

GC-MS/MS による農産物中の残留農薬一斉分析法の検討 ()

内山賢二・中村正規

福岡市保健環境研究所保健科学課

Simultaneous Determination Method for Pesticide Residues in Agricultural Products by Gas Chromatography with Tandem Mass Spectrometry ()

Kenji UCHIYAMA and Masanori NAKAMURA

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

要約

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（厚生労働省通知食安発第 0124001 号）に示された「GC/MS による農薬等の一斉試験法（農産物）」の分析対象化合物のうち，これまで検討未実施であった 64 化合物（農薬の代謝物および分解物を含む）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．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 60 化合物であった．玄米，大豆，ほうれんそうおよびオレンジに各化合物を 0.10ppm 添加し回収試験を $n=3$ で行った結果，平均回収率が 70～120% の範囲であったものは玄米で 47，大豆で 37，ほうれんそうで 50，オレンジで 54 化合物であった．また，定量下限が一律基準を満たし，すべての農産物で平均回収率が 50% 以上であったものは 48 化合物で，これらの相対標準偏差（RSD）は概ね 20% 未満であり，ポジティブリスト制度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．

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

1 はじめに

平成 18 年 5 月 29 日に食品中に残留する農薬等のポジティブリスト制度が導入され，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．

そこで，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・タンデム型質量分析計（GC-MS/MS）を用いた選択反応検出法（SRM）が農薬分析の分野で注目されている．SRM は SIM より選択性が高いため，夾雑ピークの影響を受けにくく，データ処理や確認試験に要する時間の短縮が期待できる測定法である．当所でも，SRM を用いて 217 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),3)}．

今回，通知法¹⁾の「GC/MS による農薬等の一斉試験法（農作物）」に示してある対象農薬のうち，検討未実施であった 64 化合物について，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。

2 実験方法

2.1 試料

市販の玄米，大豆，ほうれんそうおよびオレンジを用いた。

2.2 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となるようにアセトンに溶解し調製した。

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

リン酸水素二カリウムおよびリン酸二水素カリウム：特級試薬を使用した。

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。

グラファイトカーボン/アミノプロピル(GC/NH₂)ミニカラム：ジーエルサイエンス社製InertSep GC/NH₂(1g/1g)をあらかじめアセトニトリルおよびトルエン(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。

2.3 装置

ガスクロマトグラフ：Varian社製CP-3800

質量分析計(MS/MS)：Varian社製1200

ホモジナイザー：Kinematica社製PT-MR 3100

2.4 測定条件

2.4.1 ガスクロマトグラフ

既報^{2),3)}に基づき次のとおりとした。

注入口温度：250

カラム：J&W Scientific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)

キャリアーガス流量：1mL/min(ヘリウム)

注入量：2μL(スプリットレス)

2.4.2 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。

2.5 試験溶液の調製

通知法¹⁾に示された「GC/MSによる農薬等の一斉試験法(農産物)」に基づき次のとおり行った。

2.5.1 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。そのうち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。アセトニトリル層にアセトニトリル飽和n-ヘキサンを加え振とう後，再びアセトニトリル層を採取し，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およびトルエン(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およびトルエン(3:1)混液2mLを加えて溶かし抽出液とした。

2.5.2 精製

GC/NH₂ミニカラムに抽出液を注入した後，アセトニトリルおよびトルエン(3:1)混液20mLを注入し，全抽出液を40以下で濃縮して溶媒を留去した。残留物をアセトンおよびn-ヘキサン(1:1)混液1mL(ほうれんそうおよびオレンジは2mL)に溶かして試験溶液とした。

3 結果および考察

3.1 GC/MS/MS条件の検討

10mg/Lとした各化合物を電子イオン化(EI)によりSCANモードで測定したところ，トリデモルフはピーク

がブロードしており、またピレトリンはピークが得られなかったが、それ以外の 62 化合物について良好なクロマトグラムを得た。これら 62 化合物において、強度が高いイオンをプレカーサーイオンとし、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、1mg/L とした各化合物を測定し、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 5 つのグループに区切って測定した。各化合物の保持時間および測定条件を表 1 に示す。

3.2 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。測定条件を設定した 62 化合物の定量下限は表 1 に示すとおり <0.001 ~ 0.59ppm であり、一律基準である 0.01ppm を満足するものは 60 化合物であった。各化合物の検量線は 0.02 ~ 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。

3.3 添加回収試験

玄米、大豆、ほうれんそうおよびオレンジに各化合物を 0.10 μ g/g 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 47 化合物、大豆で 37 化合物、ほうれんそうで 50 化合物、オレンジで 54 化合物であった。また、すべての農産物で 50% 以上回収されたものは 49 化合物で、これらの相対標準偏差 (RSD) は概ね 20% 未満であった。なお、いずれの化合物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。

また、回収率が低い化合物について考えられる要因を表 3 に列記する。アセトニトリル/n-ヘキサン分配での n-ヘキサンへの移行、操作中の標準品の分解などが主な要因と考えられた。

4 まとめ

通知法¹⁾の「GC/MS による農薬等の一斉試験法 (農作物)」に示してある対象農薬のうち、検討未実施であった 64 化合物について、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、オレンジのすべてで当所におけるスクリーニング試験の適用範囲である 50% 以上の回収率が得られたものは 48 化合物であった。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られる。

表 1 各化合物の保持時間、測定条件、定量下限および相関係数

グループ	No.	化合物名	保持時間 (min)	測定条件			定量下限 ²⁾ (ppm)	相関係数	
				モニターイオン (m/z)		CE ¹⁾ (eV)			
Gr. 1	1.	2,4-ジクロロアニリン	7.217	161	99	-30	0.001	0.999	
	2.	メピンホス	8.146	192	127	-5	<0.001	0.994	
	3.	クロロネブ	9.051	191	113	-15	<0.001	0.999	
	4.	オメトエート	10.026	156	110	-10	<0.001	0.989	
	5.	クローロエトキシホス	10.280	153	125	-5	<0.001	0.998	
	6.	デメトン-S-メチル	10.354	142	79	-10	0.001	0.982	
	7.	エタルフルラリン	10.590	276	202	-10	<0.001	0.997	
	8.	ジクロトホス	10.794	127	95	-25	0.002	0.999	
	9.	ダイアレート	11.120	234	150	-15	<0.001	0.998	
			(異性体 2)	11.350	234	150	-15	<0.001	0.998
	10.	ホレート	11.134	121	65	-6	<0.001	0.998	
Gr. 2	11.	フリラゾール	11.603	220	83	-10	0.001	0.999	
	12.	クローロプファム	11.731	127	65	-20	0.001	0.999	
	13.	プロバジン	11.807	214	172	-10	<0.001	0.996	
	14.	ジオキサチオン	11.911	125	97	-3	0.005	1.000	
	15.	ピロキロン	12.152	173	130	-15	0.001	0.997	
	16.	プロヒドロジャスモン	12.362	153	97	-8	0.001	0.991	
			(異性体 2)	12.650	153	97	-8	0.001	0.991
	17.	ジスルホトン	12.359	125	97	-5	0.010	0.988	
	18.	ホルモチオン	12.776	125	93	-10	0.008	0.990	
19.	ベンフレセート	12.944	256	163	-25	0.001	0.998		

(表1の続き)

グループ	No.	化合物名	保持時間 (min)	測定条件		CE ¹ (eV)	定量下限 ² (ppm)	相関係数
				モニターイオン (m/z)				
Gr. 2	20.	ジクロフェンチオン	12.960	279	223	-10	< 0.001	0.998
	21.	フェンクロールホス	13.423	285	240	-25	0.001	0.998
	22.	2-(1-ナフチル)アセタミド	13.683	141	115	-15	0.003	0.993
Gr. 3	23.	テルブトリン	13.758	241	170	-10	< 0.001	0.994
	24.	スピロキサミン	13.466	100	72	-10	0.003	0.980
		(異性体 1)	13.966	100	72	-10	0.003	0.980
		(異性体 2)	13.966	100	72	-10	0.003	0.980
	25.	クロゾリネート	14.802	188	147	-17	< 0.001	0.998
	26.	メカルバム	14.908	131	74	-15	0.003	0.995
	27.	ゾキサミド分解物	15.110	187	159	-15	0.003	0.999
	28.	メトブレン	15.155	153	111	-5	0.001	0.995
	29.	プロモホスエチル	15.257	97	65	-20	0.002	0.999
	30.	プロパホス	15.318	220	125	-20	< 0.001	0.992
	31.	クオルベンシド	15.324	125	89	-20	0.002	0.998
	32.	trans-クオルデン	15.337	375	266	-15	0.001	0.997
	33.	ジスルホトンスルホン	15.460	153	125	-5	0.001	0.994
	34.	cis-クオルデン	15.584	375	266	-15	0.001	0.999
	35.	TCMTB	15.761	180	136	-15	0.003	0.988
	36.	クオルフェンソン	15.785	175	75	-25	0.001	0.998
	37.	カルボキシン	16.157	143	87	-12	0.005	0.968
	38.	イミベンコナゾール脱ベンジル体	16.161	235	166	-15	< 0.001	0.987
	39.	アラマイト	16.010	185	63	-7	< 0.001	0.996
		(異性体 1)	16.060	185	63	-7	< 0.001	0.996
	(異性体 2)	16.060	185	63	-7	< 0.001	0.996	
	(異性体 3)	16.170	185	63	-7	< 0.001	0.996	
	(異性体 4)	16.362	185	63	-7	< 0.001	0.996	
40.	1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4-エチルフェニル)エタン	16.472	223	167	-15	< 0.001	0.997	
41.	フルフェンビルエチル	16.541	408	345	-10	< 0.001	0.994	
Gr. 4	42.	イソキサンジフェンエチル	17.187	165	115	-30	0.006	0.996
	43.	ピペロニルプトキシド	17.882	176	131	-15	< 0.001	0.992
	44.	レスメトリン	17.812	171	128	-10	0.002	0.992
		(異性体 1)	17.932	171	128	-10	0.002	0.992
		(異性体 2)	17.932	171	128	-10	0.002	0.992
	45.	エポキシコナゾール	17.000	192	138	-8	0.001	0.992
		(異性体 1)	18.003	192	138	-8	0.001	0.992
		(異性体 2)	18.003	192	138	-8	0.001	0.992
	46.	ゾキサミド	18.007	187	159	-15	0.001	0.988
	47.	メフェンビルジエチル	18.015	299	253	-10	0.004	0.991
48.	ピコリナフェン	18.429	376	145	-40	< 0.001	0.990	
49.	フェンアミドン	18.585	268	180	-20	0.001	0.992	
50.	テブフェンピラド	18.654	318	131	-15	< 0.001	0.990	
51.	アニコホス	18.683	226	184	-5	< 0.001	0.990	
Gr. 5	52.	アジンホスメチル	19.115	160	77	-10	< 0.001	0.988
	53.	ピリプロキシフェン	19.192	136	78	-20	< 0.001	0.989
	54.	オリザリン	20.042	317	275	-10	0.001	0.997
	55.	スピロジクロフェン	19.891	99	71	-3	0.002	0.993
	56.	フルキンコナゾール	20.295	340	108	-25	0.001	0.996
	57.	エトフェンブロックス	21.360	163	135	-10	0.001	0.996
	58.	フルリドン	21.561	328	259	-35	0.001	0.996
	59.	トラロメトリン	22.848	253	174	-10	0.011	1.000
	60.	イミベンコナゾール	24.105	253	82	-10	0.003	0.994
	61.	シニドンエチル	24.257	358	330	-25	< 0.001	0.999
	62.	フルチアセツトメチル	24.665	403	219	-10	0.059	0.996
測定対象外	63.	トリデモルフ						
	64.	ピレトリン						

1) 1: コリジョンエネルギー

2) 2: < 0.001 は 0.001ppm 以下を示す

表2 各農産物での添加回収試験結果

No.	化合物名	回収率 (%)				判定
		玄米	大豆	ほうれんそ	オレンジ	
1.	2,4-ジクロロアニリン	39.0 (3.6)	27.9 (6.1)	36.9 (6.4)	59.7 (7.4)	C
2.	メビンホス	71.6 (1.0)	42.0 (1.9)	83.3 (3.0)	90.8 (5.0)	C
3.	* クロロネブ	85.2 (0.5)	78.4 (1.6)	88.7 (4.3)	70.4 (3.4)	A
4.	* オメトエート	70.7 (3.5)	64.8 (1.6)	60.2 (2.4)	64.9 (7.3)	B-2
5.	* クロルエトキシホス	73.9 (2.7)	60.5 (0.3)	87.8 (6.3)	85.9 (2.8)	B-2
6.	デメトン S-メチル	53.4 (5.0)	24.3 (10.1)	14.9 (6.6)	80.2 (3.3)	C
7.	* エタルフルラリン	80.5 (1.6)	70.5 (4.0)	87.1 (3.9)	78.3 (0.8)	A
8.	* ジクロトホス	107.4(2.6)	105.5 (8.0)	90.5 (6.3)	92.7 (1.0)	A
9.	* ダイアレート	73.6 (3.0)	66.9 (0.9)	88.7 (5.4)	87.9 (1.0)	B-2
10.	* ホレート	78.9 (3.5)	63.9 (3.5)	68.0 (2.3)	88.7 (3.1)	B-2
11.	フリラゾール	78.5 (4.2)	94.6 (2.1)	39.3 (7.4)	80.3 (3.2)	C
12.	* クロルブファム	112.9(4.1)	105.9 (3.6)	98.4 (4.8)	96.6 (3.8)	A
13.	* プロバジン	92.1 (0.2)	89.7 (3.3)	89.6 (5.6)	92.6 (4.2)	A
14.	* ジオキサチオン	101.3(2.4)	93.5 (2.5)	88.3 (2.3)	80.1 (2.7)	A
15.	* ピロキロン	114.7(3.0)	116.9 (5.2)	97.5 (6.6)	97.6 (5.1)	A
16.	* プロヒドロジャスモン	85.7 (3.6)	74.0 (4.5)	75.9 (4.7)	88.6 (5.3)	A
17.	ジスルホトン	53.3 (5.9)	21.2 (8.2)	17.2 (4.4)	77.8 (3.3)	C
18.	ホルモチオン	5.8 (1.6)	7.9 (3.1)	11.0 (1.3)	10.0 (3.6)	C
19.	* ベンフレセート	99.1 (1.2)	101.4 (2.2)	91.3(11.7)	81.4 (4.3)	A
20.	* ジクロフェンチオン	79.3 (2.1)	68.4 (1.8)	89.1 (5.9)	82.0 (0.5)	B-2
21.	* フェンクロルホス	84.1 (4.0)	76.0 (2.0)	85.3 (3.8)	84.6 (5.0)	A
22.	* 2-(1-ナフチル)アセタミド	131.6(4.7)	147.3(12.1)	105.0(7.2)	120.0 (1.1)	B-1
23.	* テルブトリン	95.3 (1.8)	93.9 (2.2)	91.9 (5.4)	98.0 (2.8)	A
24.	* スピロキサミン	82.0 (7.6)	86.1 (5.9)	92.4 (2.4)	116.4 (3.5)	A
25.	クロゾリネート	41.5 (2.4)	43.5 (2.3)	52.8 (2.5)	48.3 (11.3)	C
26.	* メカルバム	107.7(4.2)	111.3 (5.6)	93.0 (7.5)	93.2 (9.5)	A
27.	* ゾキサミド分解物	91.5 (5.5)	89.4 (4.3)	87.5 (8.8)	60.5 (7.4)	B-2
28.	メトブレン	55.8 (3.8)	45.9 (0.7)	96.1 (4.5)	101.6 (5.0)	C
29.	* プロモホスエチル	78.5 (4.5)	66.0 (2.9)	97.5 (5.7)	104.3 (5.1)	B-2
30.	* プロバホス	82.7 (1.5)	73.3 (7.5)	73.9 (2.8)	95.3(4.4)	A
31.	* クロルベンシド	80.8 (4.5)	63.2 (2.8)	87.3 (4.2)	95.9(3.2)	B-2
32.	trans-クロルデン	66.7 (3.6)	48.3 (1.6)	91.0 (2.3)	85.2(4.8)	C
33.	* ジスルホトンスルホン体	114.8(2.9)	115.5 (7.2)	99.1 (5.7)	89.2(7.5)	A
34.	* cis-クロルデン	74.4 (0.9)	51.9 (5.7)	88.5 (7.0)	86.1(8.3)	B-2
35.	TCMTB	65.4 (1.9)	25.6 (3.1)	73.3 (2.0)	100.9(5.5)	C
36.	* クロルフェンソ	101.1(2.7)	94.3 (5.8)	90.4 (6.0)	92.0(2.5)	A
37.	カルボキシ	31.2 (6.6)	14.8 (6.9)	2.7 (1.0)	59.2(4.9)	C
38.	* イミベンコナゾール脱ベンジル体	133.2(4.0)	114.4 (7.0)	80.4 (4.3)	119.7(10.4)	B-1
39.	* アラマイト	100. (0.5)	95.8 (2.2)	88.6 (9.6)	98.7(1.3)	A
40.	* 1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4-エチルフェニル)エタン	78.5 (3.7)	67.1 (1.2)	89.0 (8.6)	87.4(4.1)	B-2
41.	* フルフェンピルエチル	88.9 (1.3)	93.3 (2.5)	86.9 (5.6)	80.2(2.8)	A
42.	* イソキサジフェンエチル	108.8(2.7)	112.9 (1.6)	92.4 (7.3)	96.0(5.6)	A
43.	* ピペロニルブトキシド	87.9 (1.7)	86.3 (2.6)	87.4 (3.9)	94.3(2.7)	A
44.	レスメトリン	26.1 (1.1)	61.5 (2.1)	6.6 (2.4)	88.3(2.9)	C
45.	* エボキシコナゾール	127.7(0.6)	113.1 (4.5)	94.9 (2.2)	114.2(3.2)	B-1
46.	* ゾキサミド	103.1(0.9)	100.4 (4.4)	89.2 (5.8)	94.2(1.1)	A
47.	* メフェンピルジエチル	87.0 (0.7)	88.3 (3.2)	86.3 (4.7)	82.8(3.1)	A
48.	* ビコリナフェン	106.5(4.0)	96.0 (2.0)	98.6 (6.0)	93.9(1.5)	A
49.	* フェンアミドン (フェナミドン)	104.0(1.0)	98.6 (3.2)	90.7 (3.5)	88.1(5.0)	A
50.	* テブフェンピラド	85.3 (4.3)	82.1 (1.4)	84.0 (8.4)	90.0(3.5)	A
51.	* アニロホス	98.5 (2.7)	95.2 (2.9)	83.7 (8.2)	85.2(2.7)	A
52.	* アジンホスメチル	117.4(2.9)	120.4 (4.2)	96.8 (2.1)	101.6(3.2)	B-1
53.	* ピリプロキシフェン	100.2(3.5)	90.9 (2.4)	93.9 (4.3)	117.0(2.8)	A
54.	* オリザリン	96.7 (5.2)	57.6 (3.0)	71.1(14.7)	81.8(3.2)	B-2
55.	* スピロジクロフェン	72.8 (3.2)	71.1 (4.3)	58.6 (4.5)	51.8(13.9)	B-2
56.	* フルキンコナゾール	117.9(6.9)	117.3 (6.9)	94.5 (2.0)	106.0(3.7)	A
57.	* エトフェンブロックス	97.8 (5.2)	71.6 (2.4)	97.5 (8.0)	98.7(3.0)	A

(表2の続き)

No.	化合物名	回収率(%)				判定
		玄米	大豆	ほうれんそう	オレンジ	
58.	* フルリドン	138.4(2.8)	123.3(9.4)	93.5(8.9)	109.2(3.1)	B-1
59.	* トラロメトリン	115.4(8.9)	74.7(6.1)	83.7(6.6)	92.2(7.6)	A
60.	* イミベンコナゾール	125.1(1.1)	84.3(9.6)	83.4(11.0)	105.2(4.7)	B-1
61.	シニドンエチル	94.3(12.3)	44.0(2.6)	65.3(13.1)	55.7(1.6)	C
62.	フルチアセットメチル	85.9(12.2)	78.3(9.1)	114.9(20.0)	115.1(13.1)	A
63.	トリデモルフ	-	-	-	-	
64.	ピレトリン	-	-	-	-	
70%以上120%以下の化合物数		47	37	50	54	31(1)
120%を超える化合物数		5	3	0	0	6(2)
50%以上70%未満の化合物数		5	11	5	6	12(3)
50%に満たない化合物数		5	11	7	2	13(4)

1) 数値は n=3 の平均

2) () 内の数値は相対標準偏差

3) 判定は次の基準で示した

A: すべての農作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の数, 2: B-1の数, 3: B-2の数, 4: Cの数

5)*: 定量下限が一律基準(0.01ppm)を満足し, すべての農作物において50%以上の回収率が得られたもの

表3 添加回収率が低い化合物における回収率低下の主な要因

No.	化合物名	回収率低下の主な要因
1.	2,4-ジクロロアニリン	減圧下で揮散しやすい
6.	デメトン-S-メチル	標準品が分解しやすい
9.	ダイアレート	nヘキサンへ20%移行する
17.	ジスルホトン	標準品が分解しやすい
18.	ホルモチオン	GC/NH ₂ ヘトラップされる
28.	メトブレン	nヘキサンへ40%移行する
32.	trans-クロルデン	nヘキサンへ20%移行する
34.	cis-クロルデン	nヘキサンへ20%移行する

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
- 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

- 3) 畑野和広, 久保記久子: 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, 32, 89-94, 2007