

表 1 農薬の暫定基準が設定される加工食品*

食品分類	暫定基準 設定品目数	基準値 (ppm)	
		最小値	最大値
粗製植物油及び食用植物油(精製油)	78	0.01	80
綿実油(粗製, 食用)	29	0.01	3
大豆油(粗製, 精製)	11	0.02	1
らっかせい油(粗製, 食用)	9	0.01	15
ヒマワリ油(粗製, 食用)	8	0.05	1
コーン油(粗製, 食用)	7	0.02	80
なたね油(粗製, 食用)	6	0.05	5.0
オリーブ油(初搾, 精製)	5	0.05	25
植物油(粗製, 食用)	2	0.05	0.5
亜麻仁油(粗製)	1	0.05	0.05
製粉化穀類(初期製粉の段階)及び穀類製粉画分	56	0.02	170
小麦粉	15	0.03	10
小麦ふすま	15	0.3	80
小麦全粒粉	11	0.5	50
小麦胚芽	4	1	90
精米	4	0.02	1
米ぬか	2	10	170
ライ麦全粒粉	2	4	5
ライ麦粉	1	3	3
ライ麦ふすま	1	10	10
トウモロコシ粉	1	0.2	0.2
乾燥果実	27	0.01	250
干しぶどう	14	0.1	100
乾燥プルーン	4	2	20
乾燥果実	4	0.01	30
乾燥いちじく類	2	10	250
乾燥なつめやし	2	0.5	100
乾燥もも	1	50	50
果実果汁	8	0.01	10
トマト果汁	3	0.01	3
りんご果汁	2	0.2	10
オレンジ果汁	1	0.3	0.3
ぶどう果汁	1	1	1
柑橘類果汁	1	0.05	0.05
動物飼料を目的とした果実と野菜加工に派生する副産物			
柑橘類乾燥果肉	3	10	25
植物由来の多種の派生の可食製品			
オリーブ加工品	1	0.05	0.05
乾燥野菜			
乾燥野菜	1	0.01	0.01
乾燥ハーブ			
乾燥ハーブ	1	400	400
乾燥肉および干し魚			
干し魚	1	8	8
その他			
トマトペースト	2	2.2	10
トマトピューレー	1	2	2
いくら	1	20	20
すじこ	1	20	20

* 食品に残留する農薬等に関するポジティブリスト制度における暫定基準の設定について(最終案), 平成17年6月3日.

表2 加工食品に暫定基準が設定される農薬*

No.	品目名	分析対象	GC/MS 測定可否	基準値 (ppm)		基準設定 食品数	備考
				最小値	最大値		
1	アミトラス	amitraz amitraz-metabolite**	○ ○	0.05	0.05	1	
2	アルジカルブ	aldicarb	△(分解物)	0.01	0.01	2	測定時に分解するため分解物を測定
3	イミダクロプリド	imidacloprid	×	0.03	10	3	
4	エテホン	ethephon	×	5	10	2	
5	エンドスルファン	α-endosulfan β-endosulfan	○ ○	0.5	0.5	1	
6	カルバリル	carbaryl	△(分解)	0.05	170	11	GC/MS測定時に分解しやすい
7	カンタキサンチン	canthaxanthin	×	20	20	2	
8	グリホサート	glyphosate	×	0.05	0.05	2	
9	グルホシネート	glufosinate-ammonium	×	0.05	0.05	2	
10	クレスキシムメチル	kresoxim-methyl	○	0.7	2	2	
11	クレトジム	clethodim	×	0.1	1	7	
12	クロルデン	cis-chlordane trans-chlordane	○ ○	0.02	0.05	5	
13	クロルピリホス	chlorpyrifos	○	0.05	0.2	4	
14	クロルピリホスメチル	chlorpyrifos-methyl	○	2	20	2	
15	クロルメコート	chlomequat	×	0.1	10	7	
16	酸化フェンブタスズ	fenbutatin oxide	×	10	25	3	
17	ジクワット	diquat	×	0.05	5	5	
18	ジコホール	dicofol	△(分解)	0.5	3	3	GC/MS測定時に分解しやすい
19	シハロトリン	cyhalothrin	○	0.02	0.02	2	
20	ジフェニルアミン	diphenylamine	○	10	10	1	
21	シベルメトリン	cypermethrin	○	0.5	0.5	1	
22	ジメチピン	dimethipin	○	0.1	0.1	2	
23	ジメトエート	dimethoate	○	0.05	0.05	2	
24	臭素(臭化メチル)	bromide(methyl-bromide)	×	20	400	8	
25	スピノサド	spinosyn A spinosyn D	×	0.01	0.01	2	
26	ダイアジノン	diazinon	○	2	2	1	
27	テブコナゾール	tebuconazole	○	3	3	1	
28	テブフェノジド	tebufenozide	×	2	2	1	
29	デルタメトリン及びトラロメトリン	deltamethrin tralomethrin	○ △(分解)	0.3	5	3	tralomethrinは、GC/MS測定時にdeltamethrinに交換される。
30	テルブホス	terbufos	○	0.05	0.05	1	
31	パラコート	paraquat	×	0.05	0.05	3	
32	パラチオンメチル	parathion-methyl	○	1	1	1	
33	ビオレスメトリン	bioresmethrin	○	1	5	4	
34	ピフェナゼート	bifenazate	○	1.2	1.2	1	
35	ピフェントリン	bifenthrin	○	0.2	2	3	
36	ピペロニルブトキシド	piperonyl butoxide	○	0.05	90	8	
37	ピリプロキシフェン	pyriproxyfen	○	0.01	0.01	2	
38	ピリミホスメチル	pirimiphos-methyl	○	0.5	15	5	
39	ピレトリン	pyrethrin I pyrethrin II	○ ○	0.2	0.2	1	
40	フェナミホス	fenamiphos	○	0.05	0.05	2	
41	フェナリモル	fenarimol	○	0.2	0.2	1	
42	フェントロチオン	fenitrothion	○	1	20	4	
43	フェンアミドン	fenamidone	○	2	2.2	2	
44	フェンチオン	fenthion	○	1	1	1	
45	フェンバレーレート	fenvalerate	○	0.1	5	5	
46	フェンプロパトリン	fenpropathrin	○	3	3	1	
47	フルシラゾール	flusilazole	○	1	1	1	
48	フルトラニル	flutolanil	○	1	10	2	
49	プロシミドン	procymidone	○	0.5	0.5	1	
50	プロバルギット	propargite	○	0.2	12	11	
51	プロフェノホス	profenofos	○	0.05	0.05	2	
52	ヘプタクロル	heptachlor heptachlor epoxide	○ ○	0.02	0.5	2	
53	ペルメトリン	permethrin	○	0.1	5	8	
54	ペンコナゾール	penconazole	○	0.5	0.5	1	
55	ボスカリド	boscalid	○	0.15	8.5	3	
56	ホレート	phorate	○	0.05	0.05	2	
57	馬拉チオン	malathion	○	0.01	20	3	
58	メソミル及びチオジカルブ	methomyl thiodicarb methomyl oxime	×	0.02	0.2	4	
59	メチダチオン	methidathion	○	2	2	2	
60	メトプレン	methoprene	○	0.2	10	4	
61	リン化水素	hydrogen phosphide	×	0.01	0.01	2	

* 食品に残留する農薬等に関するポジティブリスト制度における暫定基準の設定について(最終案)、平成17年6月3日。

**amitraz-metabolite: N-(2,4-dimethylphenyl)-N'-methylformamidine.

表3 検討対象農薬の保持時間及びモニターイオン

農薬	加工食品基準	RT (min)	モニターイオン(amu)			農薬	加工食品基準	RT (min)	モニターイオン(amu)		
			1	2	3				1	2	3
有機塩素系農薬(29)					ピレスロイド系農薬(17)						
aldrin		14.69	<u>260.8</u>	262.8	acrinathrin-1		19.80	<u>181.0</u>	289.0		
alpha-BHC		11.79	<u>218.9</u>	182.9	acrinathrin-2		20.02	<u>181.0</u>	289.0		
beta-BHC		12.30	<u>218.9</u>	182.9	bifenthrin	+	18.90	<u>181.1</u>			
gamma-BHC		12.48	<u>218.9</u>	182.9	bioresmethrin-1	+	18.34	<u>123.1</u>	171.0		
delta-BHC		13.05	<u>218.9</u>	182.9	bioresmethrin-2	+	18.46	<u>123.1</u>	171.0		
captafol		18.49	<u>79.0</u>	183.0	cyfluthrin-1		21.23	<u>206.0</u>	226.0	199.0	
captan		15.61	<u>79.0</u>	149.0	cyfluthrin-2		21.33	<u>206.0</u>	226.0	199.0	
cis-chlordane	+	16.14	<u>372.8</u>		cyfluthrin-3		21.39	<u>206.0</u>	226.0	199.0	
trans-chlordane	+	15.89	<u>372.8</u>	374.8	cyfluthrin-4		21.43	<u>206.0</u>	226.0	199.0	
chlorobenzilate		17.16	<u>250.9</u>		cyhalothrin-1	+	19.70	<u>197.0</u>	181.0		
chlorothalonil		12.80	<u>265.9</u>	263.9	cyhalothrin-2	+	19.88	<u>197.0</u>	181.0		
chlorthal-dimethyl		14.66	<u>300.9</u>		cypermethrin-1	+	21.56	<u>162.9</u>	181.0	164.9	
p,p'-DDD		17.34	<u>235.0</u>		cypermethrin-2	+	21.66	<u>162.9</u>	181.0	164.9	
p,p'-DDE		16.54	<u>317.9</u>		cypermethrin-3	+	21.72	<u>162.9</u>	181.0	164.9	
o,p'-DDT		17.39	<u>235.0</u>		cypermethrin-4	+	21.76	<u>162.9</u>	181.0	164.9	
p,p'-DDT		18.05	<u>235.0</u>		deltamethrin-1	+	23.28	<u>181.0</u>	252.9		
dicofol	+	19.18	<u>251.0</u>		deltamethrin-2	+	23.55	<u>181.0</u>	252.9		
dicofol-dec.*		14.89	<u>139.0</u>		etofenprox		21.92	<u>163.0</u>	164.0		
dieldrin		16.69	<u>262.8</u>		fenpropathrin	+	19.10	<u>181.1</u>			
alpha-endosulfan	+	16.17	<u>240.9</u>	242.9	fenvalerate-1	+	22.58	<u>225.0</u>	167.0	181.0	
beta-endosulfan	+	17.29	<u>240.9</u>	160.0	fenvalerate-2	+	22.82	<u>225.0</u>	167.0	181.0	
endosulfan sulfate		18.01	<u>271.8</u>	273.8	flucythrinate-1		21.73	<u>199.0</u>	157.0	181.0	
endrin		17.09	<u>262.8</u>		flucythrinate-2		21.94	<u>199.0</u>	157.0	181.0	
heptachlor	+	13.97	<u>271.7</u>		fluvalinate-1		22.69	<u>250.0</u>	252.0	181.0	
heptachlor epoxide	+	15.44	<u>352.8</u>		fluvalinate-2		22.77	<u>250.0</u>	252.0	181.0	
hexachlorobenzene		11.86	<u>283.8</u>	285.8	halfenprox		21.66	<u>262.9</u>	264.9		
methoxychlor		19.07	<u>227.1</u>		permethrin-1	+	20.71	<u>183.0</u>	184.0		
oxychlordane		15.43	<u>388.8</u>		permethrin-2	+	20.84	<u>183.0</u>	184.0		
pentachlorophenol		12.36	<u>265.8</u>	267.8	pyrethrins						
quintozene		12.36	<u>236.8</u>	248.8	pyrethrin I	+	17.62	<u>123.1</u>	133.0	160.0	
カーバメート系農薬(19)					pyrethrin II	+	20.16	<u>160.0</u>	107.0	133.0	
aldicarb**	+	3.75	<u>115.0</u>	100.0	cinerin I		16.67	<u>123.1</u>	150.1		
bendiocarb		11.40	<u>151.0</u>	166.0	cinerin II		19.52	<u>107.0</u>	121.0	167.0	
butylate		8.72	<u>146.0</u>	174.0	jasmolin I		17.37	<u>123.0</u>	164.1	133.0	
carbaryl	+	13.89	<u>115.0</u>	144.0	jasmolin II		20.13	<u>163.1</u>	107.0	167.1	
carbofuran		12.13	<u>164.1</u>	149.0	silafuofen		22.07	<u>286.0</u>	258.0	181.0	
chlorpropham		11.25	<u>213.0</u>	127.0	tefluthrin		12.91	<u>177.0</u>	197.0		
diethofencarb		14.57	<u>267.2</u>		その他の農薬(8)						
EPTC		7.94	<u>128.1</u>	132.1	86.0	benfuresate		13.48	<u>163.0</u>	256.0	
esprocarb		14.43	<u>222.1</u>	162.1	biphenyl		8.33	<u>154.1</u>	153.1		
ethiofencarb		13.34	<u>107.0</u>	168.0	bromopropylate		18.99	<u>340.9</u>			
fenobucarb		10.69	<u>121.0</u>	150.0	dimethipin	+	12.29	<u>118.0</u>	54.1		
isoprocarb		9.91	<u>121.0</u>	136.0	methoprene	+	15.67	<u>73.1</u>	111.0		
methiocarb		14.28	<u>168.0</u>	153.0	o-phenylphenol		9.80	<u>170.1</u>	169.1		
methomyl oxime	+	5.09	<u>88.0</u>	105.0	piperonyl butoxide	+	18.42	<u>176.1</u>	177.1		
oxamyl**		9.85	<u>72.0</u>	161.9	propargite-1	+	18.31	<u>350.1</u>	173.1		
pirimicarb		13.15	<u>166.1</u>	238.1	propargite-2	+	18.34	<u>350.1</u>	173.1		
propamocarb		8.55	<u>58.0</u>	188.1							
propoxur		10.71	<u>110.0</u>	152.0							
thiobencarb		14.61	<u>100.1</u>	257.0							

* dicofolの分解物(4,4'-dichlorobenzophenone). ** 分解物を測定.

RT: スプリットレス注入法の場合の保持時間. 大量注入法の場合の保持時間は、この値に1を足した値となる.

下線: 定量イオン. 「+」: 加工食品に残留基準値が設定された農薬.

異性体の存在により複数のピークが検出された場合には、農薬名の後に保持時間順に番号をつけた.

表3 検討対象農薬の保持時間及びモニターイオン(続き)

農薬	加工食品基準	RT (min)	モニターイオン(amu)			農薬	加工食品基準	RT (min)	モニターイオン(amu)		
			1	2	3				1	2	3
有機リン系農薬(54)						有機窒素系農薬(56)					
acephate		8.79	<u>136.0</u>	94.0	141.9	acetamidrid		18.80	<u>126.0</u>	152.0	
azinphos-ethyl		20.27	<u>160.0</u>	132.0		amitraz	+	19.87	<u>293.2</u>	132.0	
azinphos-methyl		19.68	<u>160.0</u>	132.0		amitraz-metabolite	+	10.12	<u>162.1</u>	132.1	
bromophos-ethyl		15.81	<u>358.9</u>			benalaxyl		17.78	<u>206.1</u>	148.1	
butamifos		16.14	<u>286.0</u>			bifenazate	+	19.02	<u>300.2</u>		
cadusafos		11.58	<u>158.9</u>	157.9	126.9	bitertanol-1		20.67	<u>170.1</u>	171.1	
(E)-chlorfenvinphos		15.20	<u>322.9</u>	266.9		bitertanol-2		20.77	<u>170.1</u>	171.1	
(Z)-chlorfenvinphos		15.41	<u>322.9</u>	266.9		boscalid	+	21.67	<u>342.1</u>	344.1	
chlorpyrifos	+	14.56	<u>313.9</u>			chinomethionat		15.93	<u>233.9</u>	205.9	
chlorpyrifos-methyl	+	13.63	<u>285.9</u>	289.9		cyproconazole-1		16.94	<u>222.0</u>	224.0	
cyanophos		12.55	<u>243.0</u>			cyproconazole-2		16.97	<u>222.0</u>	224.0	
diazinon	+	12.65	<u>304.1</u>			dichlofluanid		14.41	<u>223.9</u>	123.0	
dichlorvos	+	6.75	<u>184.9</u>	109.0	186.9	2,4-dichloroaniline		7.75	<u>160.9</u>	162.9	
dimethoate	+	12.03	<u>87.0</u>	125.0	93.0	dicloran		12.04	<u>205.9</u>	176.0	
(Z)-dimethylvinphos		14.61	<u>294.9</u>			difenoconazole-1		23.16	<u>323.0</u>	264.9	
dioxabenzofos		11.44	<u>215.9</u>	183.0		difenoconazole-2		23.25	<u>323.0</u>	264.9	
disulfoton		12.90	<u>88.0</u>	89.0		diphenylamine	+	10.97	<u>169.1</u>	168.1	
edifenphos		17.92	<u>310.0</u>	173.0	201.0	famoxadone	+	24.08	<u>330.2</u>	196.1	
EPN		18.96	<u>169.0</u>	157.0	323.0	fenamidone	+	19.13	<u>238.2</u>	268.1	
ethion		17.32	<u>384.0</u>	230.9		fenarimol	+	20.14	<u>219.0</u>	250.9	
ethoprophos		11.03	<u>157.9</u>	199.9		fludioxonil		16.35	<u>248.0</u>		
etrimfos		12.99	<u>292.0</u>			flusilazole	+	16.63	<u>233.0</u>	206.0	234.0
fenamiphos	+	16.21	<u>303.1</u>			flutolanil	+	16.27	<u>323.1</u>	173.0	
fenitrothion	+	14.25	<u>277.0</u>			imazalil		16.37	<u>215.0</u>	172.9	
fensulfothion		17.20	<u>293.0</u>	292.0		imibenconazole		24.98	<u>375.0</u>	377.0	
fenthion	+	14.65	<u>278.0</u>			imibenconazole des benzyl		16.71	<u>235.0</u>		
fosthiazate-1		15.04	<u>194.9</u>	103.9		iprodione		18.75	<u>313.9</u>		
fosthiazate-2		15.09	<u>194.9</u>	103.9		iprodione metabolite		19.42	<u>329.0</u>		
isofenphos		15.38	<u>213.0</u>			kresoxim-methyl	+	16.64	<u>116.0</u>	206.0	
isofenphos oxon		14.74	<u>228.9</u>	314.1		lenacil		17.98	<u>153.0</u>	234.1	
isoxathion		16.89	<u>313.0</u>	177.0		mefenacet		19.83	<u>192.0</u>	136.1	
malaoxon		13.67	<u>127.0</u>	267.9		mepronil		17.57	<u>269.1</u>	119.1	
malathion	+	14.42	<u>173.1</u>	127.0		metalaxyl		13.91	<u>206.1</u>		
methamidophos		6.61	<u>94.0</u>	141.0		metolachlor		14.53	<u>162.1</u>	238.0	
methidathion	+	15.83	<u>144.9</u>	85.0		metribuzin		13.63	<u>198.0</u>	144.0	
monocrotophos		11.49	<u>127.0</u>	192.0		myclobutanil		16.59	<u>179.0</u>		
omethoate		10.55	<u>156.0</u>	110.0		paclobutrazol		16.00	<u>236.0</u>	238.0	
parathion		14.72	<u>291.0</u>	139.0		penconazole	+	15.34	<u>248.1</u>		
parathion-methyl	+	13.76	<u>262.9</u>	263.9		pendimethalin		15.20	<u>252.1</u>	253.0	
phenthoate		15.52	<u>273.9</u>			pretilachlor		16.38	<u>238.1</u>	202.1	
phorate	+	11.67	<u>260.0</u>	75.0		prochloraz	+	20.91	<u>180.1</u>	310.0	
phosalone		19.59	<u>181.9</u>	366.9		procymidone	+	15.60	<u>283.0</u>		
phosmet		18.92	<u>160.0</u>	316.9		propanil		13.56	<u>161.0</u>	163.0	217.0
(E)-phosphamidon		12.67	<u>264.0</u>			propiconazole-1		17.89	<u>259.0</u>	172.9	174.9
(Z)-phosphamidon		13.45	<u>264.0</u>	127.0		propiconazole-2		18.01	<u>259.0</u>	172.9	174.9
pirimiphos-methyl	+	14.18	<u>290.0</u>			pyridaben		20.90	<u>147.1</u>	309.0	
profenofos	+	16.45	<u>336.9</u>			(E)-pyrifenoxy		15.91	<u>261.9</u>		
prothiofos		16.37	<u>309.0</u>			(Z)-pyrifenoxy		15.41	<u>261.9</u>		
pyraclofos		20.39	<u>360.0</u>	362.0		pyrimidifen		22.35	<u>184.0</u>	186.0	
pyridaphenthion		18.74	<u>340.1</u>			pyriproxyfen	+	19.74	<u>136.0</u>	226.1	
quinalphos		15.55	<u>298.0</u>	146.0		tebuconazole	+	18.31	<u>250.0</u>	125.0	
terbufos	+	12.55	<u>231.0</u>			tebufenpyrad		19.20	<u>318.0</u>		
thiometon		11.93	<u>88.0</u>	125.0		thenylchlor		18.22	<u>288.0</u>	127.0	
tolclofos-methyl		13.78	<u>264.9</u>			thiabendazole		15.65	<u>201.0</u>	174.0	
vamidothion		15.97	<u>145.0</u>	87.0		triadimefon		14.78	<u>208.0</u>	210.0	
						triadimenol		15.62	<u>168.1</u>	112.1	
						tricyclazole		16.49	<u>188.9</u>	161.9	
						triflumizole		15.62	<u>278.0</u>		
						trifluralin		11.27	<u>306.1</u>	264.0	
						vinclozolin		13.69	<u>212.0</u>	285.0	

RT: スプリットレス注入法の場合の保持時間. 大量注入法の場合の保持時間は、この値に1を足した値となる。

下線: 定量イオン. 「+」: 加工食品に残留基準値が設定された農薬。

異性体の存在により複数のピークが検出された場合には、農薬名の後に保持時間順に番号をつけた。

表 4 植物油からの農薬の回収率

農 薬	加工 食品 基準	添加 濃度 (µg/g)	回収率(%), n=3				農 薬	加工 食品 基準	添加 濃度 (µg/g)	回収率(%), n=3			
			スプリットレス法		LVI法					スプリットレス法		LVI法	
			平均	RSD	平均	RSD				平均	RSD	平均	RSD
有機塩素系農薬 (29)						ピレスロイド系農薬 (17)							
aldrin		0.1	84	3	75	6		0.1	94	2	71	5	
alpha-BHC		0.1	88	2	83	4	+	0.1	105	3	89	4	
beta-BHC		0.1	96	2	89	4	+	0.1	95	5	84	7	
gamma-BHC		0.1	92	1	84	4		0.1	101	1	88	1	
delta-BHC		0.1	99	1	89	4	+	0.1	109	2	80	3	
captafol		0.5	71	5	妨害		+	0.1	103	5	78	5	
captan		0.1	85	8	妨害		+	0.1	91	3	79	7	
cis-chlordane	+	0.1	103	3	86	5		0.1	112	1	94	4	
trans-chlordane	+	0.1	100	3	86	6	+	0.1	112	2	92	4	
chlorobenzilate		0.1	110	3	92	2	+	0.1	102	3	77	7	
chlorothalonil		0.1	nd		nd			0.1	101	3	78	7	
chlorthal-dimethyl		0.1	104	3	93	2		0.1	98	2	61	9	
p,p'-DDD		0.1	103	6	90	3		0.1	100	2	91	4	
p,p'-DDE		0.1	98	3	86	4	+	0.1	108	2	90	3	
o,p'-DDT		0.1	101	4	75	5		0.5	98	1	91	1	
p,p'-DDT		0.1	108	3	81	2		0.5	104	3	94	2	
dicofol	+	0.1	nd		nd		+	0.5	106	4	113	5	
dicofol-dec.*		0.1	143	3	102	4	+	0.5	105	3	88	1	
dieldrin		0.1	98	3	86	2		0.5	102	2	88	1	
alpha-endosulfan	+	0.1	100	3	91	5		0.5	119	2	103	3	
beta-endosulfan	+	0.1	95	4	88	2		0.5	88	4	88	2	
endosulfan sulfate		0.1	106	3	80	4		0.5	101	3	85	4	
endrin		0.1	104	2	88	4		0.1	114	2	94	4	
heptachlor	+	0.1	82	2	83	5		0.1	101	2	90	3	
heptachlor epoxide	+	0.1	100	2	86	4							
hexachlorobenzene		0.1	58	5	57	8	+	0.5	96	1	93	2	
methoxychlor		0.1	109	3	84	2		0.1	89	4	72	6	
oxychlordane		0.1	99	1	87	6		0.1	48	1	66	4	
pentachlorophenol		0.1	nd		nd		+	0.1	99	3	62	5	
quintozene		0.1	87	7	72	3		0.1	100	2	75	5	
その他の農薬 (8)						カーバメート系農薬 (19)							
benturesate		0.1	103	3	93	4		0.1	101	1	93	3	
biphenyl		0.1	38	1	46	4		0.25	106	2	94	3	
bromopropylate		0.1	109	3	85	3		0.1	41	1	66	4	
dimethipin	+	0.1	103	5	90	5		0.1	103	2	91	5	
methoprene	+	0.1	95	2	98	3		0.1	49	6	54	4	
o-phenylphenol		0.1	98	2	91	2		0.1	96	2	88	2	
piperonyl butoxide	+	0.1	103	3	82	3		0.1	95	3	85	3	
propargite	+	0.1	104	3	76	4		0.1	96	2	64	7	
							+	0.1	85	3	92	4	
								1.0	285	3	253	2	
								0.1	106	3	93	4	
								0.5	20	1	21	2	
								0.1	94	1	86	4	
								0.1	102	3	93	2	

RSD: relative standard deviation. nd: not detected. -: not tested. 「+」: 加工食品に残留基準値が設定された農薬.

* pyrethrin I, pyrethrin II, cinerin I, cinerin II, jasmolin I及びjasmolin IIの合計.

表 4 植物油からの農薬の回収率(続き)

農 薬	加工 食品 基準	添加 濃度 (µg/g)	回収率(%), n=3				農 薬	加工 食品 基準	添加 濃度 (µg/g)	回収率(%), n=3			
			スプリットレス法		LVI法					スプリットレス法		LVI法	
			平均	RSD	平均	RSD				平均	RSD	平均	RSD
有機リン系農薬(54)						有機窒素系農薬(56)							
acephate		0.5	101	2	87	5	acetamidrid		1.0	108	5	85	6
azinphos-ethyl		0.1	114	3	88	3	amitraz	+	0.1	48	5	22	5
azinphos-methyl		0.1	126	4	96	1	amitraz-metabolite	+	0.5	45	5	41	5
bromophos-ethyl		0.1	105	2	90	4	benalaxyl		0.1	105	4	90	3
butamifos		0.1	89	1	70	5	bifenazate	+	0.1	85	4	-	-
cadusafos		0.1	96	3	87	4	bitertanol		0.1	119	4	90	4
(E)-chlorfenvinphos		0.1	105	2	92	4	boscalid	+	0.1	95	4	-	-
(Z)-chlorfenvinphos		0.1	106	2	93	3	chinomethionat		0.1	nd	nd	nd	nd
chlorpyrifos	+	0.1	102	2	88	3	cyproconazole		0.1	112	3	87	3
chlorpyrifos-methyl	+	0.1	98	3	86	4	dichlofuanid		0.1	97	4	80	3
cyanophos		0.1	102	1	89	4	2,4-dichloroaniline		0.1	54	3	67	6
diazinon	+	0.1	102	1	89	3	dicloran		0.1	85	5	81	3
dichlorvos	+	0.1	50	2	58	5	difenoconazole		0.1	106	3	87	4
dimethoate	+	0.1	106	3	92	2	diphenylamine	+	0.1	96	2	91	3
(Z)-dimethylvinphos		0.1	104	3	91	3	famoxadone	+	0.1	91	5	-	-
dioxabenzofos		0.1	93	1	87	2	fenamidone	+	0.1	95	2	-	-
disulfoton		0.1	76	2	81	4	fenarimol	+	0.1	109	3	90	6
edifenphos		0.1	110	3	79	5	fludioxonil		0.1	109	1	86	5
EPN		0.1	55	8	41	6	flusilazole	+	0.1	105	2	86	4
ethion		0.1	107	2	88	5	flutolanil	+	0.1	110	3	88	3
ethoprophos		0.1	94	2	87	2	imazalil		0.5	103	4	71	6
etrimfos		0.1	100	2	88	3	imibenconazole		0.1	93	1	77	5
fenamifos	+	0.1	90	3	86	3	imibenconazole des benzyl		1.0	110	2	87	2
fenitrothion	+	0.1	94	3	78	2	iprodione		0.5	100	3	46	10
fensulfotthion		0.1	112	2	92	4	iprodione metabolite		1.0	115	4	40	6
fenthion	+	0.1	97	3	88	4	kresoxim-methyl	+	0.1	105	3	91	3
fosthiazate		0.1	109	1	92	2	lenacil		0.1	106	4	86	3
isofenphos		0.1	102	3	90	5	mefenacet		0.1	112	3	90	4
isofenphos oxon		0.1	106	2	94	4	mepronil		0.1	113	2	95	1
isoxathion		0.1	108	3	91	2	metalaxyi		0.1	111	2	88	3
malaoxon		0.1	100	1	85	4	metolachlor		0.1	103	4	86	3
malathion	+	0.1	105	3	98	2	metribuzin		0.1	98	3	85	6
methamidophos		0.5	103	1	84	4	myclobutanil		0.1	105	3	87	3
methidathion	+	0.1	107	2	85	2	paclobutrazol		0.1	106	3	78	2
monocrotophos		0.1	112	4	92	2	penconazole	+	0.1	107	2	88	2
omethoate		0.1	106	4	83	3	pendimethalin		0.1	77	4	50	3
parathion		0.1	87	3	67	2	pretilachlor		0.1	105	4	88	2
parathion-methyl	+	0.1	86	2	70	1	prochloraz	+	0.1	70	5	-	-
phenthoate		0.1	99	3	86	3	procymidone	+	0.1	107	2	94	2
phorate	+	0.1	82	2	79	3	propanil		0.1	117	4	95	1
phosalone		0.1	112	2	78	2	propiconazole		0.1	104	3	77	2
phosmet		0.1	118	3	83	4	pyridaben		0.1	105	3	85	4
(E)-phosphamidon		0.1	106	1	91	1	(E)-pyrifenox		0.1	107	2	90	3
(Z)-phosphamidon		0.1	106	1	94	3	(Z)-pyrifenox		0.1	108	2	94	3
pirimiphos-methyl	+	0.1	104	3	92	3	pyrimidifen		0.1	103	2	84	5
profenofos	+	0.1	104	4	88	3	pyriproxyfen	+	0.1	113	2	90	4
prothiofos		0.1	102	2	87	3	tebuconazole	+	0.1	110	3	86	5
pyraclofos		0.1	121	2	87	5	tebufenpyrad		0.1	108	3	89	4
pyridaphenthion		0.1	84	4	59	3	thenylchlor		0.1	107	2	82	3
quinalphos		0.1	103	3	83	1	thiabendazole		0.5	110	4	82	4
terbufos	+	0.1	91	2	83	4	triadimefon		0.1	103	4	93	4
thiometon		0.1	75	1	83	3	triadimenol		0.1	101	2	84	3
tolclofos-methyl		0.1	101	2	90	4	tricyclazole		0.5	110	3	88	4
vamidothion		1.0	83	3	76	4	triflumizole		0.1	103	3	86	4
							trifluralin		0.1	80	3	61	3
							vinclozolin		0.1	100	1	94	4

RSD: relative standard deviation. nd: not detected. -: not tested. 「+」: 加工食品に残留基準値が設定された農薬。

表5 小麦全粒粉からの農薬の回収率

農薬	加工食品基準	添加濃度 (µg/g)	回収率(%), n=3				農薬	加工食品基準	添加濃度 (µg/g)	回収率(%), n=3			
			トルエン無添加		トルエン添加					トルエン無添加		トルエン添加	
			平均	RSD	平均	RSD				平均	RSD	平均	RSD
有機塩素系農薬(29)						ピレスロイド系農薬(17)							
aldrin		0.10	65	2	65	3		0.10	74	7	73	4	
alpha-BHC		0.10	71	3	75	5	+	0.10	82	5	81	2	
beta-BHC		0.10	85	3	84	2	+	0.10	88	5	91	3	
gamma-BHC		0.10	76	1	79	4		0.10	89	6	91	3	
delta-BHC		0.10	81	1	76	9	+	0.10	87	7	90	3	
captafol		0.50	nd		nd		+	0.10	84	3	86	2	
captan		0.10	nd		nd		+	0.10	90	1	91	6	
cis-chlordane	+	0.10	78	2	77	0		0.10	79	6	80	4	
trans-chlordane	+	0.10	77	2	76	2	+	0.10	91	5	95	3	
chlorobenzilate		0.10	93	4	93	2	+	0.10	84	2	86	6	
chlorothalonil		0.10	nd		nd			0.10	88	3	91	4	
chlorthal-dimethyl		0.10	84	1	85	1		0.10	79	4	84	1	
p,p'-DDD		0.10	86	4	85	2		0.10	76	7	77	4	
p,p'-DDE		0.10	73	3	70	1	+	0.10	86	6	88	3	
o,p'-DDT		0.10	76	2	74	3		0.50	89	4	89	1	
p,p'-DDT		0.10	79	3	76	2		0.50	87	5	83	3	
dicofol	+	0.10	nd		nd		+	0.50	112	5	106	3	
dicofol-dec.*		0.10	235	3	233	5	+	0.50	44	3	45	5	
dieldrin		0.10	81	3	79	0		0.50	82	3	79	1	
alpha-endosulfan	+	0.10	79	3	78	4		0.50	97	4	105	4	
beta-endosulfan	+	0.10	87	2	91	2		0.50	87	5	92	3	
endosulfan sulfate		0.10	89	4	88	6		0.50	98	6	99	7	
endrin		0.10	83	2	83	1		0.10	65	6	65	4	
heptachlor	+	0.10	70	5	71	6		0.10	81	2	82	3	
heptachlor epoxide	+	0.10	79	2	81	2	カーバメート系農薬(19)						
hexachlorobenzene		0.10	50	3	51	3	aldicarb	+	0.50	84	9	95	0
methoxychlor		0.10	87	6	89	3	bendiocarb		0.10	88	2	84	3
oxychlordane		0.10	77	1	76	4	butylate		0.10	56	8	61	8
pentachlorophenol		0.10	nd		nd		carbaryl	+	0.10	96	5	91	2
quintozene		0.10	69	3	74	6	carbofuran		0.10	95	2	93	2
その他の農薬(8)						chlorpropham		0.10	84	1	87	4	
benfuresate		0.10	89	2	88	2	diethofencarb		0.25	93	2	93	2
biphenyl		0.10	47	9	59	1	EPTC		0.10	58	7	65	6
bromopropylate		0.10	89	6	90	4	esprocarb		0.10	84	1	83	2
dimethipin	+	0.10	92	4	91	1	ethiofencarb		0.10	39	78	29	73
methoprene	+	0.10	84	1	80	2	fenobucarb		0.10	83	2	84	4
o-phenylphenol		0.10	68	5	73	4	isoprocarb		0.10	80	2	84	5
piperonyl butoxide	+	0.10	89	5	89	2	methiocarb		0.10	94	3	90	6
propargite	+	0.10	92	4	94	2	methomyl oxime	+	0.10	72	12	74	7
							oxamyl		1.00	308	18	339	19
							pirimicarb		0.10	95	2	93	1
							propamocarb		0.50	40	2	39	2
							propoxur		0.10	90	2	90	2
							thiobencarb		0.10	87	2	86	4

RSD: relative standard deviation. nd: not detected. 「+」: 加工食品に残留基準値が設定された農薬。

表5 小麦全粒粉からの農薬の回収率(続き)

農薬	加工食品基準	添加濃度(μg/g)	回収率(%), n=3				農薬	加工食品基準	添加濃度(μg/g)	回収率(%), n=3			
			トルエン無添加		トルエン添加					トルエン無添加		トルエン添加	
			平均	RSD	平均	RSD				平均	RSD	平均	RSD
有機リン系農薬(54)						有機窒素系農薬(56)							
acephate		0.50	48	1	47	2		1.00	94	3	99	3	
aziphos-ethyl		0.10	92	5	96	3	+	0.10	4	22	6	51	
aziphos-methyl		0.10	104	8	105	2	+	0.50	85	3	83	1	
bromophos-ethyl		0.10	84	2	82	1		0.10	90	6	91	2	
butamifos		0.10	97	4	99	3	+	0.10	107	6	116	5	
cadusafos		0.10	80	3	82	5		0.10	108	5	109	4	
(E)-chlorfenvinphos		0.10	93	2	93	2	+	0.10	93	3	95	4	
(Z)-chlorfenvinphos		0.10	92	3	92	2		0.10	nd		nd		
chlorpyrifos	+	0.10	84	3	84	1		0.10	91	5	93	2	
chlorpyrifos-methyl	+	0.10	84	2	82	3		0.10	nd		nd		
cyanophos		0.10	86	1	87	3		0.10	40	5	36	4	
diazinon	+	0.10	86	2	86	2		0.10	88	3	89	3	
dichlorvos	+	0.10	39	10	45	2		0.10	97	3	99	5	
dimethoate	+	0.10	97	2	96	2		0.10	56	8	58	2	
(Z)-dimethylvinphos		0.10	93	2	93	2	+	0.10	103	9	104	8	
dioxabenzofos		0.10	75	2	80	6	+	0.10	91	5	94	2	
disulfoton		0.10	42	41	45	23	+	0.10	89	5	94	3	
edifenphos		0.10	92	6	95	3		0.10	100	6	102	3	
EPN		0.10	92	7	98	6	+	0.10	90	5	90	2	
ethion		0.10	91	3	91	3	+	0.10	97	6	98	2	
ethoprophos		0.10	80	2	84	5		0.50	96	5	97	3	
etrimfos		0.10	83	2	84	3		0.10	111	6	117	6	
fenamifos	+	0.10	84	7	91	2		1.00	90	6	92	2	
fenitrothion	+	0.10	95	1	95	2		0.50	77	6	75	4	
fensulfotthion		0.10	97	4	97	4		1.00	90	5	93	3	
fenthion	+	0.10	74	3	72	5	+	0.10	91	4	91	2	
fosthiazate		0.10	97	4	97	1		0.10	93	7	97	5	
isofenphos		0.10	93	3	94	1		0.10	91	6	95	3	
isofenphos oxon		0.10	99	6	101	3		0.10	97	4	98	4	
isoxathion		0.10	89	4	90	2		0.10	97	1	94	3	
malaoxon		0.10	94	2	93	5		0.10	92	2	91	1	
malathion	+	0.10	98	3	92	1		0.10	85	2	85	0	
methamidophos		0.50	42	2	40	2		0.10	90	6	91	3	
methidathion	+	0.10	97	3	97	1		0.10	92	5	93	2	
monocrotophos		0.10	89	3	90	3	+	0.10	90	3	90	2	
omethoate		0.10	66	1	65	2		0.10	88	3	90	3	
parathion		0.10	88	4	89	3		0.10	91	4	89	1	
parathion-methyl	+	0.10	90	2	91	2	+	0.10	93	4	97	1	
phenthoate		0.10	93	2	92	2	+	0.10	91	2	90	2	
phorate	+	0.10	66	4	68	2		0.10	100	1	101	2	
phosalone		0.10	92	6	96	3		0.10	88	6	91	4	
phosmet		0.10	84	6	85	6		0.10	84	5	86	1	
(E)-phosphamidon		0.10	105	2	104	3		0.10	88	3	88	1	
(Z)-phosphamidon		0.10	97	3	97	2		0.10	88	2	88	1	
pirimiphos-methyl	+	0.10	90	1	88	1		0.10	70	6	73	4	
profenofos	+	0.10	89	4	90	3	+	0.10	86	6	88	4	
prothiofos		0.10	81	3	78	1	+	0.10	90	6	93	3	
pyraclofos		0.10	93	4	96	4		0.10	88	5	89	1	
pyridaphenthion		0.10	91	7	95	3		0.10	91	5	92	4	
quinaiphos		0.10	90	1	92	2		0.50	95	4	99	4	
terbufos	+	0.10	74	2	76	2		0.10	93	2	94	1	
thiometon		0.10	40	40	43	20		0.10	96	3	96	2	
tolclofos-methyl		0.10	82	2	84	3		0.50	89	5	94	3	
vamidothion		1.00	77	5	81	6		0.10	84	3	89	2	
								0.10	79	2	83	4	
								0.10	87	1	86	1	

RSD: relative standard deviation. nd: not detected. 「+」: 加工食品に残留基準値が設定された農薬。

表6 トマト加工品からの農薬の回収率

農薬	加工食品基準	添加濃度 (µg/g)	回収率(%), n=3				農薬	加工食品基準	添加濃度 (µg/g)	回収率(%), n=3			
			トルエン無添加		トルエン添加					トルエン無添加		トルエン添加	
			平均	RSD	平均	RSD				平均	RSD	平均	RSD
有機塩素系農薬(29)						ピレスロイド系農薬(17)							
aldrin		0.05	80	3	78	2		0.05	53	3	61	4	
alpha-BHC		0.05	73	5	75	1	+	0.05	95	1	93	1	
beta-BHC		0.05	91	0	90	1	+	0.05	92	2	91	2	
gamma-BHC		0.05	79	4	79	1		0.05	96	3	96	0	
delta-BHC		0.05	90	2	89	1	+	0.05	91	1	90	1	
captafol		0.25	nd		nd		+	0.05	94	0	92	0	
captan		0.05	nd		nd		+	0.05	96	4	97	1	
cis-chlordane	+	0.05	89	1	88	1		0.05	92	2	90	2	
trans-chlordane	+	0.05	89	1	87	1	+	0.05	95	2	91	2	
chlorobenzilate		0.05	97	1	96	2	+	0.05	93	3	93	1	
chlorothalonil		0.05	nd		nd			0.05	92	3	92	1	
chlorthal-dimethyl		0.05	90	1	88	2		0.05	83	2	87	3	
p,p'-DDD		0.05	98	3	98	5		0.05	92	2	90	2	
p,p'-DDE		0.05	91	1	88	2	+	0.05	104	3	99	2	
o,p'-DDT		0.05	91	1	89	1		0.25	96	2	96	1	
p,p'-DDT		0.05	96	2	92	1		0.25	91	3	91	1	
dicofol	+	0.05	nd		nd		+	0.25	113	3	114	2	
dicofol-dec.*		0.05	236	2	224	2	+	0.25	49	4	47	3	
dieldrin		0.05	89	2	88	2		0.25	90	3	92	1	
alpha-endosulfan	+	0.05	89	1	82	1		0.25	104	4	102	1	
beta-endosulfan	+	0.05	92	2	92	2		0.25	103	2	102	0	
endosulfan sulfate		0.05	94	1	92	1		0.25	96	2	98	3	
endrin		0.05	93	2	91	2		0.05	90	2	88	1	
heptachlor	+	0.05	77	4	76	1		0.05	89	1	90	1	
heptachlor epoxide	+	0.05	86	1	84	2							
hexachlorobenzene		0.05	69	5	74	1							
methoxychlor		0.05	92	2	91	2							
oxychlordane		0.05	85	4	83	2							
pentachlorophenol		0.05	nd		nd		+	0.05	96	2	94	2	
quintozene		0.05	74	5	75	1		0.05	99	2	98	2	
その他の農薬(8)						カーバメート系農薬(19)							
benfuresate		0.05	93	1	92	1	+	0.25	96	6	95	7	
biphenyl		0.05	50	15	59	7		0.05	96	1	97	1	
bromopropylate		0.05	94	2	93	2		0.05	59	14	67	4	
dimethipin	+	0.05	90	2	91	0	+	0.05	96	2	94	2	
methoprene	+	0.05	101	1	100	0		0.05	99	2	98	2	
o-phenylphenol		0.05	85	3	84	2		0.05	90	1	88	0	
piperonyl butoxide	+	0.05	95	1	94	2		0.125	98	1	97	0	
propargite	+	0.05	98	1	97	1		0.05	56	14	64	6	
								0.05	91	1	89	2	
								0.05	98	0	98	1	
								0.05	88	1	88	0	
								0.05	85	2	84	1	
								0.05	94	2	95	1	
							+	0.05	67	11	72	5	
								0.50	443	17	370	4	
								0.05	99	1	98	2	
								0.25	40	3	41	1	
								0.05	92	1	92	0	
								0.05	91	0	90	2	

RSD: relative standard deviation. nd: not detected. 「+」: 加工食品に残留基準値が設定された農薬.

表6 トマト加工品からの農薬の回収率(続き)

農 薬	加工 食品 基準	添加 濃度 (µg/g)	回収率(%), n=3				農 薬	加工 食品 基準	添加 濃度 (µg/g)	回収率(%), n=3			
			トルエン無添加		トルエン添加					トルエン無添加		トルエン添加	
			平均	RSD	平均	RSD				平均	RSD	平均	RSD
有機リン系農薬(54)						有機窒素系農薬(56)							
acephate		0.25	46	1	46	1	acetamidrid		0.50	94	4	97	5
aziphos-ethyl		0.05	95	2	95	1	amitraz	+	0.05	10	10	15	12
aziphos-methyl		0.05	86	5	97	2	amitraz-metabolite	+	0.25	76	4	80	4
bromophos-ethyl		0.05	96	1	95	2	benalaxyl		0.05	96	1	96	2
butamifos		0.05	97	2	97	2	bifenazate	+	0.05	108	1	109	1
cadusafos		0.05	85	2	84	1	bitertanol		0.05	101	2	103	5
(E)-chlorfenvinphos		0.05	99	0	97	1	boscalid	+	0.05	97	4	97	3
(Z)-chlorfenvinphos		0.05	96	1	93	2	chinomethionat		0.05	nd		nd	
chlorpyrifos	+	0.05	92	2	91	1	cyproconazole		0.05	95	0	93	2
chlorpyrifos-methyl	+	0.05	83	2	83	1	dichlofuanid		0.05	nd		nd	
cyanophos		0.05	87	2	87	1	2,4-dichloroaniline		0.05	50	18	60	4
diazinon	+	0.05	92	1	90	2	dicloran		0.05	92	1	91	1
dichlorvos	+	0.05	57	13	65	6	difenoconazole		0.05	99	5	102	5
dimethoate	+	0.05	89	2	89	1	diphenylamine	+	0.05	79	4	80	1
(Z)-dimethylvinphos		0.05	77	3	79	1	famoxadone	+	0.05	105	7	109	7
dioxabenzofos		0.05	78	5	78	1	fenamidone	+	0.05	102	1	100	4
disulfoton		0.05	83	3	84	1	fenarimol	+	0.05	95	3	92	1
edifenphos		0.05	94	3	95	2	fludioxonil		0.05	101	1	99	2
EPN		0.05	95	1	95	3	flusilazole	+	0.05	94	1	92	3
ethion		0.05	96	1	97	1	flutolanil	+	0.05	99	1	98	2
ethoprophos		0.05	84	1	84	1	imazalil		0.25	103	1	100	3
etrimfos		0.05	87	1	86	1	imibenconazole		0.05	105	6	112	7
fenamiphos	+	0.05	97	1	96	3	imibenconazole des benzyl		0.50	91	1	91	1
fenitrothion	+	0.05	92	1	94	1	iprodione		0.25	79	0	79	1
fensulfothion		0.05	98	1	96	2	iprodione metabolite		0.50	98	1	95	2
fenthion	+	0.05	94	1	92	2	kresoxim-methyl	+	0.05	96	2	96	2
fosthiazate		0.05	98	1	96	2	lenacil		0.05	100	2	98	1
isofenphos		0.05	99	0	97	0	mefenacet		0.05	94	1	93	1
isofenphos oxon		0.05	100	2	100	1	mepronil		0.05	101	2	98	2
isoxathion		0.05	94	2	93	2	metalaxyl		0.05	101	0	96	2
malaaxon		0.05	63	6	69	5	metolachlor		0.05	95	1	94	2
malathion	+	0.05	90	1	91	1	metribuzin		0.05	42	7	50	7
methamidophos		0.25	47	1	48	2	myclobutanil		0.05	92	1	90	3
methidathion	+	0.05	81	1	83	1	paclobutrazol		0.05	96	2	96	2
monocrotophos		0.05	70	3	74	1	penconazole	+	0.05	97	1	95	1
omethoate		0.05	45	3	49	1	pendimethalin		0.05	96	2	95	2
parathion		0.05	93	1	94	2	pretilachlor		0.05	93	2	91	2
parathion-methyl	+	0.05	88	2	89	1	prochloraz	+	0.05	98	3	97	1
phenthoate		0.05	91	2	92	2	procymidone	+	0.05	93	3	92	2
phorate	+	0.05	75	5	76	2	propanil		0.05	100	1	101	1
phosalone		0.05	95	1	95	2	propiconazole		0.05	97	1	94	1
phosmet		0.05	52	8	64	4	pyridaben		0.05	94	1	92	1
(E)-phosphamidon		0.05	86	3	87	2	(E)-pyrifenox		0.05	96	1	96	2
(Z)-phosphamidon		0.05	70	4	76	2	(Z)-pyrifenox		0.05	96	2	94	2
pirimiphos-methyl	+	0.05	96	1	95	3	pyrimidifen		0.05	82	5	82	1
profenofos	+	0.05	94	1	94	1	pyriproxyfen	+	0.05	93	2	91	4
prothiofos		0.05	93	2	91	2	tebuconazole	+	0.05	94	1	93	2
pyraclofos		0.05	92	1	93	1	tebufenpyrad		0.05	94	1	93	2
pyridaphenthion		0.05	92	1	92	1	thénylchlor		0.05	93	1	93	1
quinalphos		0.05	96	2	95	1	thiabendazole		0.25	92	1	90	2
terbufos	+	0.05	80	4	81	0	triadimefon		0.05	98	2	95	2
thiometon		0.05	77	5	79	2	triadimenol		0.05	100	2	98	2
tolclofos-methyl		0.05	86	2	84	2	tricyclazole		0.25	90	2	88	1
vamidothion		0.50	62	4	69	2	triflumizole		0.05	92	1	93	2
							trifluralin		0.05	83	4	83	1
							vinclozolin		0.05	102	1	102	1

RSD: relative standard deviation. nd: not detected. 「+」: 加工食品に残留基準値が設定された農薬。

表 7 果実果汁及び乾燥果実からの農薬の回収率

農 薬	加工 食品 基準	果実果汁			乾燥果実			農 薬	加工 食品 基準	果実果汁			乾燥果実		
		添加 濃度 (µg/g)	回収率(%), n=3		添加 濃度 (µg/g)	回収率(%), n=3				添加 濃度 (µg/g)	回収率(%), n=3		添加 濃度 (µg/g)	回収率(%), n=3	
			平均	RSD		平均	RSD				平均	RSD		平均	RSD
有機塩素系農薬(29)							ピレスロイド系農薬(17)								
aldrin		0.05	91	7	0.10	80	5	acrinathrin		0.05	96	0	0.10	88	5
alpha-BHC		0.05	96	9	0.10	73	3	bifenthrin	+	0.05	107	3	0.10	103	5
beta-BHC		0.05	98	4	0.10	86	5	bioresmethrin	+	0.05	105	4	0.10	93	5
gamma-BHC		0.05	92	8	0.10	77	3	cyfluthrin		0.05	113	1	0.10	106	5
delta-BHC		0.05	93	5	0.10	86	4	cyhalothrin	+	0.05	111	3	0.10	95	2
captan		0.25	8	10	0.50	10	78	cypermethrin	+	0.05	117	4	0.10	99	5
captan		0.05	32	10	0.10	18	40	deltamethrin	+	0.05	105	4	0.10	104	6
cis-chlordane	+	0.05	97	5	0.10	87	5	etofenprox		0.05	117	5	0.10	101	3
trans-chlordane	+	0.05	97	7	0.10	87	5	fenpropathrin	+	0.05	109	3	0.10	96	4
chlorobenzilate		0.05	110	3	0.10	106	5	fenvalerate	+	0.05	110	2	0.10	91	2
chlorothalonil		0.05	4	87	0.10	nd		flucythrinate		0.05	115	4	0.10	103	5
chlorthal-dimethyl		0.05	99	6	0.10	87	4	fluvalinate		0.05	105	3	0.10	103	5
p,p'-DDD		0.05	104	3	0.10	101	1	halfenprox		0.05	117	3	0.10	104	2
p,p'-DDE		0.05	97	6	0.10	83	6	permethrin	+	0.05	117	4	0.10	104	3
o,p'-DDT		0.05	100	4	0.10	86	6	pyrethrins*		0.25	103	2	0.50	101	5
p,p'-DDT		0.05	101	4	0.10	90	6	pyrethrin I + pyrethrin II		0.25	108	4	0.50	101	3
dicofol	+	0.05	nd		0.10	8	173	pyrethrin I	+	0.25	133	4	0.50	128	5
dicofol-dec*		0.05	358	5	0.10	199	7	pyrethrin II	+	0.25	64	6	0.50	66	5
dieldrin		0.05	98	6	0.10	87	4	cinerin I		0.25	93	2	0.50	100	8
alpha-endosulfan	+	0.05	95	6	0.10	85	5	cinerin II		0.25	128	4	0.50	115	4
beta-endosulfan	+	0.05	103	7	0.10	91	3	jasmolin I		0.25	110	1	0.50	96	6
endosulfan sulfate		0.05	107	2	0.10	93	4	jasmolin II		0.25	92	1	0.50	101	3
endrin		0.05	101	5	0.10	94	5	silafiuofen		0.05	115	4	0.10	98	3
heptachlor	+	0.05	92	9	0.10	77	4	tefluthrin		0.05	98	7	0.10	87	5
heptachlor epoxide	+	0.05	95	6	0.10	84	4	カーバメート系農薬(19)							
hexachlorobenzene		0.05	78	3	0.10	68	1	aldicarb	+	0.25	80	11	0.50	83	10
methoxychlor		0.05	107	4	0.10	92	5	bendiocarb		0.05	99	5	0.10	94	5
oxychlordane		0.05	95	6	0.10	82	4	butylate		0.05	61	11	0.10	54	3
pentachlorophenol		0.05	nd		0.10	nd		carbaryl	+	0.05	100	2	0.10	101	7
quintozene		0.05	89	8	0.10	75	4	carbofuran		0.05	101	4	0.10	97	6
その他の農薬(8)							chlorpropham								
benfuresate		0.05	101	5	0.10	90	5	diethofencarb		0.125	109	2	0.25	99	5
biphenyl		0.05	39	12	0.10	40	2	EPTC		0.05	57	10	0.10	50	4
bromopropylate		0.05	112	2	0.10	99	4	esprocarb		0.05	99	6	0.10	90	4
dimethipin	+	0.05	95	5	0.10	93	3	ethiofencarb		0.05	101	4	0.10	93	6
methoprene	+	0.05	112	4	0.10	105	6	fenobucarb		0.05	97	7	0.10	86	5
o-phenylphenol		0.05	84	9	0.10	69	4	isoprocarb		0.05	103	8	0.10	84	4
piperonyl butoxide	+	0.05	111	3	0.10	100	5	methiocarb		0.05	105	2	0.10	101	7
propargite	+	0.05	113	3	0.10	109	6	methomyl oxime	+	0.05	217	5	0.10	73	4
								oxamyl		0.50	106	13	1.00	100	8
								pirimicarb		0.05	104	5	0.10	94	5
								propamocarb		0.25	21	26	0.50	37	9
								propoxur		0.05	98	6	0.10	88	5
								thiobencarb		0.05	97	6	0.10	88	4

RSD: relative standard deviation. nd: not detected. 「+」: 加工食品に残留基準値が設定された農薬。

* pyrethrin I, pyrethrin II, cinerin I, cinerin II, jasmolin I及びjasmolin IIの合計。

表7 果実果汁及び乾燥果実からの農薬の回収率(続き)

農薬	加工食品基準	果実果汁			乾燥果実			農薬	加工食品基準	果実果汁			乾燥果実		
		回収率(%)、n=3		添加濃度(µg/g)	回収率(%)、n=3		添加濃度(µg/g)			回収率(%)、n=3		添加濃度(µg/g)	回収率(%)、n=3		添加濃度(µg/g)
		平均	RSD		平均	RSD				平均	RSD		平均	RSD	
有機リン系農薬(54)							有機窒素系農薬(56)								
acephate		0.25	18	15	0.50	55	8	acetamiprid		0.50	105	5	1.00	105	3
azinphos-ethyl		0.05	115	3	0.10	98	4	amitraz	+	0.05	76	6	0.10	52	7
azinphos-methyl		0.05	122	1	0.10	102	3	amitraz-metabolite	+	0.25	49	2	0.50	78	7
bromophos-ethyl		0.05	104	5	0.10	95	5	benalaxyl		0.05	110	3	0.10	98	5
butamifos		0.05	106	2	0.10	102	7	bifenazate	+	0.05	133	3	0.10	177	1
cadusafos		0.05	96	8	0.10	83	4	bitertanol		0.05	135	4	0.10	128	5
(E)-chlorfenvinphos		0.05	108	2	0.10	100	4	boscalid	+	0.05	120	4	0.10	107	6
(Z)-chlorfenvinphos		0.05	107	3	0.10	95	5	chinomethionat		0.05	nd		0.10	nd	
chlorpyrifos	+	0.05	101	5	0.10	89	5	cyproconazole		0.05	113	3	0.10	100	4
chlorpyrifos-methyl	+	0.05	95	8	0.10	84	4	dichlofluanid		0.05	60	10	0.10	nd	
cyanophos		0.05	100	6	0.10	88	4	2,4-dichloroaniline		0.05	51	6	0.10	41	6
diazinon	+	0.05	100	7	0.10	87	4	dicloran		0.05	98	7	0.10	89	4
dichlorvos	+	0.05	61	9	0.10	70	5	difenoconazole		0.05	121	4	0.10	108	2
dimethoate	+	0.05	105	3	0.10	103	7	diphenylamine	+	0.05	92	8	0.10	78	3
(Z)-dimethylvinphos		0.05	106	3	0.10	96	5	famoxadone	+	0.05	120	3	0.10	122	1
dioxabenzofos		0.05	92	8	0.10	78	3	fenamidone	+	0.05	113	3	0.10	95	3
disulfoton		0.05	94	7	0.10	83	4	fenarimol	+	0.05	114	5	0.10	94	3
edifenphos		0.05	115	1	0.10	108	5	fludioxonil		0.05	114	3	0.10	102	2
EPN		0.05	107	2	0.10	98	5	flusilazole	+	0.05	109	2	0.10	94	5
ethion		0.05	111	2	0.10	104	5	flutolanil	+	0.05	111	3	0.10	101	5
ethoprophos		0.05	95	8	0.10	83	4	imazalil		0.25	117	3	0.50	100	4
etrifos		0.05	99	7	0.10	85	4	imibenconazole		0.05	120	2	0.10	122	2
fenamiphos	+	0.05	109	3	0.10	105	7	imibenconazole des benzyl		0.50	107	3	1.00	96	2
fenitrothion	+	0.05	103	5	0.10	96	6	iprodione		0.25	101	3	0.50	89	1
fensulfthion		0.05	115	2	0.10	106	4	iprodisone metabolite		0.50	105	3	1.00	104	1
fenthion	+	0.05	99	4	0.10	92	5	kresoxim-methyl	+	0.05	105	3	0.10	95	5
fosthiazate		0.05	113	3	0.10	114	5	lenacil		0.05	115	4	0.10	105	2
isofenphos		0.05	106	2	0.10	98	5	mefenacet		0.05	117	3	0.10	95	5
isofenphos oxon		0.05	108	3	0.10	106	6	mepronil		0.05	114	3	0.10	102	4
isoxathion		0.05	105	3	0.10	101	7	metalaxyl		0.05	106	3	0.10	101	6
malaaxon		0.05	105	2	0.10	105	5	metolachlor		0.05	103	4	0.10	92	5
malathion	+	0.05	106	4	0.10	95	5	metribuzin		0.05	83	7	0.10	96	5
methamidophos		0.25	40	5	0.50	51	8	myclobutanil		0.05	112	4	0.10	97	4
methidathion	+	0.05	109	3	0.10	101	6	paclobutrazol		0.05	112	3	0.10	100	5
monocrotophos		0.05	93	3	0.10	105	5	penconazole	+	0.05	107	2	0.10	99	4
omethoate		0.05	64	3	0.10	73	1	pendimethalin		0.05	98	6	0.10	91	5
parathion		0.05	99	6	0.10	92	5	pretiachlor		0.05	105	2	0.10	91	4
parathion-methyl	+	0.05	98	6	0.10	91	6	prochloraz	+	0.05	123	4	0.10	113	5
phenthoate		0.05	107	4	0.10	97	5	procymidone	+	0.05	102	3	0.10	94	6
phorate	+	0.05	89	10	0.10	76	3	propanil		0.05	109	2	0.10	105	6
phosalone		0.05	116	3	0.10	99	3	propiconazole		0.05	110	4	0.10	100	4
phosmet		0.05	90	6	0.10	86	4	pyridaben		0.05	119	3	0.10	105	3
(E)-phosphamidon		0.05	115	7	0.10	108	7	(E)-pyrifenox		0.05	109	4	0.10	92	4
(Z)-phosphamidon		0.05	108	2	0.10	103	6	(Z)-pyrifenox		0.05	105	3	0.10	90	4
pirimiphos-methyl	+	0.05	103	6	0.10	91	5	pyrimidifen		0.05	109	5	0.10	95	6
profenofos	+	0.05	103	3	0.10	100	6	pyriproxyfen	+	0.05	112	4	0.10	97	4
prothiofos		0.05	100	3	0.10	94	7	tebuconazole	+	0.05	115	3	0.10	99	2
pyraclofos		0.05	126	1	0.10	108	1	tebufenpyrad		0.05	110	3	0.10	97	4
pyridaphenthion		0.05	112	3	0.10	101	3	thénychlor		0.05	113	3	0.10	99	6
quinalphos		0.05	107	5	0.10	94	5	thiabendazole		0.25	93	4	0.50	90	1
terbufos	+	0.05	94	8	0.10	81	3	triadimefon		0.05	105	2	0.10	93	5
thiometon		0.05	91	9	0.10	75	3	triadimenol		0.05	120	3	0.10	103	6
tolclofos-methyl		0.05	97	7	0.10	84	4	tricyclazole		0.25	105	4	0.50	93	2
vamidothion		0.50	106	4	1.00	91	4	triflumizole		0.05	110	4	0.10	94	6
								trifluralin		0.05	95	9	0.10	84	4
								vinclozolin		0.05	94	3	0.10	93	6

RSD: relative standard deviation. nd: not detected. 「+」: 加工食品に残留基準値が設定された農薬。

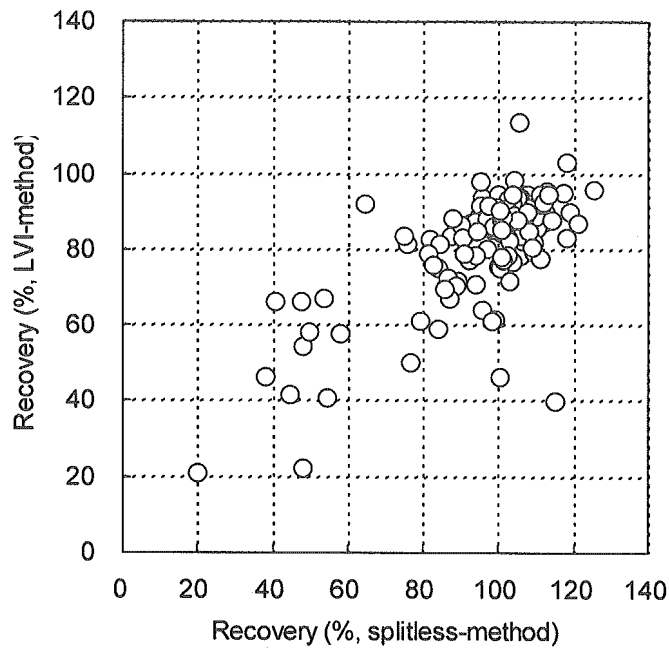


図 1 植物油からの農薬の回収率に対するスプリットレス注入法とLVI法の比較

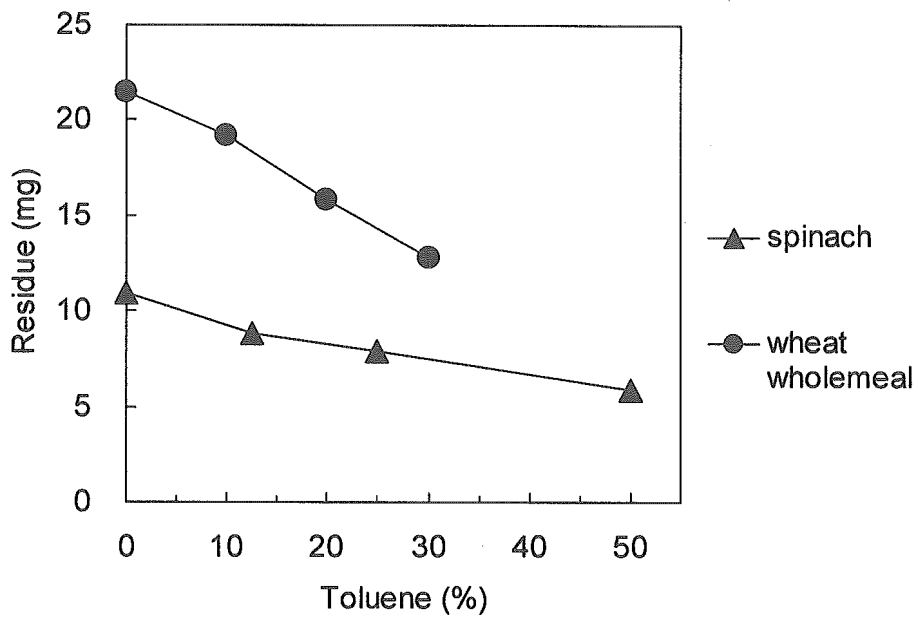


図 2 脱水後のアセトニトリル抽出液中の残留物量に対するトルエン濃度の影響

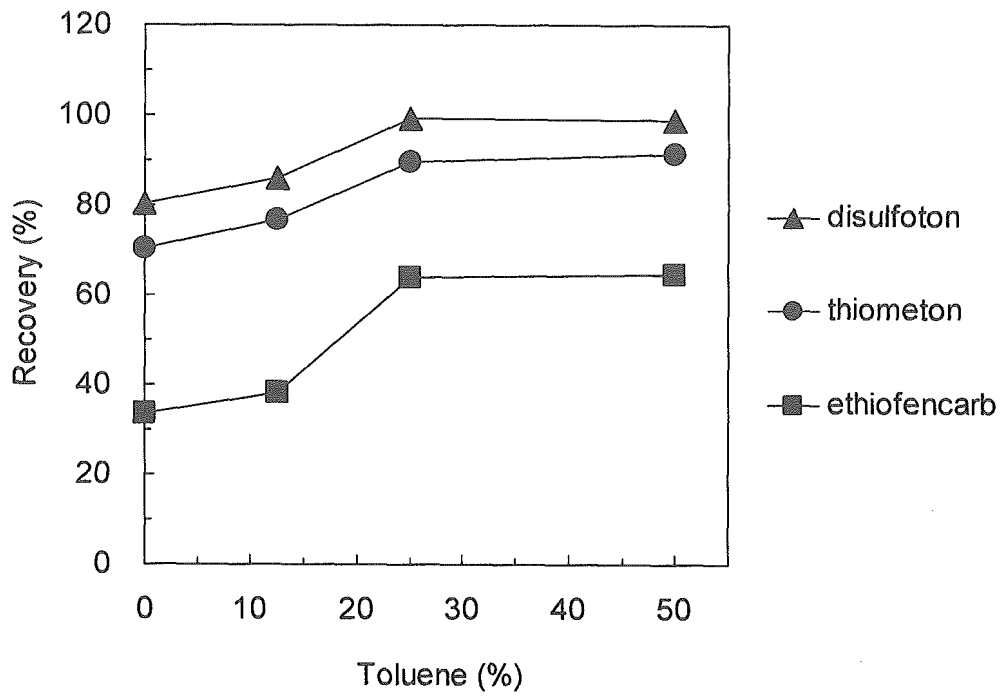


図3 回収率に対するトルエン濃度の影響

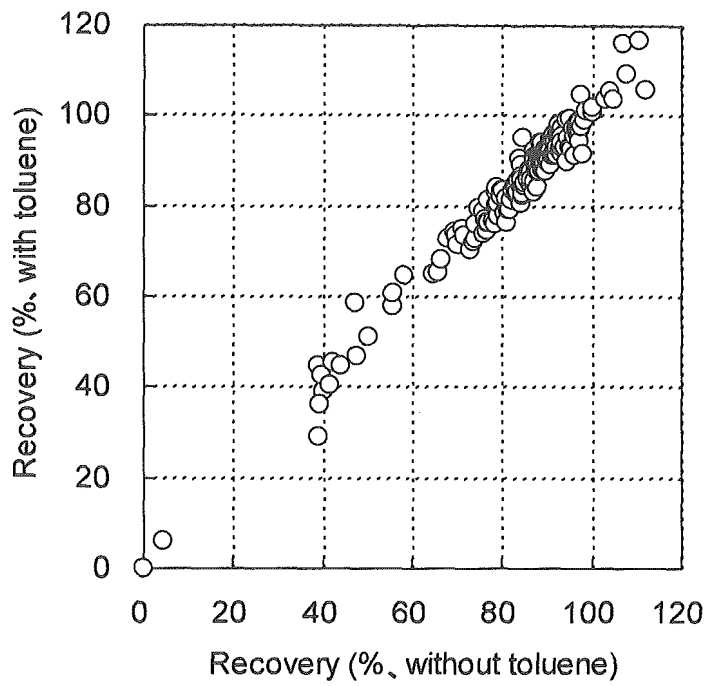


図4 小麦全粒粉からの農薬の回収率に対するトルエン添加の影響

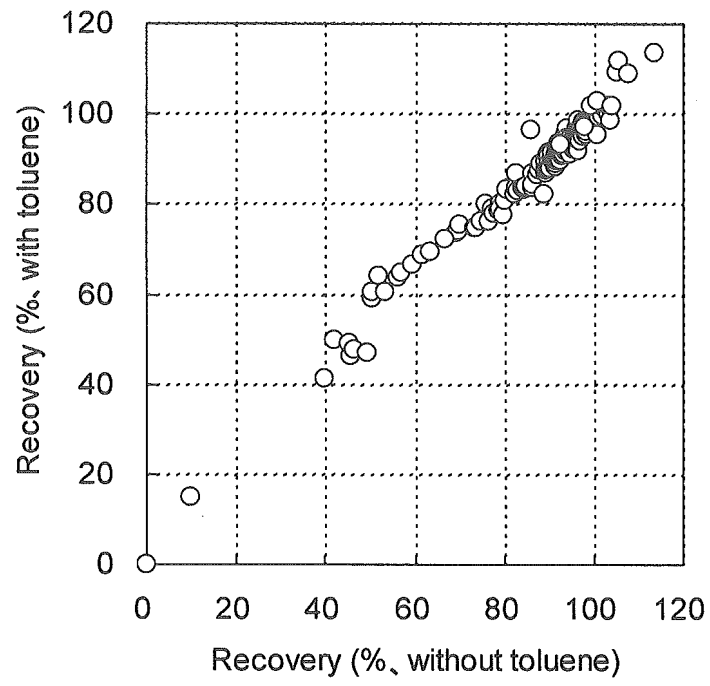


図5 トマト加工品からの農薬の回収率に対するトルエン添加の影響

Ⅱ. 分担研究報告書

2. LC/MS による加工食品中の残留農薬分析法の開発

分担研究者 岡 尚男

平成 17 年度厚生労働科学研究費補助金（食品の安心・安全確保推進研究事業）

分担研究報告書

農薬等の一律基準と加工食品基準及び急性暴露評価に関する研究

LC/MS による加工食品中の残留農薬分析法の開発

主任研究者 米谷民雄
国立医薬品食品衛生研究所
分担研究者 岡 尚男
金城学院大学薬学部
研究協力者 伊藤裕子
後藤智美
愛知県衛生研究所
寺田久屋
名古屋市衛生研究所

研究要旨

双方向向流クロマトグラフィー（Dual CCC）を用いた試料精製法と液体クロマトグラフ/タンデム型質量分析計（LC/MS/MS）を組み合わせることにより、食用油、穀物粉及び食パン中の有機リン系農薬、メタミドフォス、アセフェート、ジメトエートの迅速な分析法を開発した。大豆油、オリーブ油及びなたね油に 0.5 mg/kg 及び 0.1 mg/kg となるよう添加したとき、回収率は 85-105%、変動係数は 1.1-7.8% であり、小麦粉、ライ麦粉及び全粒小麦粉に 0.05 mg/kg 及び 0.01 mg/kg となるよう添加したとき、回収率は 78-113%、変動係数は 0.9-10.4% であった (n=5)。また、白食パン、ライ麦食パン、全粒食パンに 0.5 mg/kg 及び 0.05 mg/kg となるよう添加したとき、回収率は 62-110%、変動係数は 0.9-8.4% であった (n=5)。本法では、試料調製から分析結果を得るまでの所要時間は、食用油で約 20 分、穀物粉と食パンで約 30 分程度であった。

A. 研究目的

平成 17 年度までに、食品中に残留する農薬を迅速に分析するために、双方向向流クロマトグラフィー（Dual counter-

current chromatography, Dual CCC）を用いた試料精製法を開発している。この方法では、互いに混じり合わない二液相（アセトニトリルと n-ヘキサン）を互いが逆方向

向になるように、それぞれ分離カラム内へ送液することにより、試験溶液中の農薬類がアセトニトリル相に、夾雑物質が n-ヘキサン相に移行し、別々の出口から溶出される。夾雑物質の溶出時間を全く考慮する必要がないため、多数の試料を連続して短時間のうちに精製することが可能である。この試料精製法と ESI LC/MS/MS とを組み合わせることにより、なたね油、綿実油等の油脂類及びパン、小麦粉等中のカーバメート系農薬、アルディカーブ、アルディカーブスルフォキサイド、アルディカーブスルフォン、カルバリル、フェノブカーブ、メチオカーブ、メソミル、オキサミル、ピリミカーブについて、効率的で迅速な分析法の確立に成功している。そこで、本年度は Figure 1 に示す有機リン系農薬、メタミドフォス、アセフェート、ジメトエートへ応用し、適応農薬の拡大を試みた。

B. 研究方法

1. 試薬

メタミドフォス、アセフェート、ジメトエート、アセフェート-d6: 林純薬工業社製。

その他の試薬はすべて残留農薬測定用または LC/MS 用を用いた。

2. 試料

平成 17 年 8 月に名古屋市内で購入した食用油（なたね油、オリーブ油、大豆油）、穀物粉（小麦粉、ライ麦粉、全粒小麦粉）及び食パン（白食パン、ライ麦食パン、全粒食パン）。

3. 操作方法

3-1. Dual CCC 条件

Dual CCC 装置：Pharma-tech research 社製プロトタイプモデル (Figure 2)。

移動相及び流速：ヘッド側；n-ヘキサン飽和アセトニトリル (2 ml/min)、テイル側；アセトニトリル飽和 n-ヘキサン (1.8 ml/min)、試料注入口；アセトニトリル飽和 n-ヘキサン (0.2 ml/min)。

回転数：700 rpm。

試料注入量：100 μ l。

捕集：テイル側流出液 3~8 分。

3-2. LC/MS/MS 条件

MS 装置：Micromass 社製 QUATTRO micro。

カラム：Atlantis dC18 (3 μ m, 2.1 x 50 mm)。

移動相：A 液；5 mM ギ酸アンモニウム含有 90 % アセトニトリル、B 液；2.5 mM ギ酸アンモニウム。

グラジエント条件：0-4.0 分；A 液 5-100 % (リニアグラジエント)、4.0-6.0 分；A 液 100 %。

流速：0.2 ml/min。

カラム温度：40 $^{\circ}$ C。

イオン化モード：ESI (+)。

デソルベーション温度：200 $^{\circ}$ C。

検出方法：選択反応検出法 (MRM)。

その他の条件は、Table 1 に示した。

3-3. 試験溶液調製法

食用油は、試料 1 g に内部標準液 (2 mg/kg、n-ヘキサン溶液) を 0.2 ml 添加し、酢酸エチルで 5 ml に定容した。その他

の試料は、Scheme 1 に示した。

C. 結果と考察

1. LC/MS/MS 条件の検討

安定同位元素標識体を内標準物質に用いることは、MS/MS 検出感度を一定に補正するばかりでなく、試料採取直後に添加することによって、前処理操作による対象物質の損失についても補正することが可能である。そこで、本研究においてはアセフェート-d6 を内標準物質として使用し、カーバメート系農薬の場合と同様に、これを試料採取直後に添加することとした。また、メタミドフォス、アセフェート、ジメトエート、アセフェート-d6 について MS/MS 条件を最適化した結果を Table 1 に示した。

LC 分離条件の検討に際しては、定量性を考慮し 1 ピークあたりのデータポイント数を概ね 15 ポイント以上確保することとした。種々検討した結果、上記『3-2』に示した条件により、分析することとした。

2. Dual CCC 条件の検討と溶出位置の確認

我々はこれまでの研究により、n-ヘキサンとアセトニトリルを溶媒系として選択した Dual CCC が、分析妨害物質となる油脂の除去に有効であることを確認している。Dual CCC では、使用する二相溶媒に対する分配係数を測定することにより分離状態の推定が可能である¹⁾。各対象農薬の分配係数を測定した結果、その値は 0.003~0.004 であり、すべての農薬が Dual CCC カラム内にほとんど保持されることなくテ

イル側に流出することが推測できた。すなわち、油脂は農薬と分離してヘッド側に流出し、有機リン系農薬は、テイル側に同時にかつ迅速に流出すると推定できた。これは、迅速な前処理が可能であることを意味しており、実際に Dual CCC により各農薬の溶出位置を確認したところ、3~8 分のテイル側流出液にすべての農薬が 90%以上溶出した。

3. 添加回収実験

実試料として、市販食用油、穀物粉及び食パンそれぞれ 3 種ずつについて、添加回収実験を行った (n=5)。大豆油、オリーブ油及びなたね油に 0.5 mg/kg 及び 0.1 mg/kg となるよう添加したとき、回収率は 85-105%、変動係数は 1.1-7.8%であり、小麦粉、ライ麦粉及び全粒小麦粉に 0.05 mg/kg 及び 0.01 mg/kg となるよう添加したとき、回収率は 78-113%、変動係数は 01.9-10.4%であった (Table 2)。また、白食パン、ライ麦食パン、全粒食パンに 0.5 mg/kg 及び 0.05 mg/kg となるよう添加したとき、回収率は 62-110%、変動係数は 0.9-8.4%であった (Table 3)。

この実験で得られた MRM プロファイルのうち、なたね油に各農薬を 0.1 mg/kg となるように添加したときに得られた MRM プロファイルと、農薬を全く添加しなかった空白試料のプロファイルを Figure 3 に示した。農薬を添加した試料からは、農薬と内部標準物質がそれぞれ明瞭なピークとして観察された。また、空白試料からは、添加した内部標準物質のみ

が良好に検出され、定量を妨害する物質は検出されなかった。

なお、試料調製から分析結果を得るまでの所要時間は、食用油で約 20 分、穀物粉と食パン、豆類及び穀類で約 30 分程度であった。

D. 結論

以上のように、Dual CCC を用いた試料調製法と LC/MS/MS を組み合わせた方法により、加工食品中の有機リン系農薬、メタミドフォス、アセフェート、ジメトエートの分析法を開発した。Dual CCC を用いた試料調製法は、農薬と測定妨害物質が同じ出口から溶出することがなく、妨害物質の溶出時間を考慮する必要がないため、多数の検体を短時間で処理することが可能であった。また、安定同位元素標識体を内部標準に用いた LC/MS/MS 分析は、加工食品中の農薬を簡易に前処理したのみで高感度かつ精度の高い分析を可能にした。これらの方法は、複雑なマトリックスを含有する加工食品を対象とした分析に非常に有効な手段であると考えられる。

E. 参考文献

1) Ito, Y., Conway, W. D.: “ High-Speed Countercurrent Chromatography”, (1995), (John Wiley & Sons, Inc., Chichester).

F. 健康危機情報

なし

G. 研究発表

1. 学会発表

双方向高速向流クロマトグラフィーを前処理に用いた食品中の有機リン系農薬分析法の基礎的検討：伊藤裕子、後藤智美、山田貞二、松本 浩（愛知衛研）、岡 尚男（金城学院大・薬）、伊東洋一郎（米国 NIH）日本食品衛生学会第 90 回学術講演会、2005 年、10 月 20 日、大宮。

2. 論文

現在執筆中。

H. 知的財産権の出願・登録状況（予定を含む。）

1. 特許取得

なし

2. 実用新案登録

なし

3. その他

なし