

GC/MS/MS による農産物中の残留農薬の一斉分析 ()

畑野和広・久保記久子

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 ()

Kazuhiro HATANO and Kikuko KUBO

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

要約

ポジティブリスト制の導入に伴い新たに暫定基準として設定された農薬について 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/アミノプロピルミニカラムで精製し調製した。85 農薬について定量下限を検討した結果、一律基準である 0.01ppm を満足するものは 82 農薬であった。玄米、大豆、トマトおよびオレンジに各農薬を 0.10ppm 添加し回収試験を行った結果、回収率が 70 ~ 120% の範囲であったものは玄米で 77 農薬、大豆で 66 農薬、トマトで 78 農薬、オレンジで 71 農薬であった。また、すべての農産物で回収率が 50% 以上であったものは 81 農薬で、これらの相対標準偏差(RSD)は概ね 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

平成 18 年 5 月 29 日にポジティブリスト制が導入され、新たに多くの農薬について暫定基準が設定された。これに伴い厚生労働省は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) による一斉分析法を通知した¹⁾。

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である 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。

近年、GC/MS (SIM) に比べてより選択性があり相対

感度が高く得られるガスクロマトグラフ/タンデム質量分析計 (GC/MS/MS) を用いた選択反応検出法 (SRM) が普及してきた。著者らも同検出法を用いて残留基準が設定されている 132 農薬について、農産物中の一斉分析法を検討しその結果を既に報告している²⁾。

今回、ポジティブリスト制の導入に伴い新たに暫定基準として設定された 85 農薬について、同様に GC/MS/MS 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、トマトおよびオレンジを用いた。

2. 試薬等

標準原液：関東化学（株）製 残留農薬混合標準液 31（10mg/L，アセトン/n-ヘキサン(1:1)）を使用した。

標準溶液：標準原液をアセトン/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 およ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/NH₂) ミニカラム：SUPELCO 社製 Envi-Carb/LC-NH₂ (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¹⁾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 に示す。

5. 試験溶液の調製

通知法¹⁾に基づき次のとおり行った。

1) 抽出

(1) 玄米および大豆

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した後，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 および 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) トマトおよびオレンジ

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てろ過した後，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 および 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/NH₂ 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/n-ヘキサン(1:1)混液 1mL(トマトおよびオレンジは 2mL)に溶かして試験溶液とした。

実験結果および考察

1. GC/MS/MS条件の検討

電子イオン化(EI)により各農薬を SCAN モードで測定し， m/z 100 より大きいイオンで，最も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 PRODUCT SCAN モードでコリジョンエネルギーを-5 ~ -45eV の範囲で変化させ測定し，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た。なお，モニターイオンは検出感度を上げるため保持時間の違いにより 6 つのグループに区切って測定した。各農薬の保持時間および測定条件を表 1

に示す。

量下限は表 1 に示すとおり<0.001 ~ 0.29ppm であり、一律基準である 0.01ppm を満足するものは 82 農薬であった。

2. 定量下限および検量線

GC/MS/MS に標準溶液 2 μ 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。検討した 85 農薬の定

各農薬の検量線は 0.02, 0.05, 0.1, 0.15, 0.2, 0.5 μ g/mL の濃度で相関係数は 0.988 ~ 1.000 と概ね良好な直線性を示した。

表 1 各農薬の保持時間、測定条件、定量下限および検量線の相関係数

グループ	No.	農薬名	保持時間 (min)	測定条件			定量下限 (ppm)	相関係数
				モニターイオン (m/z)	コリジョンエネルギー (eV)			
Gr.1	1.	XMC	10.20	122	107	-25	0.003	1.000
	2.	テクナゼン	10.58	261	203	-15	<0.001	0.999
	3.	プロボキスル	10.71	152	110	-10	<0.001	0.999
	4.	プロバクロー	10.73	176	92	-20	0.003	1.000
	5.	ベンフルラリン	11.34	292	206	-15	<0.001	1.000
	6.	モノクロトホス	11.50	127	109	-20	0.004	1.000
	7.	ジクロラン	12.06	206	176	-20	0.010	0.998
	8.	カルボフラン	12.14	164	149	-15	<0.001	0.999
	9.	シマジ	12.17	201	173	-10	0.005	0.999
	10.	アトラジン	12.26	215	173	-10	0.003	0.999
	11.	クロマゾン	12.36	204	107	-35	<0.001	0.999
	12.	キントゼン	12.39	249	214	-15	<0.001	1.000
	13.	シアノホス	12.56	243	109	-10	0.001	0.997
	14.	プロピザミド	12.61	173	145	-20	<0.001	0.999
Gr.2	15.	イサゾホス	12.95	161	119	-25	0.007	0.999
	16.	トリアレート	13.06	268	226	-15	0.002	1.000
	17.	イプロベンホス	13.22	204	91	-10	<0.001	1.000
	18.	ベノキサコール	13.30	259	120	-15	<0.001	0.999
	19.	ホスファミドン	13.46	264	127	-10	0.003	1.000
	20.	プロパニル	13.52	161	99	-30	0.003	0.998
	21.	アセトクロール	13.60	146	130	-20	0.003	0.999
	22.	クホルピリホスメチル	13.64	286	241	-30	<0.001	0.999
	23.	プロモブチド	13.65	232	176	-15	0.002	0.995
	24.	ピンクロゾリン	13.70	212	172	-20	0.001	0.999
	25.	アメトリン	13.92	227	170	-15	0.001	1.000
	26.	メタラキシル	13.93	206	162	-10	0.003	0.998
	27.	プロメトリン	13.98	241	199	-10	0.001	1.000
	Gr.3	28.	エトフメセート	14.29	207	137	-15	0.002
29.		プロマシル	14.30	205	132	-30	0.003	0.992
30.		キノクラミン	14.53	207	172	-15	<0.001	0.992
31.		クホルタルジメチル	14.67	301	223	-20	<0.001	0.999
32.		フェンプロピモルフ	14.71	128	70	-25	<0.001	1.000
33.		トリアジメホン	14.78	208	181	-10	0.002	0.999
34.		ニトロタルイソプロピル	14.84	236	194	-15	0.003	0.999
35.		フサライド	14.96	243	144	-35	<0.001	0.998
36.		プロモホス	15.01	331	286	-30	<0.001	0.999
37.		ジフェナミド	15.02	239	167	-25	0.004	0.998
Gr.4	38.	ジメタメトリン	15.33	212	94	-20	0.001	0.992
	39.	アレスリン	15.48	123	81	-10	0.022	- - -
	40.	ジメピベレート	15.65	145	112	-20	0.005	0.992
	41.	メチダチオン	15.84	145	85	-15	<0.001	1.000
	42.	テトラクロルピンホス	15.93	329	109	-25	<0.001	0.998
	43.	フェノチオカルブ	16.03	160	72	-15	<0.001	0.999
	44.	- エンドスルフアン	16.19	195	125	-25	0.004	0.999
	45.	フェナミホス	16.21	303	195	-10	0.002	0.988
	46.	フルトリアホール	16.22	123	95	-15	0.003	0.999
	47.	ナプロバミド	16.27	271	128	-15	<0.001	0.992
	48.	(E)-メトミノストロピン	16.32	191	160	-15	<0.001	0.997
	49.	イソキサチオンオキシ	16.39	161	77	-20	0.021	- - -
	50.	イソプロチオラン	16.40	290	204	-5	0.008	0.998
	51.	プロフェノホス	16.46	339	269	-10	0.005	0.999
	52.	オキサシアゾン	16.51	175	112	-10	<0.001	0.997
	53.	フラムプロップメチル	16.56	230	170	-25	0.001	0.997
	54.	トリブホス	16.59	169	57	-5	0.013	0.999
	55.	オキシフルオルフェン	16.60	252	170	-30	0.002	0.999

表1 続き

グループ	No.	農薬名	保持時間 (min)	測定条件		定量下限 (ppm)	相関係数	
				モニターイオン				コリジョンエネルギー (V)
			(m/z)					
Gr.4	56.	ブピリメート	16.63	316	208	-10	0.001	0.997
	57.	ブプロフェジン	16.67	190	175	-10	0.007	0.997
	58.	(Z) - メトミノストロピン	16.71	191	160	-15	<0.001	1.000
	59.	イマザメタベンズメチルエステル	16.72	245	176	-10	0.29	- - -
	60.	アザコナゾール	16.76	217	173	-20	0.005	0.996
	61.	インキサチオン	16.89	177	130	-10	0.004	0.995
Gr.5	62.	オキサジキシル	17.30	163	132	-20	0.002	1.000
	63.	- エンドスルフアン	17.31	195	125	-25	0.002	0.996
	64.	エチオン	17.32	231	175	-15	<0.001	1.000
	65.	フルアクリピリム	17.41	204	189	-15	0.002	1.000
	66.	カルフェントラゾンエチル	17.72	312	151	-25	0.002	0.996
	67.	ベナラキシル	17.79	206	132	-15	0.001	1.000
	68.	トリフロキシストロピン	17.80	222	162	-10	0.002	0.996
	69.	ノルフルラゾン	17.87	303	145	-25	0.002	0.999
	70.	キノキシフェン	17.94	237	208	-35	<0.001	0.998
	71.	ヘキサジノン	18.14	171	71	-20	<0.001	1.000
	72.	ジクロホップメチル	18.30	253	162	-15	<0.001	0.998
	73.	プロバルギット 1+2	18.33	135	107	-20	0.007	0.998
	Gr.6	74.	ピリダフェンチオン	18.76	340	199	-10	0.003
75.		ホスメット	18.93	160	133	-15	<0.001	0.999
76.		ビペロホス	18.99	320	122	-10	0.002	0.999
77.		プロモプロピレート	18.99	341	185	-30	0.002	0.999
78.		メトキシクロール	19.07	227	169	-25	0.001	0.997
79.		フェノトリン 1+2	19.36, 19.47	123	81	-10	0.008	0.998
80.		テトラジホン	19.49	229	201	-25	0.004	0.998
81.		ピラゾホス	20.09	221	193	-15	0.006	0.997
82.		フェンブコナゾール	21.28	198	129	-25	0.010	0.999
83.		フルミオキサジン	22.57	354	176	-20	0.005	0.999
84.		フルミクロラックベンチル	23.82	423	318	-15	0.010	0.994
85.		トルフェンピラド	24.29	383	145	-10	0.005	0.993

3. 添加回収試験

玄米,大豆,トマトおよびオレンジに各農薬を 0.10ppm 添加し回収試験を行った結果を表 2 に示す.回収率が 70 ~ 120%の範囲で良好に回収されたものは,玄米で 77 農薬,大豆で 66 農薬,トマトで 78 農薬,オレンジで 71 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 81 農薬で,これらの相対標準偏差(RSD)

は概ね 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.

本法はピークの判定が容易であり,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るため,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る.

表 2 添加回収試験結果

No.	農薬名	回収率(%)				判定
		玄米	大豆	トマト	オレンジ	
1.	XMC	123.6 (3.8)	107.9 (1.5)	102.4 (5.9)	102.4 (12.5)	B-1
2.	テクナゼン	77.1 (8.1)	60.0 (12.8)	56.4 (5.8)	70.4 (11.0)	B-2
3.	プロボキシル	108.3 (2.0)	120.8 (5.1)	94.8 (9.7)	99.5 (3.0)	B-1
4.	プロバクロール	108.7 (3.7)	86.6 (0.7)	83.9 (6.5)	92.0 (9.3)	A
5.	ベンフルラリン	80.9 (3.2)	109.4 (7.5)	64.9 (21.4)	84.3 (5.2)	B-2
6.	モノクロトホス	132.9 (17.6)	143.7 (3.7)	107.5 (9.5)	125.8 (9.4)	B-1
7.	ジクロラン	99.2 (5.8)	110.4 (2.1)	69.6 (27.6)	63.6 (7.7)	B-2
8.	カルボフラン	118.4 (5.5)	134.6 (7.0)	104.2 (8.7)	101.6 (13.7)	B-1
9.	シマジン	117.1 (2.3)	107.1 (6.4)	92.7 (2.9)	94.1 (7.9)	A
10.	アトラジン	100.7 (12.3)	83.3 (17.6)	85.2 (6.0)	100.2 (0.4)	A
11.	クロマゾン	97.9 (6.0)	92.3 (2.1)	85.8 (4.6)	88.7 (5.3)	A
12.	キントゼン	79.6 (18.5)	73.4 (11.2)	63.0 (0.5)	69.3 (5.8)	B-2
13.	シアノホス	105.4 (5.6)	101.3 (7.5)	84.6 (9.9)	99.4 (4.7)	A
14.	プロビザミド	96.9 (4.5)	101.3 (2.7)	94.3 (6.3)	101.4 (2.7)	A
15.	イサゾホス	104.0 (13.6)	89.4 (12.8)	100.5 (7.5)	95.8 (8.2)	A
16.	トリアレート	80.0 (3.2)	82.8 (2.9)	77.2 (7.0)	86.0 (3.3)	A
17.	イプロベンホス	109.2 (3.2)	103.6 (3.2)	90.2 (9.0)	103.4 (3.1)	A
18.	ベノキサコール	94.3 (5.6)	94.2 (3.2)	82.3 (9.8)	92.8 (1.8)	A

表2 続き

No.	農薬名	回収率(%)				判定
		玄米	大豆	トマト	オレンジ	
19.	ホスファミドン	105.8 (13.9)	136.7 (4.0)	95.2 (16.3)	126.1 (4.5)	B-1
20.	プロパニル	105.6 (4.8)	85.9 (3.3)	88.3 (13.5)	94.5 (2.0)	A
21.	アセトクロール	116.6 (2.0)	102.8 (1.4)	92.0 (5.1)	105.9 (3.7)	A
22.	クロルピリホスメチル	76.7 (17.3)	78.1 (10.3)	86.4 (11.6)	89.8 (8.0)	A
23.	プロモブチド	95.3 (5.3)	76.3 (8.4)	84.2 (17.4)	86.4 (6.4)	A
24.	ピンクロゾリン	84.7 (4.1)	73.4 (3.7)	87.3 (7.5)	96.5 (2.0)	A
25.	アメトリン	110.0 (4.3)	89.8 (12.6)	118.7 (14.5)	118.2 (8.7)	A
26.	メタラキシル	123.2 (12.9)	136.4 (12.2)	114.2 (16.7)	113.3 (13.3)	B-1
27.	プロメトリン	100.2 (1.4)	96.2 (2.8)	90.8 (6.1)	100.4 (2.2)	A
28.	エトフメセート	98.6 (4.6)	102.4 (4.6)	85.7 (0.4)	90.0 (2.8)	A
29.	プロマシル	97.4 (6.6)	123.2 (6.7)	113.7 (4.7)	118.0 (9.9)	B-1
30.	キノクラミン	100.1 (8.3)	96.1 (7.2)	83.4 (8.9)	77.6 (3.4)	A
31.	クオルタルジメチル	83.2 (4.9)	85.8 (1.6)	94.5 (8.2)	101.7 (4.0)	A
32.	フェンプロビモルフ	106.1 (2.3)	89.4 (3.8)	108.3 (0.4)	106.8 (4.8)	A
33.	トリアジメホン	119.5 (2.5)	132.9 (9.9)	99.9 (8.5)	128.2 (3.4)	B-1
34.	ニトロタルイソプロピル	90.6 (4.6)	145.4 (12.2)	70.8 (15.2)	76.4 (7.6)	B-1
35.	フサライド	97.4 (11.4)	85.7 (4.1)	82.5 (9.6)	86.7 (7.7)	A
36.	プロモホス	91.7 (3.3)	84.0 (2.7)	84.5 (4.7)	91.8 (5.7)	A
37.	ジフェナミド	102.2 (3.5)	88.3 (6.6)	92.8 (3.5)	95.9 (7.2)	A
38.	ジメタメトリン	100.3 (3.1)	95.0 (7.1)	94.7 (4.5)	110.3 (6.7)	A
39.	アレスリン	- - -	- - -	- - -	- - -	- - -
40.	ジメビベレート	122.7 (10.1)	107.7 (3.0)	94.2 (5.3)	96.9 (11.2)	B-1
41.	メチダチオン	105.9 (5.0)	117.1 (7.8)	97.1 (2.0)	101.8 (7.9)	A
42.	テトラクロルピホス	106.3 (9.5)	107.7 (2.6)	102.2 (10.0)	116.1 (5.2)	A
43.	フェノチオカルブ	120.2 (4.2)	115.0 (7.3)	93.7 (4.3)	99.1 (4.4)	A
44.	- エンドスルファン	73.0 (2.8)	93.8 (24.1)	77.6 (14.7)	77.1 (40.0)	A
45.	フェナミホス	99.1 (13.8)	81.3 (6.1)	106.1 (17.7)	124.5 (4.9)	B-1
46.	フルトリアホール	113.3 (3.3)	140.5 (3.0)	110.3 (6.8)	139.0 (5.3)	B-1
47.	ナプロパミド	90.0 (25.5)	114.1 (6.5)	107.0 (8.2)	121.4 (9.4)	B-1
48.	(E) - メトミノストロピン	103.9 (5.8)	126.0 (4.9)	96.9 (10.9)	97.0 (9.3)	B-1
49.	イソキサチオンオキソン	- - -	- - -	- - -	- - -	- - -
50.	イソプロチオラン	100.7 (3.0)	107.7 (30.4)	87.2 (14.3)	98.7 (11.7)	A
51.	プロフェノホス	89.5 (5.3)	112.3 (14.0)	87.7 (8.4)	119.2 (10.1)	A
52.	オキサシアゾン	99.6 (5.1)	99.8 (9.1)	79.1 (2.2)	88.7 (6.4)	A
53.	フラムプロップメチル	101.0 (5.0)	86.0 (5.9)	94.2 (10.7)	91.7 (8.2)	A
54.	トリブホス	102.3 (3.0)	95.0 (14.1)	104.6 (3.8)	113.8 (10.4)	A
55.	オキシフルオルフェン	92.6 (23.4)	138.5 (22.5)	43.6 (66.9)	79.5 (54.7)	C
56.	ピリメート	95.4 (7.6)	115.9 (5.4)	93.3 (1.7)	91.5 (7.1)	A
57.	プロフェジン	76.8 (1.3)	91.3 (4.2)	98.5 (6.3)	107.1 (6.8)	A
58.	(Z) - メトミノストロピン	96.8 (7.1)	124.8 (3.7)	88.7 (10.0)	101.8 (15.7)	B-1
59.	イマザメタベンズメチルエステル	- - -	- - -	- - -	- - -	- - -
60.	アザコナゾール	102.6 (8.3)	108.3 (11.3)	99.2 (14.6)	122.0 (6.8)	B-1
61.	イソキサチオン	99.9 (1.2)	99.4 (11.6)	86.9 (4.1)	99.8 (10.2)	A
62.	オキサジキシル	96.2 (5.8)	149.6 (6.9)	119.1 (0.7)	109.7 (6.8)	B-1
63.	- エンドスルファン	85.0 (8.2)	97.2 (7.8)	111.5 (3.4)	108.4 (24.7)	A
64.	エチオン	90.6 (2.7)	79.4 (3.4)	77.3 (7.6)	77.1 (1.5)	A
65.	フルアクリピリム	80.4 (2.7)	105.1 (5.3)	89.0 (16.0)	89.0 (10.7)	A
66.	カルフェントラゾンエチル	97.1 (3.4)	113.4 (5.3)	93.5 (8.4)	115.7 (2.0)	A
67.	ベナラキシル	100.0 (3.0)	101.8 (6.0)	99.1 (8.4)	99.9 (1.9)	A
68.	トリフロキシストロピン	101.5 (6.8)	85.2 (5.8)	90.2 (7.7)	92.2 (8.3)	A
69.	ノルフルラゾン	95.2 (5.8)	105.6 (4.4)	91.4 (8.8)	105.0 (1.7)	A
70.	キノキシフェン	96.6 (3.9)	94.2 (1.4)	100.9 (7.4)	100.9 (4.1)	A
71.	ヘキサジノン	109.2 (9.5)	135.3 (3.6)	113.2 (4.4)	120.2 (1.9)	B-1
72.	ジクロホップメチル	92.5 (9.0)	99.8 (3.2)	96.3 (6.2)	94.6 (6.6)	A
73.	プロバルギット 1+2	72.3 (2.7)	117.7 (2.8)	101.4 (3.2)	98.1 (4.5)	A
74.	ピリダフェンチオン	97.1 (7.1)	112.9 (3.4)	97.8 (9.5)	110.5 (3.8)	A
75.	ホスメット	112.7 (2.1)	124.1 (4.7)	99.0 (6.8)	92.4 (4.0)	B-1
76.	ピベロホス	89.3 (1.1)	92.4 (7.9)	92.5 (8.6)	102.0 (7.7)	A
77.	プロモプロピレート	85.9 (2.4)	104.9 (4.0)	102.4 (12.5)	107.9 (3.8)	A
78.	メトキシクロール	104.1 (4.6)	92.9 (1.8)	89.7 (3.9)	92.1 (4.2)	A
79.	フェノトリン 1+2	91.9 (10.9)	96.3 (3.7)	106.6 (3.1)	100.0 (8.2)	A
80.	テトラジホン	72.9 (13.1)	80.6 (1.1)	89.5 (10.3)	86.0 (12.4)	A
81.	ピラゾホス	89.9 (2.9)	87.5 (9.4)	98.2 (13.9)	85.9 (2.5)	A
82.	フェンブコナゾール	116.4 (3.0)	176.3 (15.3)	106.4 (7.1)	131.5 (7.5)	B-1
83.	フルミオキサジン	87.5 (8.4)	89.6 (9.1)	94.4 (12.7)	106.8 (20.1)	A
84.	フルミクロラックベンチル	80.2 (9.4)	99.0 (3.9)	92.5 (11.2)	121.1 (12.4)	B-1

表2 続き

No.	農薬名	回収率(%)				判定
		玄米	大豆	トマト	オレンジ	
85.	トルフェンピラド	97.6 (6.4)	96.8 (12.2)	114.2 (8.4)	118.5 (4.4)	A
	50%以上の農薬数	82	82	81	82	81(1)
	70%以上120%以下の農薬数	77	66	78	71	56(2)
	120%超の農薬数	5	15	0	9	21(3)
	50%以上70%未満の農薬数	0	1	3	2	4(4)
	50%未満の農薬数	0	0	1	0	1(5)

1)数値はn=3の平均

2) ()内の数値は相対標準偏差(RSD)

3)判定は次の基準で示した

A:すべての農産物において回収率が70%以上120%以下, B-1:いずれかの農産物において回収率が120%超,

B-2:いずれかの農産物において回収率が50%以上70%未満, C:いずれかの農産物において回収率が50%未満

4) 1:A, B-1, B-2の総数, 2:Aの数, 3:B-1の数, 4:B-2の数, 5:Cの数

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

2)久保記久子,畑野和広:GC/MS/MSによる農産物中の残留農薬の一斉分析,福岡市保健環境研究所報,31, 88-94, 2006