン              | 11.27         | 306 → 264        | -15                | 0.001         | 0.999 |
|      | 8.  | ペンダイオカルブ             | 11.35         | 166 → 151        | -10                | 0.001         | 0.997 |
|      | 9.  | ペンシクロン               | 11.58         | 180 → 125        | -25                | 0.002         | 0.999 |
|      | 10. | $\alpha$ -BHC        | 11.75         | 219 → 145        | -20                | 0.001         | 0.997 |
|      | 11. | チオメトン                | 11.89         | 246 → 88         | -10                | 0.001         | 0.997 |
|      | 12. | デスメディファミン            | 11.90         | 181 → 122        | -15                | 0.004         | 0.996 |
|      | 13. | トリフルミゾール代謝物          | 12.23         | 201 → 136        | -25                | 0.001         | 0.998 |
|      | 14. | $\beta$ -BHC         | 12.26         | 219 → 145        | -20                | 0.001         | 0.998 |
|      | 15. | $\gamma$ -BHC        | 12.44         | 219 → 145        | -20                | 0.001         | 0.995 |
|      | 16. | テルブホス                | 12.52         | 231 → 175        | -15                | 0.001         | 1.000 |
|      | 17. | ダイアジノン               | 12.61         | 179 → 121        | -30                | <0.001        | 0.996 |
|      | 18. | ピリメタニル               | 12.73         | 198 → 118        | -40                | 0.001         | 0.997 |
|      | 19. | クロロタロニル              | 12.76         | 266 → 133        | -45                | 0.001         | 0.998 |
|      | 20. | ターバシル                | 12.87         | 161 → 88         | -25                | <0.001        | 0.991 |
|      | 21. | テフルトリン               | 12.88         | 177 → 127        | -15                | <0.001        | 0.998 |
|      | 22. | エトリムホス               | 12.95         | 292 → 181        | -10                | <0.001        | 0.998 |
|      | 23. | $\delta$ -BHC        | 13.01         | 219 → 145        | -20                | 0.001         | 1.000 |
|      | 24. | ピリミカルブ               | 13.11         | 166 → 71         | -25                | 0.001         | 0.998 |
| Gr.2 | 25. | ジメテナミド               | 13.49         | 230 → 154        | -20                | 0.001         | 0.999 |
|      | 26. | クロルピリホスメチル           | 13.59         | 286 → 241        | -30                | 0.001         | 0.998 |
|      | 27. | パラチオンメチル             | 13.72         | 263 → 109        | -10                | 0.001         | 0.998 |
|      | 28. | アラクロール               | 13.73         | 160 → 132        | -11                | 0.003         | 0.995 |
|      | 29. | トルクロホスメチル            | 13.75         | 265 → 250        | -25                | <0.001        | 0.999 |
|      | 30. | シメトリン                | 13.80         | 213 → 170        | -15                | <0.001        | 0.999 |
|      | 31. | ヘプタクロル               | 13.93         | 237 → 143        | -35                | 0.001         | 0.996 |
|      | 32. | ピリミホスメチル             | 14.15         | 290 → 125        | -20                | <0.001        | 0.999 |
|      | 33. | フェントロチオン             | 14.21         | 277 → 109        | -15                | 0.001         | 0.996 |
|      | 34. | ジクロフルアニド             | 14.37         | 224 → 123        | -10                | <0.001        | 0.999 |
|      | 35. | マラチオン                | 14.38         | 173 → 99         | -15                | <0.001        | 0.996 |
|      | 36. | エスプロカルブ              | 14.39         | 222 → 91         | -10                | <0.001        | 0.999 |
|      | 37. | メトラクロール              | 14.50         | 162 → 133        | -11                | <0.001        | 0.997 |
|      | 38. | ジエトフェンカルブ            | 14.53         | 225 → 168        | -15                | 0.001         | 0.998 |
|      | 39. | クロルピリホス              | 14.53         | 314 → 258        | -15                | <0.001        | 1.000 |
|      | 40. | ジメチルピンホス             | 14.56         | 295 → 109        | -20                | <0.001        | 0.999 |
|      | 41. | チオベンカルブ              | 14.57         | 257 → 100        | -10                | <0.001        | 0.999 |
|      | 42. | シアナジン                | 14.58         | 225 → 189        | -20                | 0.001         | 0.998 |
|      | 43. | フェンチオン               | 14.61         | 278 → 109        | -25                | 0.001         | 0.999 |
|      | 44. | アルドリノ                | 14.66         | 263 → 193        | -30                | 0.001         | 1.000 |
|      | 45. | ジコホール                | 14.68         | 139 → 109        | -10                | <0.001        | 0.992 |
|      | 46. | パラチオン                | 14.68         | 291 → 109        | -10                | 0.001         | 0.997 |
|      | 47. | テトラコナゾール             | 14.72         | 336 → 128        | -25                | 0.001         | 0.998 |
| Gr.3 | 48. | ホスチアゼート              | 15.04         | 195 → 103        | -10                | 0.001         | 0.998 |
|      | 49. | $\alpha$ -クロルフェンピンホス | 15.16         | 267 → 159        | -15                | 0.001         | 0.999 |
|      | 50. | ペンディメタリン             | 15.17         | 252 → 162        | -10                | <0.001        | 0.997 |
|      | 51. | フィプロニル               | 15.22         | 367 → 213        | -25                | 0.001         | 0.997 |

表 1 続き

| グループ | No.  | 農薬名          | 保持時間  | 測定条件      |            | 定量下限   | 相関係数  |
|------|------|--------------|-------|-----------|------------|--------|-------|
|      |      |              |       | モニターイオン   | コリジョンエネルギー |        |       |
|      |      |              | (min) | (m/z)     | (V)        | (ppm)  |       |
|      | 52.  | シプロジニル       | 15.22 | 224 → 118 | -40        | 0.001  | 0.999 |
|      | 53.  | ベンコナゾール      | 15.30 | 248 → 192 | -20        | 0.002  | 0.998 |
|      | 54.  | イソフェンホス      | 15.34 | 213 → 185 | -10        | 0.001  | 1.000 |
|      | 55.  | ビリフェノックス-Z   | 15.37 | 262 → 200 | -20        | 0.003  | 0.996 |
|      | 56.  | β-クロロフェンビンホス | 15.38 | 267 → 159 | -15        | 0.001  | 0.998 |
|      | 57.  | ヘプタクロルエボキシド  | 15.42 | 353 → 263 | -15        | <0.001 | 0.999 |
|      | 58.  | フェントエート      | 15.48 | 274 → 246 | -10        | <0.001 | 1.000 |
|      | 59.  | ジクロシメット      | 15.49 | 277 → 221 | -15        | 0.001  | 0.999 |
|      | 60.  | キナルホス        | 15.50 | 157 → 102 | -10        | 0.001  | 0.995 |
|      | 61.  | プロシミドン       | 15.56 | 283 → 96  | -15        | <0.001 | 0.999 |
|      | 62.  | トリアジメノール     | 15.57 | 168 → 70  | -10        | 0.001  | 0.997 |
|      | 63.  | トリフルミゾール     | 15.57 | 206 → 179 | -15        | 0.004  | 0.997 |
|      | 64.  | キャブタン        | 15.58 | 117 → 82  | -35        | 0.002  | 0.992 |
| Gr.4 | 65.  | ビリフェノックス-E   | 15.88 | 262 → 200 | -20        | 0.006  | 0.999 |
|      | 66.  | op'-DDE      | 15.89 | 246 → 176 | -25        | <0.001 | 0.999 |
|      | 67.  | キノメチオネート     | 15.91 | 206 → 148 | -20        | <0.001 | 0.999 |
|      | 68.  | ブタクロール       | 15.94 | 176 → 147 | -11        | 0.002  | 0.999 |
|      | 69.  | バクロブトラゾール    | 15.95 | 236 → 125 | -10        | 0.001  | 0.998 |
|      | 70.  | ブタミホス        | 16.10 | 286 → 202 | -10        | 0.001  | 0.997 |
|      | 71.  | フルトラニル       | 16.23 | 173 → 145 | -11        | 0.001  | 0.998 |
|      | 72.  | フルジオキシニル     | 16.29 | 248 → 154 | -20        | 0.001  | 0.999 |
|      | 73.  | ヘキサコナゾール     | 16.33 | 175 → 111 | -20        | 0.009  | 0.998 |
|      | 74.  | プロチオホス       | 16.33 | 309 → 239 | -15        | <0.001 | 0.999 |
|      | 75.  | ブレチラクロール     | 16.35 | 162 → 147 | -15        | 0.001  | 0.996 |
|      | 76.  | トリシクラゾール     | 16.46 | 189 → 162 | -15        | 0.010  | 0.995 |
|      | 77.  | チフルザミド       | 16.48 | 194 → 166 | -10        | 0.001  | 0.998 |
|      | 78.  | pp'-DDE      | 16.50 | 246 → 176 | -25        | <0.001 | 1.000 |
|      | 79.  | ウニコナゾール P    | 16.51 | 234 → 137 | -20        | 0.001  | 0.998 |
|      | 80.  | ミクロブタニル      | 16.56 | 179 → 152 | -10        | 0.002  | 0.996 |
|      | 81.  | フルシラゾール      | 16.59 | 233 → 165 | -20        | 0.001  | 0.999 |
|      | 82.  | クレソキシムメチル    | 16.60 | 206 → 116 | -7         | 0.001  | 0.998 |
|      | 83.  | op'-DDD      | 16.63 | 235 → 165 | -25        | <0.001 | 1.000 |
|      | 84.  | ディルドリン       | 16.65 | 263 → 193 | -30        | 0.003  | 0.994 |
|      | 85.  | シプロコナゾール     | 16.92 | 222 → 82  | -15        | 0.002  | 0.998 |
|      | 86.  | フェノキサニル      | 16.93 | 189 → 125 | -15        | 0.001  | 0.999 |
|      | 87.  | ビリミノバックメチル-Z | 17.06 | 302 → 256 | -15        | <0.001 | 1.000 |
|      | 88.  | エンドリン        | 17.06 | 281 → 209 | -20        | 0.003  | 0.998 |
|      | 89.  | クロロベンジレート    | 17.12 | 251 → 139 | -20        | <0.001 | 0.999 |
|      | 90.  | フェンスルホチオン    | 17.15 | 293 → 125 | -12        | 0.001  | 0.999 |
|      | 91.  | pp'-DDD      | 17.31 | 235 → 165 | -25        | <0.001 | 0.994 |
|      | 92.  | op'-DDT      | 17.38 | 235 → 165 | -25        | 0.001  | 0.998 |
|      | 93.  | メブロニル        | 17.53 | 119 → 91  | -11        | 0.002  | 0.998 |
|      | 94.  | トリアゾホス       | 17.57 | 161 → 106 | -15        | 0.001  | 0.996 |
| Gr.5 | 95.  | ビリミノバックメチル-E | 17.87 | 302 → 256 | -15        | <0.001 | 0.999 |
|      | 96.  | エディフェンホス     | 17.88 | 173 → 108 | -15        | 0.003  | 0.997 |
|      | 97.  | ビラフルフェンエチル   | 17.90 | 412 → 349 | -12        | 0.001  | 0.997 |
|      | 98.  | レナシル         | 17.94 | 153 → 136 | -11        | 0.001  | 0.999 |
|      | 99.  | プロピコナゾール     | 17.97 | 259 → 191 | -10        | 0.002  | 0.996 |
|      | 100. | pp'-DDT      | 18.03 | 235 → 165 | -25        | 0.001  | 0.995 |
|      | 101. | テニルクロール      | 18.20 | 127 → 59  | -11        | 0.001  | 0.999 |
|      | 102. | ジフルフェニカン     | 18.26 | 266 → 218 | -30        | 0.001  | 0.999 |
|      | 103. | テブコナゾール      | 18.28 | 250 → 125 | -15        | 0.003  | 0.997 |
|      | 104. | ビリブチカルブ      | 18.60 | 165 → 108 | -10        | <0.001 | 0.996 |
|      | 105. | ビフェントリン      | 18.86 | 181 → 166 | -10        | <0.001 | 0.998 |
|      | 106. | EPN          | 18.92 | 157 → 110 | -11        | 0.002  | 0.995 |
|      | 107. | エトキサゾール      | 19.02 | 300 → 270 | -20        | <0.001 | 0.999 |
|      | 108. | フェンプロパトリン    | 19.06 | 181 → 152 | -11        | 0.002  | 0.996 |
|      | 109. | ビフェノックス      | 19.21 | 341 → 310 | -11        | 0.001  | 0.993 |
| Gr.6 | 110. | ホサロン         | 19.56 | 182 → 111 | -11        | 0.001  | 0.997 |
|      | 111. | シハロホップブチル    | 19.72 | 256 → 91  | -15        | 0.001  | 0.999 |
|      | 112. | メフェナセット      | 19.79 | 192 → 136 | -10        | 0.001  | 0.996 |
|      | 113. | シハロトリン       | 19.83 | 197 → 141 | -5         | 0.007  | 0.995 |
|      | 114. | アクリナトリン      | 19.98 | 289 → 93  | -10        | 0.001  | 1.000 |
|      | 115. | フェナリモル       | 20.10 | 139 → 111 | -25        | 0.001  | 1.000 |
|      | 116. | ビラクロホス       | 20.34 | 360 → 194 | -10        | 0.001  | 0.999 |
|      | 117. | ビテルタノール      | 20.61 | 170 → 141 | -11        | 0.006  | 0.996 |

表 1 続き

| グループ | No.  | 農薬名          | 保持時間<br>(min) | 測定条件             |                   | 定量下限<br>(ppm) | 相関係数  |
|------|------|--------------|---------------|------------------|-------------------|---------------|-------|
|      |      |              |               | モニターイオン<br>(m/z) | コリジョンエネルギー<br>(V) |               |       |
|      | 118. | cis-ベルメトリン   | 20.66         | 183 → 115        | -25               | 0.002         | 0.997 |
|      | 119. | trans-ベルメトリン | 20.80         | 183 → 115        | -25               | 0.003         | 0.999 |
|      | 120. | ピリダベン        | 20.85         | 309 → 147        | -15               | 0.002         | 0.996 |
|      | 121. | カフェンストロール    | 21.13         | 100 → 72         | -10               | 0.001         | 0.996 |
|      | 122. | シフルトリン       | 21.32         | 163 → 91         | -15               | 0.006         | 0.998 |
|      | 123. | ハルフェンプロックス   | 21.62         | 263 → 129        | -25               | <0.001        | 0.997 |
|      | 124. | シベルメトリン      | 21.63         | 163 → 127        | -10               | 0.002         | 0.995 |
|      | 125. | ボスカリド        | 21.63         | 342 → 140        | -15               | 0.001         | 0.995 |
|      | 126. | フルシトリネート     | 21.70         | 199 → 157        | -10               | 0.002         | 0.999 |
|      | 127. | ピリミジフェン      | 22.32         | 184 → 169        | -30               | 0.002         | 0.997 |
|      | 128. | フルミオキサジン     | 22.51         | 354 → 176        | -15               | 0.006         | 0.997 |
|      | 129. | フェンバレレート     | 22.55         | 167 → 125        | -15               | 0.002         | 0.997 |
|      | 130. | フルバリネート      | 22.67         | 250 → 200        | -25               | 0.003         | 0.998 |
|      | 131. | ジフェノコナゾール    | 23.14         | 323 → 265        | -20               | 0.003         | 0.995 |
|      | 132. | デルタメトリン      | 23.55         | 253 → 172        | -10               | 0.003         | 0.993 |

### 3. 添加回収試験

玄米，大豆，ほうれんそう及びオレンジに各農薬を 100ng/g 添加し回収試験を行った結果を表 2 示す．回収率が 70 ～ 120%と良好に回収されたものは，玄米で 117 農薬，大豆で 111 農薬，ほうれんそうで 111 農薬，オレ

ンジで 121 農薬であった．また，すべての農産物で 50% 以上回収されたものは 122 農薬で，これらの相対標準偏差(RSD)は 20%未満であった．なお，いずれの農薬についても定量に支障を与えるような夾雑ピークはほとんど見られなかった．

表 2 添加回収試験結果

| No. | 農薬名         | 回収率(%)       |              |             |              | 判定  |
|-----|-------------|--------------|--------------|-------------|--------------|-----|
|     |             | 玄米           | 大豆           | ほうれんそう      | オレンジ         |     |
| 1.  | ジクロロボス      | 43.9 (14.6)  | 29.9 (21.8)  | 20.2 (29.2) | 22.4 (28.2)  | C   |
| 2.  | オキサジクロメホン   | 42.0 (35.4)  | 40.2 (13.9)  | 69.3 (16.1) | 90.7 ( 7.9)  | C   |
| 3.  | イソプロカルブ     | 87.7 ( 4.8)  | 88.0 ( 1.9)  | 72.4 ( 1.4) | 93.4 ( 7.0)  | A   |
| 4.  | フェノプロカルブ    | 92.6 ( 4.2)  | 92.6 ( 2.2)  | 78.2 ( 1.3) | 94.9 ( 1.4)  | A   |
| 5.  | エトプロホス      | 85.4 ( 5.5)  | 87.8 ( 1.8)  | 77.7 ( 1.8) | 90.1 ( 4.9)  | A   |
| 6.  | クロルプロファム    | 80.8 ( 2.0)  | 63.0 ( 2.1)  | 88.7 ( 5.3) | 68.5 ( 3.3)  | B-2 |
| 7.  | トリフルラリン     | 82.0 ( 5.2)  | 72.1 ( 5.9)  | 70.9 ( 0.8) | 82.3 ( 2.0)  | A   |
| 8.  | ペンダイオカルブ    | 102.2 ( 4.9) | 103.4 ( 2.0) | 77.0 ( 7.0) | 107.2 ( 1.1) | A   |
| 9.  | ベンシクロン      | 65.0 ( 9.7)  | 53.7 ( 4.3)  | 64.9 (12.4) | 25.7 ( 4.4)  | C   |
| 10. | α-BHC       | 74.9 ( 6.6)  | 67.6 ( 4.5)  | 68.1 ( 3.7) | 72.3 ( 4.4)  | B-2 |
| 11. | チオメトン       | 53.4 (35.7)  | 19.0 (23.7)  | 36.0 (10.4) | 80.6 ( 5.7)  | C   |
| 12. | デスメディファム    | 116.8 (10.5) | 113.3 ( 1.9) | 82.2 ( 7.3) | 118.8 ( 4.9) | A   |
| 13. | トリフルミゾール代謝物 | 100.9 ( 5.0) | 99.1 ( 4.9)  | 94.7 ( 2.1) | 106.9 ( 5.6) | A   |
| 14. | β-BHC       | 91.5 ( 5.7)  | 82.9 ( 3.6)  | 79.7 ( 2.9) | 84.9 ( 1.1)  | A   |
| 15. | γ-BHC       | 79.7 ( 5.3)  | 74.9 ( 2.7)  | 75.3 ( 1.3) | 76.5 ( 4.7)  | A   |
| 16. | テルブホス       | 87.9 ( 6.6)  | 71.6 ( 2.3)  | 75.5 ( 1.4) | 83.7 ( 3.8)  | A   |
| 17. | ダイアジノン      | 92.6 ( 2.9)  | 90.2 ( 2.1)  | 82.7 ( 3.2) | 88.6 ( 2.6)  | A   |
| 18. | ピリメタニル      | 93.0 ( 5.9)  | 92.4 ( 1.7)  | 82.5 ( 2.6) | 93.7 ( 3.8)  | A   |
| 19. | クロロタロニル     | 19.5 (16.0)  | 40.5 ( 3.1)  | 15.9 (11.7) | 23.0 (57.6)  | C   |
| 20. | ターバシル       | 108.0 ( 6.3) | 117.2 ( 2.8) | 92.2 ( 4.9) | 114.9 ( 3.6) | A   |
| 21. | テフルトリン      | 92.0 ( 2.4)  | 81.3 ( 2.6)  | 83.3 ( 1.3) | 91.2 ( 0.6)  | A   |
| 22. | エトリムホス      | 88.8 ( 5.6)  | 84.2 ( 2.2)  | 83.0 ( 0.9) | 92.2 ( 1.2)  | A   |
| 23. | δ-BHC       | 78.8 ( 4.8)  | 76.4 ( 3.4)  | 75.9 ( 6.6) | 74.6 ( 9.8)  | A   |
| 24. | ピリミカルブ      | 92.2 (10.0)  | 93.1 ( 1.7)  | 83.1 ( 3.2) | 98.5 ( 3.0)  | A   |
| 25. | ジメテナミド      | 102.2 ( 7.5) | 99.2 ( 0.5)  | 86.2 ( 1.2) | 95.9 ( 1.5)  | A   |
| 26. | クロルピリホスメチル  | 85.3 ( 9.7)  | 82.2 ( 6.5)  | 84.4 ( 2.9) | 91.8 ( 8.7)  | A   |
| 27. | パラチオンメチル    | 94.3 ( 4.7)  | 92.8 ( 1.4)  | 83.4 ( 3.3) | 94.8 ( 2.9)  | A   |
| 28. | アラクロール      | 92.5 ( 7.2)  | 96.9 ( 1.6)  | 87.3 ( 2.8) | 93.9 ( 2.8)  | A   |
| 29. | トルクロホスメチル   | 90.0 ( 4.7)  | 81.6 ( 2.8)  | 83.8 ( 2.9) | 85.8 ( 2.7)  | A   |
| 30. | シメトリン       | 102.2 ( 5.0) | 98.6 ( 1.2)  | 85.3 ( 3.0) | 100.4 ( 3.9) | A   |
| 31. | ヘブタクロル      | 83.7 (15.3)  | 62.9 ( 6.6)  | 71.0 ( 7.0) | 76.3 ( 4.3)  | B-2 |
| 32. | ピリミホスメチル    | 94.4 ( 3.5)  | 87.8 ( 2.4)  | 85.5 ( 2.3) | 92.1 ( 2.3)  | A   |
| 33. | フェニトロチオン    | 90.8 ( 5.7)  | 90.5 ( 6.0)  | 83.4 ( 2.4) | 93.5 ( 2.5)  | A   |
| 34. | ジクロフルアニド    | 8.1 (23.6)   | 21.1 (28.5)  | 20.0 (26.3) | 86.8 ( 2.8)  | C   |
| 35. | 馬拉チオン       | 91.3 ( 6.4)  | 89.0 ( 2.3)  | 82.3 ( 0.8) | 97.9 ( 1.7)  | A   |
| 36. | エスプロカルブ     | 91.3 ( 5.0)  | 82.7 ( 2.7)  | 80.0 ( 0.6) | 88.8 ( 3.4)  | A   |
| 37. | メトラクロール     | 88.7 ( 5.5)  | 88.6 ( 1.7)  | 81.4 ( 1.2) | 90.3 ( 2.8)  | A   |

表 2 続き

| No.  | 農薬名          | 回収率(%)       |              |              |              | 判定  |
|------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|-----|
|      |              | 玄米           | 大豆           | ほうれんそう       | オレンジ         |     |
| 38.  | ジエトフェンカルブ    | 97.3 ( 8.7)  | 94.7 ( 1.7)  | 83.6 ( 3.7)  | 95.8 ( 2.0)  | A   |
| 39.  | クロルピリホス      | 83.1 ( 8.0)  | 76.2 ( 3.8)  | 79.1 ( 4.1)  | 96.4 (10.2)  | A   |
| 40.  | ジメチルビンホス     | 95.2 ( 7.4)  | 92.0 ( 1.7)  | 84.5 ( 2.4)  | 96.1 ( 2.9)  | A   |
| 41.  | チオベンカルブ      | 84.0 ( 6.2)  | 80.6 ( 1.6)  | 76.9 ( 3.6)  | 85.1 ( 1.6 ) | A   |
| 42.  | シアナジン        | 90.3 ( 8.3)  | 89.7 ( 2.1)  | 77.1 ( 6.6)  | 90.2 ( 7.3)  | A   |
| 43.  | フェンチオン       | 78.5 ( 7.5)  | 62.7 ( 8.2)  | 71.6 ( 2.7)  | 86.1 ( 1.8)  | B-2 |
| 44.  | アルドリノ        | 73.4 ( 8.6)  | 52.1 ( 4.3)  | 71.7 ( 5.1)  | 74.7 ( 6.5)  | B-2 |
| 45.  | ジコホール        | 89.6 ( 6.4)  | 85.5 ( 4.3)  | 81.9 ( 1.9)  | 94.1 ( 4.4)  | A   |
| 46.  | パラチオン        | 90.7 ( 6.3)  | 89.2 ( 1.3)  | 83.0 ( 1.4)  | 94.5 ( 4.0)  | A   |
| 47.  | テトラコナゾール     | 104.4 ( 9.4) | 98.1 ( 0.8)  | 84.3 ( 4.4)  | 104.5 ( 4.3) | A   |
| 48.  | ホスチアゼート      | 110.8 ( 9.6) | 109.4 ( 2.4) | 96.3 ( 6.5)  | 113.8 ( 7.3) | A   |
| 49.  | α-クロルフェンビンホス | 97.5 ( 7.1)  | 94.1 ( 2.1)  | 88.3 ( 6.2)  | 99.8 ( 3.0)  | A   |
| 50.  | ペンディメタリン     | 78.8 ( 6.6)  | 73.0 ( 4.3)  | 78.3 ( 3.2)  | 82.9 ( 3.8)  | A   |
| 51.  | フィプロニル       | 90.8 ( 7.0)  | 84.3 ( 1.2)  | 72.9 ( 7.6)  | 80.8 ( 5.4)  | A   |
| 52.  | シプロジニル       | 91.6 ( 7.9)  | 83.5 ( 1.8)  | 78.6 ( 3.5)  | 88.4 ( 4.6)  | A   |
| 53.  | ペンコナゾール      | 103.8 ( 6.5) | 93.5 ( 5.0)  | 84.0 ( 3.8)  | 106.4 ( 3.6) | A   |
| 54.  | イソフェンホス      | 88.8 ( 7.7)  | 84.3 ( 1.3)  | 80.0 ( 5.1)  | 93.0 ( 2.2)  | A   |
| 55.  | ピリフェノックス-Z   | 94.8 ( 5.9)  | 94.8 ( 3.9)  | 78.4 ( 5.7)  | 92.0 ( 7.0)  | A   |
| 56.  | β-クロルフェンビンホス | 95.1 ( 9.0)  | 91.3 ( 4.1)  | 82.5 ( 5.7)  | 104.2 ( 4.2) | A   |
| 57.  | ヘプタクロルエボキシド  | 80.1 ( 6.5)  | 70.5 ( 3.6)  | 71.7 ( 3.7)  | 81.2 ( 2.8)  | A   |
| 58.  | フェントエート      | 91.9 ( 9.5)  | 81.4 ( 3.2)  | 78.5 ( 1.1)  | 88.2 ( 3.3)  | A   |
| 59.  | ジクロシメット      | 95.5 ( 6.0)  | 88.0 ( 2.0)  | 80.2 ( 6.3)  | 99.9 ( 5.6)  | A   |
| 60.  | キナルホス        | 95.6 ( 8.5)  | 84.0 ( 2.4)  | 80.2 ( 1.9)  | 83.6 ( 3.1)  | A   |
| 61.  | プロシミドン       | 89.8 ( 6.6)  | 85.0 ( 3.2)  | 81.4 ( 5.6)  | 86.7 ( 1.7)  | A   |
| 62.  | トリアジメノール     | 118.3 ( 6.6) | 109.9 ( 2.5) | 94.3 ( 7.9)  | 117.6 ( 5.5) | A   |
| 63.  | トリフルミゾール     | 104.3 ( 8.9) | 95.1 ( 3.1)  | 85.2 ( 4.2)  | 101.2 ( 5.2) | A   |
| 64.  | キャプタン        | 10.9 ( 9.5)  | 21.2 (26.5)  | 0.0 ( - )    | 111.6 (10.9) | C   |
| 65.  | ピリフェノックス-E   | 99.2 ( 7.7)  | 100.7 ( 2.2) | 90.0 ( 5.1)  | 101.5 ( 3.0) | A   |
| 66.  | op'-DDE      | 80.0 ( 5.8)  | 63.2 ( 3.8)  | 77.8 ( 4.7)  | 82.1 ( 2.4)  | B-2 |
| 67.  | キノメチオネート     | 2.9 ( 6.9)   | 5.3 ( 1.3)   | 3.6 (32.6)   | 6.3 (46.2)   | C   |
| 68.  | ブタクロール       | 97.6 ( 9.0)  | 87.2 ( 2.2)  | 86.4 ( 2.1)  | 91.4 ( 4.3)  | A   |
| 69.  | バクロブトラゾール    | 112.7 ( 6.7) | 97.8 ( 3.4)  | 100.2 ( 7.9) | 116.0 ( 3.5) | A   |
| 70.  | ブタミホス        | 91.4 ( 7.9)  | 83.5 ( 3.0)  | 88.7 ( 4.1)  | 91.0 ( 4.2)  | A   |
| 71.  | フルトラニル       | 117.7 ( 6.4) | 103.7 ( 2.0) | 86.0 ( 7.5)  | 100.8 ( 5.0) | A   |
| 72.  | フルジオキサニル     | 101.3 ( 6.9) | 93.4 ( 2.9)  | 77.3 (10.9)  | 97.5 ( 6.1)  | A   |
| 73.  | ヘキサコナゾール     | 109.8 ( 8.3) | 96.0 ( 3.8)  | 87.1 (13.9)  | 146.8 ( 8.1) | B-1 |
| 74.  | プロチオホス       | 85.8 ( 9.1)  | 71.8 ( 1.5)  | 79.8 ( 3.3)  | 93.0 ( 4.2)  | A   |
| 75.  | プレチラクロール     | 95.3 ( 5.0)  | 87.7 ( 4.6)  | 80.5 ( 5.8)  | 96.6 ( 2.3)  | A   |
| 76.  | トリシクラゾール     | 110.8 ( 6.0) | 94.3 ( 3.0)  | 73.5 ( 6.2)  | 104.4 ( 7.2) | A   |
| 77.  | チフルザミド       | 100.3 ( 6.6) | 89.4 ( 1.1)  | 80.4 ( 8.4)  | 18.9 (11.2)  | C   |
| 78.  | pp'-DDE      | 79.3 ( 7.2)  | 57.4 ( 1.4)  | 75.3 ( 4.9)  | 81.7 ( 3.9)  | B-2 |
| 79.  | ウニコナゾール P    | 116.5 ( 6.4) | 95.9 ( 2.8)  | 90.6 (11.1)  | 101.1 ( 4.6) | A   |
| 80.  | ミクロブタニル      | 111.9 (10.5) | 92.5 ( 3.2)  | 86.1 ( 9.3)  | 113.5 ( 2.7) | A   |
| 81.  | フルシラゾール      | 105.1 ( 6.2) | 98.7 ( 2.6)  | 82.5 (14.8)  | 113.9 ( 6.5) | A   |
| 82.  | クレソキシムメチル    | 94.4 ( 3.7)  | 88.2 ( 2.1)  | 79.5 ( 8.8)  | 95.2 ( 5.0)  | A   |
| 83.  | op'-DDD      | 80.8 ( 5.4)  | 69.2 ( 2.6)  | 73.0 ( 6.0)  | 80.1 ( 3.3)  | B-2 |
| 84.  | ディルドリン       | 82.2 (11.0)  | 73.6 ( 1.4)  | 75.9 ( 6.7)  | 84.7 ( 3.3)  | A   |
| 85.  | シプロコナゾール     | 111.6 ( 6.0) | 100.6 ( 4.9) | 81.0 (15.4)  | 117.9 (10.7) | A   |
| 86.  | フェノキサニル      | 102.4 ( 5.2) | 96.3 ( 6.1)  | 77.2 ( 9.0)  | 96.0 ( 5.0)  | A   |
| 87.  | ピリミノバックメチル-Z | 97.2 ( 6.0)  | 95.0 ( 0.9)  | 81.6 ( 7.2)  | 91.7 ( 4.3)  | A   |
| 88.  | エンドリン        | 90.9 ( 7.8)  | 81.4 ( 3.8)  | 84.4 ( 9.3)  | 102.2 ( 6.9) | A   |
| 89.  | クロロベンジレート    | 98.6 ( 4.7)  | 89.3 ( 1.4)  | 79.0 ( 8.8)  | 90.6 ( 2.7)  | A   |
| 90.  | フェンスルホチオン    | 112.5 ( 7.7) | 104.8 ( 5.0) | 88.3 (11.1)  | 110.4 ( 4.6) | A   |
| 91.  | pp'-DDD      | 87.5 ( 7.9)  | 70.2 ( 2.3)  | 71.3 ( 8.8)  | 81.1 ( 3.6)  | A   |
| 92.  | op'-DDT      | 90.3 ( 5.2)  | 63.8 ( 2.0)  | 83.5 ( 8.7)  | 92.5 ( 9.0)  | B-2 |
| 93.  | メプロニル        | 122.3 ( 6.9) | 98.2 ( 2.3)  | 76.1 (10.2)  | 101.7 ( 1.2) | B-1 |
| 94.  | トリアゾホス       | 110.3 ( 6.3) | 97.0 ( 6.3)  | 77.5 (11.7)  | 102.6 ( 4.1) | A   |
| 95.  | ピリミノバックメチル-E | 107.4 ( 8.0) | 98.8 ( 1.9)  | 81.7 (10.2)  | 96.6 ( 3.7)  | A   |
| 96.  | エディフェンホス     | 121.3 ( 3.4) | 104.7 ( 4.3) | 78.3 (17.5)  | 101.7 ( 6.3) | B-1 |
| 97.  | ピラフルフェンエチル   | 106.0 ( 5.1) | 96.4 ( 2.6)  | 73.6 (12.9)  | 88.2 ( 4.6)  | A   |
| 98.  | レナシル         | 128.5 ( 8.8) | 106.4 ( 4.4) | 80.4 (13.1)  | 103.9 ( 4.1) | B-1 |
| 99.  | プロピコナゾール     | 119.6 ( 8.7) | 105.6 ( 1.7) | 85.3 (14.6)  | 106.0 ( 8.5) | A   |
| 100. | pp'-DDT      | 95.7 ( 6.0)  | 71.9 ( 2.4)  | 75.7 ( 6.5)  | 96.5 ( 4.6)  | A   |
| 101. | テニルクロール      | 111.0 ( 4.6) | 103.5 ( 2.9) | 82.1 (12.1)  | 95.4 ( 4.8)  | A   |
| 102. | ジフルフェニカン     | 101.9 ( 4.7) | 93.0 ( 1.2)  | 79.2 (10.8)  | 95.5 ( 7.7)  | A   |
| 103. | テブコナゾール      | 118.2 ( 8.9) | 102.9 ( 3.0) | 86.7 (11.2)  | 109.2 ( 5.0) | A   |
| 104. | ピリブチカルブ      | 103.3 ( 3.7) | 85.9 ( 1.1)  | 74.5 (10.4)  | 89.5 ( 4.5)  | A   |

表 2 続き

| No.              | 農薬名          | 回収率(%)       |              |              |              | 判定     |
|------------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------|
|                  |              | 玄米           | 大豆           | ほうれんそう       | オレンジ         |        |
| 105.             | ピフェントリン      | 106.4 ( 7.5) | 75.3 ( 1.3)  | 76.9 ( 8.8)  | 95.2 ( 4.4)  | A      |
| 106.             | EPN          | 112.1 ( 4.4) | 87.7 ( 3.6)  | 79.6 (11.6)  | 103.4 ( 5.9) | A      |
| 107.             | エトキサゾール      | 83.5 ( 4.2)  | 79.5 ( 2.9)  | 73.2 (11.7)  | 86.6 ( 4.1)  | A      |
| 108.             | フェンプロパトリン    | 95.6 ( 4.0)  | 79.7 ( 2.7)  | 81.6 ( 7.0)  | 86.3 ( 6.8)  | A      |
| 109.             | ピフェノックス      | 104.5 ( 5.5) | 87.3 ( 3.9)  | 83.2 (12.4)  | 98.5 ( 5.6)  | A      |
| 110.             | ホサロン         | 110.7 ( 5.7) | 92.4 ( 1.0)  | 76.1 (10.8)  | 97.3 ( 4.2)  | A      |
| 111.             | シハロホップブチル    | 107.8 ( 7.4) | 97.1 ( 2.4)  | 79.1 (15.5)  | 97.5 ( 4.8)  | A      |
| 112.             | メフェナセット      | 114.3 ( 3.2) | 102.2 ( 1.1) | 77.0 (12.8)  | 107.1 ( 6.7) | A      |
| 113.             | シハロトリン       | 98.9 ( 9.5)  | 82.8 ( 4.6)  | 66.3 (11.1)  | 64.0 ( 8.6)  | B-2    |
| 114.             | アクリナトリン      | 88.6 ( 5.6)  | 75.5 ( 2.0)  | 62.0 (19.0)  | 58.4 ( 5.8)  | B-2    |
| 115.             | フェナリモル       | 111.5 ( 4.7) | 90.8 ( 1.3)  | 72.1 (14.1)  | 95.8 ( 6.0)  | A      |
| 116.             | ピラクロホス       | 134.0 ( 6.0) | 114.3 ( 1.9) | 85.7 (15.7)  | 112.8 ( 3.5) | B-1    |
| 117.             | ピテルタノール      | 207.9 ( 1.9) | 153.4 ( 4.0) | 123.9 (10.3) | 150.4 ( 4.3) | B-1    |
| 118.             | cis-ベルメトリン   | 106.6 ( 6.1) | 80.0 ( 9.0)  | 81.9 (10.2)  | 102.9 ( 2.9) | A      |
| 119.             | trans-ベルメトリン | 112.8 ( 5.7) | 77.4 ( 4.6)  | 73.1 (11.9)  | 99.9 ( 1.1)  | A      |
| 120.             | ピリダベン        | 98.0 ( 3.3)  | 80.6 ( 1.5)  | 72.4 (8.8)   | 94.9 ( 7.2)  | A      |
| 121.             | カフェンストロール    | 118.8 ( 7.4) | 94.6 ( 4.4)  | 72.9 (15.5)  | 101.0 ( 2.9) | A      |
| 122.             | シフルトリン       | 119.6 ( 4.9) | 99.3 ( 4.2)  | 66.2 (11.3)  | 89.1 ( 3.2)  | B-2    |
| 123.             | ハルフェンブロックス   | 90.0 (10.6)  | 64.4 ( 1.7)  | 61.9 (15.1)  | 87.1 ( 6.3)  | B-2    |
| 124.             | シベルメトリン      | 97.3 ( 6.3)  | 79.0 ( 4.1)  | 58.7 (14.1)  | 100.6 ( 4.1) | B-2    |
| 125.             | ボスカリド        | 108.8 ( 6.2) | 93.4 ( 3.6)  | 70.1 (15.0)  | 85.2 ( 5.7)  | A      |
| 126.             | フルシトリネート     | 94.3 ( 8.3)  | 83.2 ( 1.8)  | 60.1 (16.0)  | 86.3 ( 5.8)  | B-2    |
| 127.             | ピリミジフェン      | 36.6 (12.4)  | 34.3 (25.1)  | 59.3 (11.3)  | 85.5 ( 7.0)  | C      |
| 128.             | フルミオキサジン     | 100.5 (10.3) | 79.0 ( 3.4)  | 62.3 (11.5)  | 95.4 ( 5.8)  | B-2    |
| 129.             | フェンバレレート     | 99.5 ( 7.8)  | 76.7 ( 1.5)  | 58.9 (14.0)  | 86.5 ( 7.5)  | B-2    |
| 130.             | フルバリネート      | 93.3 (10.6)  | 72.6 ( 0.9)  | 55.9 (12.4)  | 74.4 (12.2)  | B-2    |
| 131.             | ジフェノコナゾール    | 120.3 ( 6.7) | 95.9 ( 3.1)  | 75.9 (11.1)  | 119.4 ( 2.4) | B-1    |
| 132.             | デルタメトリン      | 99.3 (13.1)  | 67.9 ( 0.6)  | 50.7 (18.6)  | 60.4 (19.9)  | B-2    |
| 70%以上 120%以下の農薬数 |              | 117          | 111          | 111          | 121          | 96( 1) |
| 120%を超える農薬数      |              | 6            | 1            | 1            | 2            | 7( 2)  |
| 50%以上 70%未満の農薬数  |              | 2            | 12           | 14           | 4            | 19( 3) |
| 50%に満たない農薬数      |              | 7            | 8            | 6            | 5            | 10( 4) |

1)数値は n=3 の平均

2) ( ) の数値は相対標準偏差 (RSD)

3)判定は次の基準で示した

A : いずれの農産物においても回収率が 70 ~ 120% , B-1 : いずれかの農産物で回収率が 120%を超える ,

B-2 : いずれかの農産物で回収率が 50 ~ 70% , C : いずれかの農産物で回収率が 50%に満たない

4) 1 : A の数 , 2 : B-1 の数 , 3 : B-2 の数 , 4 : C の数

## まとめ

残留基準が設定されている 132 種類の農薬について , GC/MS/MS を用いた農産物中の一斉分析法を検討した . 定量下限が一律基準 (0.01ppm) を満足し , 玄米 , 大豆 , ほうれんそう及びオレンジのすべてで 50%以上の回収率が得られたものは 122 農薬であった . 定量に支障を与えるような試料由来の夾雑ピークはほとんど見られずピークの判定が容易であるため , データ処理や確認試験に

要する時間を短縮することができた . よって本法はポジティブリスト制に対応したスクリーニング法として有用であると考えられる .

## 文 献

1)厚生労働省通知食安発第 0124001 号 : 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 , 平成 17 年 1 月 24 日