

GC-MS/MS による農産物中の残留農薬一斉試験法の妥当性評価

内山賢二・中村正規

福岡市保健環境研究所保健科学課

Validation on Simultaneous 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

厚生労働省通知「食品中に残留する農薬等に関する妥当性評価ガイドライン」に基づき、当所で使用している「GC-MS/MSによる農産物中の一斉試験法」について、247物質を対象に玄米およびほうれんそうを用い、添加濃度0.01ppmで妥当性評価を行った。試験溶液は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後、GC-MS/MSで測定した。選択性・真度・精度および定量限界を評価したところ、玄米234物質およびほうれんそう226物質でガイドラインにおけるすべての性能パラメーターで目標値等に適合した。

Key Words: 妥当性評価 validation, ガスクロマトグラフ・タンデム型質量分析計 GC-MS/MS, 残留農薬 pesticide residue, 農産物 agricultural products

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。これに対応するため、当所では高感度で選択性が高いガスクロマトグラフ・タンデム型質量分析計（GC-MS/MS）を用いて農産物中の一斉試験法を検討しその結果を既に報告している^{1)～3)}。

一方、平成 22 年 12 月に「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインについて」が改正され⁴⁾（以下、ガイドライン）、食品衛生法に定められた規格基準への適合性について判断を行う試験に適用されることとなった。そこで、当所で使用している「GC-MS/MS による農産物中の一斉試験法」について、これまでに検討を行い適用可能となった 247 物質を対象に、ガイドラインに従って一律基準濃度における妥当性評価を実施したので報告する。

2 実験方法

2.1 試料

市販の玄米、ほうれんそうを用いた。

2.2 試薬等

農薬混合標準原液：林純薬工業株式会社製 PL2005 農薬 GC/MSMix I～VIおよび7（標準品各 20ppm アセトン溶液）

標準品：上記の農薬混合標準原液に含まれていない標準品は和光純薬工業（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：農薬混合標準原液および標準原液を混合し、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。

オクタデシルシリル化シリカゲル (C18) ミニカラム : ジーエルサイエンス (株) 製 InertSep 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 : 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 : Thermo SCIENTIFIC 社製 TSQ QUANTUM

質量分析計 (MS/MS) : Thermo SCIENTIFIC 社製 TRACE GC ULTRA

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^{1) ~ 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 : 50μA

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

2.5.1 抽出

1) 玄米

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。20mL を分取し塩化ナトリウム 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。アセトニトリル層を C18 ミニカラムに負荷した後、さらにアセトニトリル 2mL を負荷し溶出液を得た。これに無水硫酸ナトリウムを加えて脱水ろ過し、ろ液を 40℃以下で濃縮し、窒素ガスにより溶媒を除去した後、残留物にアセトニトリルおよびトルエン (3:1) 混液 2mL を加えて溶解し抽出液とした。

2) ほうれんそう

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。20mL を分取し塩化ナトリウム 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、窒素ガスにより溶媒を除去した後、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 30mL を注入し、全溶出液を 40℃以下で濃縮し、窒素ガスにより溶媒を除去した。残留物をアセトンおよび *n*-ヘキサン (1:1) 混液 1mL (ほうれんそうは 2mL) に溶かして試験溶液とした。

2.6 添加回収試験 (妥当性評価)

247 物質について、一律基準濃度 (0.01ppm) での添加回収試験を実施者 2 名で 2 併行 3 日間行い、ガイドラインに従い選択性・真度・精度 (併行精度・室内精度) ・定量限界を評価した。

3 結果および考察

3.1 標準品の添加濃度

ガイドラインでは一斉試験法については「各農薬等の基準値に近い一定の濃度」および「一律基準濃度」の 2 濃度としてもよいと示されている。しかし、基準値に近い一定濃度の設定が困難であり、原則は基準値であるため、一律基準濃度 (0.01ppm) での評価試験を行った。

3.2 選択性および定量限界

ブランク試料を測定したところ、すべての物質において定量を妨害するようなピークはみられず、選択性の目

標値に適合するものであった。添加回収試料（0.01ppm）のクロマトグラムから S/N 比を求めたところ、すべての物質において評価の目標値（S/N 比 $\geq$ 10）に適合していた。

3.3 真度および精度

結果を表 2 に示した。真度および精度の目標値（真度：70～120%，併行精度：RSD% $<$ 25，室内精度：RSD% $<$ 30）に適合したものは 247 物質のうち、玄米で 234 物質、ほうれんそうで 226 物質であった。2,4-ジクロロアニリン、ジクロロボス、クロゾリネート、ジメトエートおよびピリミジフェンは玄米、ほうれんそうの両方で真度が適合しなかったが、その主な理由として、前者 2 物質は、揮発性が高く濃縮・乾固時に揮散したためと考えられた。ジメトエートはどちらの農産物においても真度 120%を超過しており、試料成分のマトリックス効果（試料成分が対象物質の測定値に影響を与える現象）により GC-MS/MS での測定値が増強されたこと、またピリミジフェンは日常の検査において他の農産物では真度 70%以上が得られることから、試料成分の影響により操作途中に分解等で損失したことが考えられた。

4 まとめ

247 物質を対象に GC-MS/MS を用いた農産物中の残留

農薬一斉試験法について、ガイドラインに従って一律基準濃度における妥当性評価を行った。玄米で 234 物質、ほうれんそうで 226 物質がすべての性能パラメーターで目標値に適合した。今回、玄米・ほうれんそうで妥当性評価を実施したが、農産物のマトリックスにより、適合する農薬数が異なる結果となったことから、様々な農産物で妥当性評価を行っていくことが望ましいと思われる。今後は、豆類・果実類で妥当性評価を実施していく予定である。

文献

- 1) 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
- 2) 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（Ⅱ），福岡市保健環境研究所報，32，89-94，2007
- 3) 内山賢二，中村正規：GC-MS/MS による農産物中の残留農薬の一斉分析（Ⅲ），福岡市保健環境研究所報，34，99-104，2009
- 4) 厚生労働省通知食安発第 1224 第 1 号：食品中に残留する農薬等に関する妥当性評価ガイドラインの一部改正について，平成 22 年 12 月 24 日
- 5) 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

表1 対象物質の測定条件

No.	物質名	Q1(m/z)	Q3(m/z)	CE(eV)	No.	物質名	Q1(m/z)	Q3(m/z)	CE(eV)
1	1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4-エチルフェニル)エタン	223.0	167.0	15	80	シアナジン	225.1	198.1	10
2	2-(1-ナフチル)アセタミド	141.0	115.0	15	81	シアノホス	243.0	109.0	13
3	2,4-ジクロロアニリン	161.0	99.0	30	82	ジエトフェンカルブ	267.2	225.1	8
4	cis-クロルデン	375.0	266.0	15	83	ジオキサチオン	125.0	97.0	3
5	EPN	169.0	141.0	10	84	ジクロシメット	277.0	221.0	15
6	op-DDD	235.0	165.0	17	85	ジクロトホス	127.0	95.0	25
7	op-DDE	317.9	246.0	15	86	ジクロフェンチオン	279.0	223.0	10
8	op-DDT	234.9	165.0	16	87	ジクロホップメチル	253.0	162.0	15
9	pp-DDD	235.0	165.0	17	88	ジクロラン	206.0	176.0	12
10	pp-DDE	317.9	248.0	20	89	ジクロルボス	220.0	185.0	10
11	pp-DDT	234.9	165.0	16	90	ジスルホトン	125.0	97.0	5
12	trans-クロルデン	375.0	266.0	15	91	ジスルホトンスルホン体	153.0	125.0	5
13	XMC	122.1	107.1	10	92	シニドンエチル	358.0	330.0	25
14	α-BHC	180.9	144.9	10	93	シハロトリン	197.0	141.0	13
15	α-クロルフェンピソホス	323.0	267.0	7	94	シハロホップブチル	256.1	120.1	9
16	β-BHC	218.9	182.9	15	95	ジフェナミド	239.0	167.0	25
17	β-クロルフェンピソホス	323.0	267.0	7	96	ジフェノコナゾール	325.1	267.0	20
18	γ-BHC	218.9	182.9	15	97	シフルトリン	226.0	206.0	13
19	δ-BHC	180.9	144.9	15	98	ジフルフェニカン	394.1	266.1	10
20	アクリナトリン	289.1	93.0	6	99	シプロコナゾール	222.1	125.1	18
21	アザコナゾール	217.0	173.0	20	100	シプロジニル	225.1	210.1	18
22	アジンホスメチル	160.0	77.0	10	101	シペルメトリン	163.0	127.0	7
23	アセトクロール	223.1	132.0	17	102	シマジン	201.1	172.1	11
24	アトラジン	215.1	200.1	10	103	ジメタメトリン	212.0	94.0	20
25	アニロホス	226.0	184.0	5	104	ジメチルビンホス (E)	294.9	109.0	16
26	アメトリン	227.0	170.0	15	105	ジメチルビンホス (Z)	294.9	109.0	16
27	アラクロール	237.1	160.1	11	106	ジメテナミド	232.1	154.0	10
28	アラマイト	185.0	63.0	7	107	ジメトエート	229.0	87.0	11
29	アルドリッ	262.9	192.9	24	108	シメトリン	213.1	170.1	10
30	イサゾホス	285.0	257.0	6	109	ジメビベレート	145.0	112.0	10
31	イソキサチオン	177.0	130.0	10	110	ゾキサミド	187.0	159.0	15
32	イソキサチオンオキソン	161.0	77.0	20	111	ターバジル	161.1	88.0	18
33	イソキサジフェンエチル	165.0	115.0	30	112	ダイアジノン	304.1	179.1	11
34	イソフェンホス	255.1	213.1	10	113	ダイアレート	234.0	150.0	15
35	イソフェンホスオキソン	229.0	201.0	15	114	チオベンカルブ	257.1	100.0	9
36	イソプロカルブ	136.1	121.1	10	115	チフルザミド	448.9	428.9	10
37	イソプロチオラン	290.0	204.0	5	116	ディルドリン	262.9	192.9	25
38	イプロベンホス	204.1	91.0	10	117	テクナゼン	260.9	202.9	11
39	イザメタベンソメチルエステル	245.0	176.0	10	118	デスメディファム	181.0	122.0	15
40	ウニコナゾールP	234.1	137.1	15	119	テトラクロルビンホス	329.0	109.0	25
41	エスプロカルブ	222.1	91.1	10	120	テトラコナゾール	336.0	218.0	12
42	エタルフルラリン	276.0	202.0	10	121	テトラジホン	355.9	228.9	10
43	エチオン	231.0	175.0	15	122	デニルクロル	288.1	141.0	15
44	エディフェンホス	310.0	173.0	10	123	テブコナゾール	250.1	125.1	20
45	エトキサゾール	300.1	270.1	22	124	テブフェンピラド	318.0	131.0	15
46	エトフェンプロックス	163.0	135.0	10	125	テフルトリン	177.0	127.0	20
47	エトフメセート	207.0	137.0	15	126	デルタメトリン	253.0	174.0	7
48	エトプロホス	158.0	114.0	10	127	テルブトリン	241.0	170.0	10
49	エトリムホス	292.1	153.0	10	128	テルブホス	231.0	175.0	10
50	エボキシコナゾール	192.0	138.0	8	129	トラロメトリン	253.0	174.0	10
51	エンドリン	262.9	192.9	26	130	トリアジメノール	168.1	70.0	9
52	オキサジアゾン	175.0	112.0	10	131	トリアジメホン	208.0	181.0	10
53	オキサジキシル	163.0	132.0	20	132	トリアゾホス	257.1	162.0	10
54	オキサミル	162.0	115.0	10	133	トリアレート	268.0	184.0	19
55	オキシフルオールフェン	252.0	170.0	30	134	トリブホス	169.0	57.0	5
56	オメトエート	156.0	110.0	10	135	トリフルラリン代謝物	201.0	136.0	25
57	カズサホス	159.1	97.0	12	136	トリフルラリン	306.1	264.1	8
58	カフェンストロール	100.0	72.0	5	137	トリフロキシストロビン	222.0	162.0	10
59	カルフェントラゾンエチル	312.0	151.0	25	138	トルクロホスメチル	267.0	252.0	15
60	カルボフラン	164.1	149.1	9	139	トルフェンピラド	383.0	145.0	10
61	カルボフラン分解物	164.1	149.1	10	140	ナプロパミド	271.0	128.0	5
62	キナルホス	298.1	156.0	14	141	ニトロタルイブピル	236.0	194.0	15
63	キノキシフェン	237.0	208.0	35	142	ノルフルラゾン	303.0	145.0	25
64	キノクラミン	207.0	172.0	15	143	パクロブトラゾール	236.1	125.1	15
65	キントゼン	294.8	236.9	15	144	パラチオン	291.0	109.0	15
66	クレソキシムメチル	206.1	131.1	14	145	パラチオンメチル	263.0	109.0	12
67	クロゾリネート	188.0	147.0	17	146	ハルフェンプロックス	263.0	235.0	15
68	クロマゾン	125.0	89.0	15	147	ピコリナフェン	376.0	145.0	40
69	クロルエトキシホス	153.0	125.0	5	148	ピフェノックス	311.0	279.0	15
70	クロルタールジメチル	301.0	223.0	20	149	ピフェントリン	181.1	166.1	15
71	クロルピリホス	313.9	258.0	15	150	ビペロニルブトキシド	176.0	131.0	15
72	クロルピリホスメチル	285.9	270.9	13	151	ビペロホス	320.0	122.0	10
73	クロルフェナピル	247.0	227.0	20	152	ビラクロホス	360.1	194.0	13
74	クロルフェンソン	175.0	75.0	25	153	ビラゾホス	221.0	193.0	15
75	クロルブファム	127.0	65.0	20	154	ビラフルフェンエチル	412.0	349.0	15
76	クロルプロファム	213.1	171.0	7	155	ピリダフェンチオン	340.0	199.0	10
77	クロルペンシド	125.0	89.0	20	156	ピリダベン	364.1	309.1	5
78	クロロネブ	191.0	113.0	15	157	ピリプチカルブ	165.1	108.1	10
79	クロロベンジレート	251.0	139.0	13	158	ピリプロキシフェン	136.0	78.0	20

※CE:Collision Energy

(表 1 の続き)

No.	物質名	Q1(m/z)	Q3(m/z)	CE(eV)	No.	物質名	Q1(m/z)	Q3(m/z)	CE(eV)
159	ビリミカルブ	238.1	166.1	15	204	プロバホス	220.0	125.0	20
160	ビリミジフェン	184.0	169.0	30	205	プロバルギット	350.1	173.0	15
161	ビリミノバックメチル(E)	302.1	256.1	14	206	プロピコナゾール	259.0	191.0	10
162	ビリミノバックメチル(Z)	302.1	256.1	14	207	プロピザミド	254.0	226.0	15
163	ビリミホスメチル	305.1	290.1	12	208	プロトロジヤセン	153.0	97.0	8
164	ビリメタニル	198.1	183.1	15	209	プロフェノホス	339.0	269.0	10
165	ピロキロン	173.0	130.0	15	210	プロボキスル	152.1	110.1	10
166	ピンクロゾリン	212.0	172.0	20	211	プロマシル	205.0	132.0	30
167	フェナリモル	251.0	139.0	12	212	プロメトリン	241.0	199.0	10
168	フェニトロチオン	277.0	260.0	11	213	プロモブチド	232.0	176.0	15
169	フェノキサニル	293.1	155.0	20	214	プロモプロピレート	341.0	185.0	30
170	フェノチオカルブ	160.0	72.0	15	215	プロモホス	331.0	286.0	30
171	フェノブカルブ	150.1	121.1	10	216	ヘキサコナゾール	214.1	172.0	16
172	フェンアミドン	268.0	180.0	20	217	ヘキサジノン	171.0	71.0	20
173	フェンクロルホス	285.0	240.0	25	218	ペナラキシル	206.0	132.0	15
174	フェンチオン	278.0	109.0	15	219	ペノキサコール	259.0	120.0	18
175	フェントエート	274.0	246.0	10	220	ヘプタクロル	271.9	236.9	13
176	フェンバレート	225.1	147.1	10	221	ヘプタクロルエポキシド	352.8	262.9	14
177	フェンプロパトリン	265.1	210.0	10	222	ペンコナゾール	248.1	157.0	25
178	フェンプロピモルフ	128.0	70.0	25	223	ペンダイオカルブ	223.1	166.1	15
179	フサライド	243.0	144.0	35	224	ペンディメタリン	252.1	162.1	12
180	ブタクロール	237.1	160.1	13	225	ペンフルラリン	292.1	264.1	8
181	ブタミホス	286.1	202.1	15	226	ホサロン	182.0	111.0	11
182	ブピリメート	316.0	208.0	10	227	ボスカリド	342.0	140.0	20
183	ブプロフェジン	190.0	175.0	10	228	ホスチアゼート	283.1	195.0	7
184	フリラゾール	220.0	83.0	10	229	ホスファミドン	264.1	127.0	15
185	フルアクリピリム	204.0	189.0	15	230	ホスメット	160.0	133.0	15
186	フルキンコナゾール	340.0	108.0	25	231	ホレート	121.0	65.0	6
187	フルジオキシニル	248.0	127.0	26	232	マラチオン	173.0	127.0	7
188	フルシトリネート	199.1	157.1	7	233	ミクロブタニル	288.1	179.1	7
189	フルシラゾール	233.1	152.1	20	234	メカルバム	131.0	74.0	15
190	フルチアセットメチル	403.0	219.0	10	235	メトラキシル	206.0	162.0	10
191	フルトラニル	173.1	145.1	15	236	メチダチオン	145.0	85.0	15
192	フルトリアホール	123.0	95.0	15	237	メトキシクロール	227.0	169.0	25
193	フルバリネート	250.1	200.1	17	238	メトプレン	153.0	111.0	5
194	フルフェンビルエチル	408.0	345.0	10	239	メトミノストロビン (E)	191.0	160.0	15
195	フルミオキサジン	354.1	326.1	10	240	メトミノストロビン (Z)	191.0	160.0	15
196	フルミクロラックペンチル	423.0	318.0	15	241	メトラクロール	238.1	162.1	15
197	フルリドン	328.0	259.0	35	242	メビンホス	192.0	127.0	5
198	ブレチラクロール	262.1	202.1	15	243	メフェナセット	192.1	136.0	15
199	プロシミドン	283.0	96.0	9	244	メフェンビルジエチル	299.0	253.0	10
200	プロチオホス	267.0	239.0	10	245	メブロンル	269.1	119.1	14
201	プロバクロール	120.0	77.0	15	246	モノクロトホス	127.0	109.0	10
202	プロパジン	214.0	172.0	10	247	レナシル	153.1	136.1	15
203	プロパニル	217.0	161.0	9					

※CE: Collision Energy

表 2 妥当性評価結果

No	物質名	玄米				ほうれんそう			
		真度 (%)	併行 精度 (%)	室内 精度 (%)	評価	真度 (%)	併行 精度 (%)	室内 精度 (%)	評価
1	1,1-ジクロロ-2,2-ビス (4-エチルフェニル) エタン	98	4.2	7.0	○	91	1.6	13.1	○
2	2- (1-ナフチル) アセタミド	108	5.1	8.4	○	110	4.3	6.5	○
3	2,4-ジクロロアニリン	37	24.4	24.4	×	24	12.6	24.1	×
4	cis-クロルデン	96	10.7	17.9	○	91	3.1	13.0	○
5	EPN	113	1.5	8.8	○	107	4.7	7.8	○
6	op`-DDD	100	4.9	6.1	○	77	4.5	20.1	○
7	op`-DDE	94	6.6	6.6	○	92	4.4	11.7	○
8	op`-DDT	99	2.7	6.4	○	86	3.6	12.9	○
9	pp`-DDD	106	2.4	6.2	○	85	4.2	11.8	○
10	pp`-DDE	97	2.8	6.9	○	83	3.9	10.1	○
11	pp`-DDT	106	3.2	9.1	○	90	4.1	10.6	○
12	trans-クロルデン	95	12.4	17.1	○	95	5.7	12.6	○
13	XMC	99	3.8	11.0	○	107	3.4	10.2	○
14	α-BHC	83	5.3	11.4	○	82	4.5	16.6	○
15	α-クロルフェンビンホス	105	4.3	7.8	○	99	4.4	5.5	○

(表 2 の続き)

No	物質名	玄米				ほうれんそう			
		真度 (%)	併行 精度 (%)	室内 精度 (%)	評価	真度 (%)	併行 精度 (%)	室内 精度 (%)	評価
16	β -BHC	97	7.3	8.6	○	66	8.1	24.5	×
17	β -クロルフェンビンホス	103	4.9	6.1	○	94	3.8	5.6	○
18	γ -BHC	92	10.7	10.7	○	69	10.1	25.8	×
19	δ -BHC	99	6.4	8.9	○	80	7.0	11.6	○
20	アクリナトリン	85	5.3	11.3	○	79	3.6	10.2	○
21	アザコナゾール	103	4.7	5.6	○	94	4.1	11.4	○
22	アジンホスメチル	118	1.9	8.6	○	118	3.4	11.2	○
23	アセトクロール	105	2.9	8.4	○	99	2.0	7.7	○
24	アトラジン	102	5.4	8.9	○	93	7.5	7.9	○
25	アニロホス	114	3.5	4.7	○	95	2.3	14.8	○
26	アメトリン	109	5.4	10.5	○	93	4.5	12.2	○
27	アラクロール	106	4.0	9.9	○	87	4.1	9.9	○
28	アラマイト	109	10.5	10.7	○	97	5.0	20.6	○
29	アルドリノ	87	8.2	8.8	○	73	11.9	16.0	○
30	イサゾホス	104	7.7	9.8	○	86	8.0	14.3	○
31	イソキサチオン	106	6.7	6.7	○	102	5.6	9.0	○
32	イソキサチオンオキソン	78	15.8	29.1	○	87	43.3	45.8	×
33	イソキサンジフェンエチル	112	12.1	12.1	○	86	9.6	9.6	○
34	イソフェンホス	97	8.2	14.8	○	85	4.5	14.4	○
35	イソフェンホスオキソン	109	5.2	8.4	○	97	4.6	11.0	○
36	イソプロカルブ	90	4.1	12.4	○	102	3.6	8.9	○
37	イソプロチオラン	112	6.7	8.8	○	84	9.2	17.7	○
38	イプロベンホス	111	3.8	8.2	○	100	2.2	14.1	○
39	イマザメタベンズメチルエステル	107	6.0	6.2	○	81	6.2	22.8	○
40	ユニコナゾールP	113	3.7	11.3	○	111	5.8	16.9	○
41	エスプロカルブ	100	3.3	5.3	○	98	2.9	10.0	○
42	エタルフルラリン	87	4.3	12.5	○	93	4.4	15.4	○
43	エチオン	110	4.4	9.1	○	101	2.6	13.8	○
44	エディフェンホス	102	4.0	7.4	○	103	3.2	11.0	○
45	エトキサゾール	106	2.7	10.4	○	97	1.6	9.1	○
46	エトフェンプロックス	111	2.6	9.1	○	106	1.3	12.1	○
47	エトフメセート	111	8.3	9.0	○	81	9.2	22.9	○
48	エトプロホス	91	4.8	9.2	○	93	13.3	24.3	○
49	エトリムホス	103	5.4	6.2	○	99	3.4	3.7	○
50	エポキシコナゾール	106	1.7	7.7	○	104	2.7	12.3	○
51	エンドリン	105	6.1	14.6	○	81	9.2	20.0	○
52	オキサジアゾン	105	5.4	6.2	○	62	8.3	40.1	×
53	オキサジキシル	98	4.9	15.0	○	75	11.2	22.5	○
54	オキサミル	109	14.2	22.4	○	149	10.2	10.9	×
55	オキシフルオルフェン	103	14.2	14.2	○	98	6.2	6.9	○
56	オメトエート	51	6.1	12.2	×	73	4.1	11.7	○
57	カズサホス	95	4.0	7.0	○	93	6.4	7.5	○
58	カフェンストロール	104	2.2	11.5	○	111	2.5	14.2	○
59	カルフェントラゾンエチル	108	8.1	8.1	○	85	3.4	13.2	○
60	カルボフラン	103	2.6	7.3	○	97	2.3	19.8	○
61	カルボフラン分解物	68	8.3	53.5	×	86	5.2	33.5	×
62	キナルホス	107	6.2	8.3	○	94	5.5	11.0	○
63	キノキシフェン	104	2.7	9.7	○	84	5.3	13.3	○
64	キノクラミン	104	4.2	6.6	○	92	5.0	10.6	○
65	キントゼン	86	4.6	5.7	○	85	6.1	6.1	○
66	クレソキシムメチル	99	8.7	8.7	○	89	6.5	10.6	○
67	クロゾリネート	38	14.8	37.0	×	21	22.7	104.4	×
68	クロマゾン	98	3.8	4.6	○	79	6.3	25.1	○
69	クロルエトキシホス	73	10.2	15.8	○	83	6.9	19.5	○
70	クロルタールジメチル	98	5.1	8.5	○	79	6.0	11.2	○
71	クロルピリホス	103	4.2	6.5	○	86	6.1	8.6	○
72	クロルピリホスメチル	102	4.6	9.9	○	92	4.2	7.5	○
73	クロルフェナピル	105	16.9	16.9	○	98	13.1	29.6	○
74	クロルフェンソン	111	7.9	10.1	○	82	7.2	23.5	○
75	クロルブファム	105	5.0	6.2	○	96	7.4	20.4	○

(表 2 の続き)

No	物質名	玄米				ほうれんそう			
		真度 (%)	併行 精度 (%)	室内 精度 (%)	評価	真度 (%)	併行 精度 (%)	室内 精度 (%)	評価
76	クロルプロファム	98	4.5	8.2	○	99	5.9	9.2	○
77	クロルベンシド	106	6.5	12.6	○	96	4.0	29.6	○
78	クロロネブ	69	9.8	13.5	×	85	3.0	10.0	○
79	クロロベンジレート	106	3.0	6.2	○	99	2.5	5.7	○
80	シアナジン	99	10.4	10.4	○	91	6.5	21.0	○
81	シアノホス	96	5.6	5.6	○	91	3.1	5.9	○
82	ジエトフェンカルブ	108	5.9	7.7	○	100	3.7	11.3	○
83	ジオキサチオン	100	5.5	6.1	○	87	9.6	10.8	○
84	ジクロシメット	107	6.9	6.9	○	92	3.5	6.0	○
85	ジクロトホス	97	6.9	12.1	○	88	11.5	29.4	○
86	ジクロフェンチオン	100	4.9	7.3	○	94	3.6	5.3	○
87	ジクロホップメチル	102	3.3	12.4	○	103	6.9	13.4	○
88	ジクロラン	93	4.6	6.0	○	95	5.4	8.9	○
89	ジクロルボス	29	28.3	34.4	×	37	3.3	27.6	×
90	ジスルホトン	105	11.3	28.2	○	77	2.8	49.3	×
91	ジスルホトンスルホン体	110	8.0	9.5	○	97	7.8	23.4	○
92	シニドシエチル	97	8.5	13.8	○	102	10.5	18.4	○
93	シハロトリン	112	3.7	11.3	○	110	5.0	10.8	○
94	シハロホップブチル	109	2.7	11.8	○	112	3.3	7.8	○
95	ジフェナミド	102	4.7	14.6	○	87	11.4	15.1	○
96	ジフェノコナゾール	119	2.0	8.0	○	108	6.0	18.7	○
97	シフルトリン	119	2.5	11.4	○	104	11.8	18.8	○
98	ジフルフェニカン	103	1.7	12.0	○	95	5.6	8.5	○
99	シプロコナゾール	108	7.5	10.0	○	98	4.2	15.9	○
100	シプロジニル	98	7.9	10.7	○	90	10.5	10.5	○
101	シペルメトリン	118	2.7	14.5	○	113	7.7	24.4	○
102	シマジン	97	8.0	8.0	○	95	4.2	9.2	○
103	ジメタメトリン	104	4.9	6.8	○	91	3.4	14.1	○
104	ジメチルビンホス (E)	102	4.6	7.5	○	90	3.6	10.1	○
105	ジメチルビンホス (Z)	101	5.0	6.4	○	89	2.1	13.6	○
106	ジメテナミド	103	6.5	10.3	○	94	4.6	7.0	○
107	ジメトエート	156	10.7	10.7	×	143	7.8	7.8	×
108	シメトリン	109	3.6	8.1	○	101	3.1	7.5	○
109	ジメピペレート	106	4.4	9.6	○	102	7.0	9.8	○
110	ゾキサミド	111	2.2	6.9	○	100	1.1	26.0	○
111	ターバジル	111	8.0	9.5	○	102	4.0	16.2	○
112	ダイアジノン	103	5.9	7.0	○	92	5.0	5.8	○
113	ダイアレート	88	8.0	9.8	○	80	6.9	16.0	○
114	チオベンカルブ	100	8.2	8.2	○	93	7.0	7.0	○
115	チフルザミド	108	5.6	5.5	○	100	4.0	14.5	○
116	ディルドリン	99	10.7	18.8	○	75	18.8	27.4	○
117	テクナゼン	69	9.2	14.0	×	86	4.0	11.9	○
118	デスメディファム	105	8.5	15.2	○	104	7.8	14.5	○
119	テトラクロルビンホス	113	5.4	10.2	○	98	5.8	14.4	○
120	テトラコナゾール	106	5.2	7.4	○	94	4.5	12.5	○
121	テトラジホン	102	2.1	16.4	○	95	4.3	7.6	○
122	テニルクロル	105	2.6	13.4	○	87	5.0	9.6	○
123	テブコナゾール	113	2.3	8.9	○	95	3.4	4.2	○
124	テブフェンピラド	108	1.7	10.3	○	96	4.7	10.5	○
125	テフルトリン	101	3.9	5.7	○	91	3.9	10.4	○
126	デルタメトリン	115	3.5	12.7	○	115	7.7	9.5	○
127	テルブトリン	112	7.0	8.0	○	102	3.4	8.6	○
128	テルブホス	107	9.0	14.8	○	96	4.0	25.4	○
129	トラロメトリン	109	3.0	9.1	○	112	7.7	8.7	○
130	トリアジメノール	119	4.1	11.9	○	113	5.9	5.9	○
131	トリアジメホン	105	5.1	8.1	○	85	5.8	15.4	○
132	トリアゾホス	109	2.9	6.4	○	97	4.8	14.8	○
133	トリアレート	99	4.3	4.9	○	84	3.4	10.3	○
134	トリブホス	113	8.3	9.9	○	105	6.5	20.5	○
135	トリフルミゾール代謝物	102	8.1	8.9	○	81	5.7	12.7	○

(表 2 の続き)

No	物質名	玄米				ほうれんそう			
		真度 (%)	併行 精度 (%)	室内 精度 (%)	評価	真度 (%)	併行 精度 (%)	室内 精度 (%)	評価
136	トリフルラリン	91	3.7	7.5	○	93	1.7	10.1	○
137	トリフロキシストロビン	121	5.4	5.9	×	99	3.9	14.6	○
138	トルクロホスメチル	101	3.9	7.7	○	88	3.5	10.5	○
139	トルフェンピラド	114	2.3	6.8	○	126	2.8	11.4	×
140	ナプロパミド	96	11.7	13.5	○	101	7.3	11.4	○
141	ニトロタールイソプロピル	97	7.0	7.0	○	82	3.2	13.8	○
142	ノルフルラゾン	101	2.1	5.9	○	99	3.3	8.8	○
143	バクロブトラゾール	114	7.2	7.2	○	118	5.1	18.6	○
144	パラチオン	105	4.8	4.8	○	91	6.6	12.5	○
145	パラチオンメチル	105	3.7	6.5	○	100	2.4	7.3	○
146	ハルフェンブロックス	118	4.0	17.3	○	125	2.8	16.7	×
147	ピコリナフェン	107	8.2	12.4	○	99	4.8	10.8	○
148	ビフェノックス	133	13.0	25.5	×	105	13.1	26.5	○
149	ビフェントリン	106	4.7	9.0	○	93	1.7	11.3	○
150	ピペロニルブトキシド	107	4.1	7.1	○	87	3.4	14.5	○
151	ピペロホス	112	2.3	6.6	○	106	2.0	8.0	○
152	ピラクロホス	120	2.6	13.1	○	124	3.1	15.7	×
153	ピラゾホス	109	2.0	5.7	○	91	6.6	20.8	○
154	ピラフルフェンエチル	105	2.0	14.8	○	99	4.2	6.6	○
155	ピリダフェンチオン	107	3.1	10.5	○	101	2.5	12.4	○
156	ピリダベン	111	3.5	15.7	○	112	2.5	7.1	○
157	ピリブチカルブ	113	4.1	9.0	○	98	2.3	28.5	○
158	ピリプロキシフェン	109	1.6	6.4	○	110	2.5	3.8	○
159	ピリミカルブ	104	4.6	6.4	○	97	4.4	7.6	○
160	ピリミジフェン	28	13.6	45.7	×	67	20.1	20.1	×
161	ピリミノバックメチル(E)	108	3.2	8.6	○	100	2.9	6.3	○
162	ピリミノバックメチル(Z)	104	4.6	5.4	○	95	2.0	5.5	○
163	ピリミホスメチル	106	6.0	7.2	○	97	5.0	6.4	○
164	ピリメタニル	101	3.2	6.5	○	95	2.6	8.8	○
165	ピロキロン	103	4.6	6.0	○	88	4.2	7.5	○
166	ビンクロゾリン	101	6.6	13.9	○	79	11.8	19.6	○
167	フェナリモル	104	3.6	10.4	○	98	1.6	7.8	○
168	フェントロチオン	107	6.3	10.7	○	95	4.9	11.2	○
169	フェノキサニル	105	4.8	11.7	○	95	5.5	9.7	○
170	フェノチオカルブ	107	3.3	7.0	○	98	7.0	11.2	○
171	フェノブカルブ	95	3.7	9.1	○	98	4.0	8.3	○
172	フェンアミドシ	110	2.5	11.2	○	90	3.7	11.5	○
173	フェンクロルホス	103	4.7	9.3	○	85	3.4	11.2	○
174	フェンチオン	103	7.3	17.4	○	90	3.8	28.0	○
175	フェントエート	103	5.3	8.8	○	81	7.1	19.6	○
176	フェンバレレート	101	2.5	11.8	○	101	3.3	10.6	○
177	フェンプロパトリン	110	3.0	10.0	○	96	3.6	10.0	○
178	フェンプロピモルブ	105	5.1	6.2	○	87	4.8	16.1	○
179	フサライド	86	10.5	14.8	○	71	9.8	14.8	○
180	ブタクロール	106	9.0	12.0	○	103	5.3	11.8	○
181	ブタミホス	107	4.5	7.7	○	99	3.2	6.5	○
182	ブピリメート	101	6.9	10.6	○	87	4.5	14.3	○
183	ブプロフェジン	101	12.2	12.9	○	75	19.0	43.9	×
184	フリラゾール	90	8.0	8.5	○	76	5.8	12.9	○
185	フルアクリピリム	111	5.5	11.8	○	75	8.6	30.1	×
186	フルキンコナゾール	110	2.7	12.2	○	99	1.8	7.0	○
187	フルジオキサニル	107	3.9	6.3	○	106	4.8	11.7	○
188	フルシトリネート	112	2.6	7.4	○	126	2.4	13.7	×
189	フルシラゾール	99	7.9	14.6	○	90	6.2	17.1	○
190	フルチアセトメチル	78	21.5	48.6	×	111	7.8	13.8	○
191	フルトラニル	119	3.7	5.9	○	91	3.0	23.2	○
192	フルトリアホール	105	6.3	9.4	○	91	7.9	17.1	○
193	フルバリネート	103	3.6	5.4	○	112	3.1	8.0	○
194	フルフェンピルエチル	102	4.6	7.7	○	106	1.5	9.5	○
195	フルミオキサジン	100	2.9	12.3	○	105	3.8	11.9	○

(表 2 の続き)

No	物質名	玄米				ほうれんそう			
		真度 (%)	併行 精度 (%)	室内 精度 (%)	評価	真度 (%)	併行 精度 (%)	室内 精度 (%)	評価
196	フルミクロラックペンチル	98	4.1	12.1	○	108	3.7	8.2	○
197	フルリドン	111	3.0	11.5	○	104	4.9	20.9	○
198	プレチラクロール	102	8.6	9.4	○	89	7.2	12.1	○
199	プロシミドン	103	7.6	7.6	○	91	4.6	8.5	○
200	プロチオホス	105	4.8	9.8	○	97	5.6	11.5	○
201	プロパクロール	87	3.9	9.8	○	98	3.3	14.0	○
202	プロパジン	101	5.1	5.5	○	78	3.7	20.9	○
203	プロパニル	103	6.7	6.7	○	102	2.6	7.2	○
204	プロパホス	115	8.5	19.4	○	111	3.0	26.9	○
205	プロパルギット	110	7.7	10.3	○	104	8.3	9.9	○
206	プロピコナゾール	112	5.5	12.7	○	96	5.1	9.2	○
207	プロピザミド	107	5.6	8.3	○	96	5.8	10.1	○
208	プロヒドロジヤスモン	116	6.6	14.7	○	90	4.7	29.0	○
209	プロフェノホス	100	2.5	9.4	○	93	5.9	12.3	○
210	プロポキスル	95	4.1	9.2	○	104	3.3	12.5	○
211	プロマシル	104	5.3	17.8	○	111	5.6	10.4	○
212	プロメトリン	111	6.0	12.2	○	86	6.4	19.8	○
213	プロモブチド	107	8.3	11.2	○	88	4.3	9.6	○
214	プロモプロピレート	107	3.5	13.2	○	89	1.5	14.9	○
215	プロモホス	99	4.6	5.5	○	79	9.4	11.7	○
216	ヘキサコナゾール	105	10.9	13.3	○	105	13.6	18.8	○
217	ヘキサジノン	111	4.9	9.8	○	91	1.4	13.2	○
218	ベナラキシル	105	6.5	6.5	○	83	8.2	20.2	○
219	ベノキサコール	106	4.3	11.1	○	94	3.5	5.0	○
220	ヘプタクロル	96	2.7	11.8	○	79	4.2	20.4	○
221	ヘプタクロルエポキシド	93	4.3	11.1	○	75	7.6	16.0	○
222	ペンコナゾール	104	5.3	7.0	○	89	3.9	12.8	○
223	ベンダイオカルブ	97	4.5	9.6	○	87	6.9	19.6	○
224	ペンディメタリン	100	8.1	8.1	○	93	6.3	8.1	○
225	ベンフルラリン	89	3.9	8.3	○	91	2.3	8.0	○
226	ホサロン	114	2.4	8.6	○	111	2.6	13.1	○
227	ボスカリド	110	2.6	16.2	○	118	1.5	12.3	○
228	ホスチアゼート	116	13.2	18.1	○	100	11.6	17.5	○
229	ホスファミドン	106	6.4	8.9	○	96	5.0	11.8	○
230	ホスメット	90	5.7	12.2	○	82	4.8	11.4	○
231	ホレート	94	8.7	19.7	○	89	3.9	33.4	×
232	マラチオン	97	8.6	9.0	○	81	6.3	15.1	○
233	ミクロブタニル	103	8.9	15.8	○	94	12.3	21.5	○
234	メカルバム	104	7.7	10.7	○	86	7.6	23.5	○
235	メタラキシル	116	6.0	9.0	○	83	6.3	17.6	○
236	メチダチオン	110	7.6	8.0	○	84	4.3	30.6	×
237	メトキシクロール	105	2.2	10.4	○	93	2.3	12.7	○
238	メトプレレン	160	11.3	13.2	×	103	4.3	11.3	○
239	メトミノストロビン (E)	115	7.4	12.8	○	86	4.7	18.2	○
240	メトミノストロビン (Z)	96	8.0	8.0	○	83	7.9	23.8	○
241	メトラクロール	104	4.7	7.5	○	93	6.2	9.7	○
242	メビンホス	79	4.7	12.9	○	85	5.7	5.7	○
243	メフェナセツト	114	2.8	10.6	○	101	1.5	17.5	○
244	メフェンピルジエチル	101	3.7	9.4	○	89	3.0	10.4	○
245	メプロニル	112	4.2	4.2	○	113	2.6	7.2	○
246	モノクロトホス	83	4.2	8.3	○	77	4.0	30.2	×
247	レナシル	119	3.7	9.4	○	101	4.7	20.0	○

※1 評価は全てのパラメーターの目標値を満足したものを○、いずれかのパラメーターで目標値を満足しなかったものを×とした。

※2 添加濃度0.01ppmにおける目標値 真度:70~120%, 併行精度:RSD%<25, 室内精度:RSD%<30