

表2 対象農薬及び測定機器

No.	農薬名	定性/定量機器	確認/定量機器	No.	農薬名	定性/定量機器	確認/定量機器
001	o,p'-DDD	EI mode GC/MS	GC/ECD	081	trans-ノナクロル	EI mode GC/MS	GC/ECD
002	p,p'-DDD	EI mode GC/MS	GC/ECD	082	cis-ノナクロル	EI mode GC/MS	GC/ECD
003	p,p'-DDE	EI mode GC/MS	GC/ECD	083	クロルニトロフェン	EI mode GC/MS	GC/ECD
004	o,p'-DDT	EI mode GC/MS	GC/ECD	084	クロルピリホス	EI mode GC/MS	GC/FPD
005	p,p'-DDT	EI mode GC/MS	GC/ECD	085	クロルピリホスメチル	EI mode GC/MS	GC/FPD
006	EPN	EI mode GC/MS	GC/FPD	086	クロルフェナビル	EI mode GC/MS	GC/ECD
007	EPTC	EI mode GC/MS	GC/NPD	087	クロルフェンピホス	EI mode GC/MS	GC/FPD
008	HCB	EI mode GC/MS	GC/ECD	088	クロルフルアズロン	LC/MS/MS	-
009	α-BHC	EI mode GC/MS	GC/ECD	089	クロルプロファミン	EI mode GC/MS	GC/NPD
010	β-BHC	EI mode GC/MS	GC/ECD	090	クロロタロニル	EI mode GC/MS	GC/ECD
011	γ-BHC	EI mode GC/MS	GC/ECD	091	クロロベンジレート	EI mode GC/MS	GC/ECD
012	δ-BHC	EI mode GC/MS	GC/ECD	092	サリチオン	EI mode GC/MS	GC/FPD
013	XMC	EI mode GC/MS	GC/NPD	093	シアナジン	EI mode GC/MS	GC/NPD
014	アクリナトリン	EI mode GC/MS	GC/ECD	094	シアノフェンホス	EI mode GC/MS	GC/FPD
015	アジンホスエチル	EI mode GC/MS	GC/FPD	095	シアノホス	EI mode GC/MS	GC/FPD
016	アジンホスメチル	EI mode GC/MS	GC/FPD	096	ジアリホス	EI mode GC/MS	GC/FPD
017	アセタミプリド	LC/MS/MS	GC/NPD	097	ジエトフェンカルブ	EI mode GC/MS	GC/NPD
018	アセトクロル	LC/MS/MS	-	098	ジクロシメット	EI mode GC/MS	GC/ECD
019	アセフエート	LC/MS/MS	GC/FPD	099	ジクロフェンチオン	EI mode GC/MS	GC/FPD
020	アノキシストロビン	EI mode GC/MS	GC/NPD	100	ジクロフルアニド	EI mode GC/MS	GC/ECD
021	アミノカルブ	LC/MS/MS	GC/NPD	101	ジクロラン	EI mode GC/MS	GC/ECD
022	アラクロール	EI mode GC/MS	GC/NPD	102	ジクロルボス	EI mode GC/MS	GC/FPD
023	アルジカルブ	LC/MS/MS	Post HPLC/FL	103	ジコホール	EI mode GC/MS	GC/ECD
024	アルジカルブスルホキシド	LC/MS/MS	Post HPLC/FL	104	シハロトリン	EI mode GC/MS	GC/ECD
025	アルジカルブスルホン	LC/MS/MS	Post HPLC/FL	105	シハロホップブチル	EI mode GC/MS	GC/NPD
026	アルドリル	EI mode GC/MS	GC/ECD	106	ジフェノコナゾール	EI mode GC/MS	GC/NPD
027	イソキサチオン	EI mode GC/MS	GC/FPD	107	シフルトリン	EI mode GC/MS	GC/ECD
028	イソフェンホス	EI mode GC/MS	GC/FPD	108	ジフルフェニカン	EI mode GC/MS	GC/NPD
029	イソフェンホスオキソン	EI mode GC/MS	GC/FPD	109	ジフルベンズロン	LC/MS/MS	-
030	イソプロカルブ	EI mode GC/MS	GC/NPD	110	シプロコナゾール	EI mode GC/MS	GC/NPD
031	イソプロチオラン	EI mode GC/MS	GC/ECD	111	シプロジニル	LC/MS/MS	-
032	イプロジオン	EI mode GC/MS	GC/ECD	112	シベルメトリン	EI mode GC/MS	GC/ECD
033	イプロジオン代謝物	LC/MS/MS	GC/ECD	113	ジメタトリン	EI mode GC/MS	GC/NPD
034	イプロベンホス	EI mode GC/MS	GC/FPD	114	ジメチルピホス	EI mode GC/MS	GC/FPD
035	イマザリル	EI mode GC/MS	GC/NPD	115	ジメチナミド	EI mode GC/MS	GC/NPD
036	イミダクロプリド	LC/MS/MS	-	116	ジメトエート	EI mode GC/MS	GC/FPD
037	イミベンコナゾール	EI mode GC/MS	GC/NPD	117	ジメトモルフ	LC/MS/MS	-
038	インドキサカルブ	LC/MS/MS	GC/NPD	118	シモキサニル	LC/MS/MS	-
039	ウニコナゾール	EI mode GC/MS	GC/NPD	119	シラフルオフェン	EI mode GC/MS	LC/MS/MS
040	エスプロカルブ	EI mode GC/MS	GC/NPD	120	スピノシンA	LC/MS/MS	HPLC/UV
041	エチオフェンカルブ	LC/MS/MS	Post HPLC/FL	121	スピノシンD	LC/MS/MS	HPLC/UV
042	エチオフェンカルブスルホキシド	LC/MS/MS	Post HPLC/FL	122	スルプロホス	EI mode GC/MS	GC/FPD
043	エチオフェンカルブスルホン	LC/MS/MS	Post HPLC/FL	123	スルプロホススルホキシド	EI mode GC/MS	GC/FPD
044	エチオン	EI mode GC/MS	GC/FPD	124	スルホテップ	EI mode GC/MS	GC/FPD
045	エチフェンホス	EI mode GC/MS	GC/FPD	125	ターバシリン	EI mode GC/MS	GC/NPD
046	エチキサゾール	EI mode GC/MS	GC/NPD	126	ダイアジン	EI mode GC/MS	GC/FPD
047	エトフェンブロックス	EI mode GC/MS	LC/MS/MS	127	チアクロプリド	LC/MS/MS	-
048	エトプロホス	EI mode GC/MS	GC/FPD	128	チアクロプリドアミド	LC/MS/MS	-
049	エトリジアゾール	EI mode GC/MS	GC/ECD	129	チアベンダゾール	EI mode GC/MS	GC/NPD
050	エトリムホス	EI mode GC/MS	GC/FPD	130	チアトキサム	LC/MS/MS	-
051	エンドスルファンα	EI mode GC/MS	GC/ECD	131	チオシクラム	LC/MS/MS	-
052	エンドスルファンβ	EI mode GC/MS	GC/ECD	132	チオファネートメチル	LC/MS/MS	GC/NPD
053	エンドスルファンスルファート	EI mode GC/MS	GC/ECD	133	チオベンカルブ	EI mode GC/MS	GC/NPD
054	エンドリン	EI mode GC/MS	GC/ECD	134	チオメトン	EI mode GC/MS	GC/FPD
055	オキサジアゾン	EI mode GC/MS	GC/ECD	135	チフルザミド	EI mode GC/MS	GC/NPD
056	オキサジキシル	EI mode GC/MS	GC/NPD	136	ディルドリン	EI mode GC/MS	GC/ECD
057	オキサミル	EI mode GC/MS	GC/NPD	137	テトラクロルピホス	EI mode GC/MS	GC/FPD
058	オトエート	LC/MS/MS	GC/FPD	138	テトラコナゾール	EI mode GC/MS	GC/NPD
059	カズサホス	EI mode GC/MS	GC/FPD	139	テトラジホス	EI mode GC/MS	GC/ECD
060	カブフェンストロール	EI mode GC/MS	GC/NPD	140	テトラメトリン	EI mode GC/MS	GC/NPD
061	カブタホール	EI mode GC/MS	GC/ECD	141	テニルクロール	EI mode GC/MS	GC/NPD
062	カルバリル	EI mode GC/MS	Post HPLC/FL	142	テブコナゾール	EI mode GC/MS	GC/NPD
063	カルプロバミド	LC/MS/MS	GC/NPD	143	テブフェンジド	LC/MS/MS	-
064	カルベンダジム	LC/MS/MS	-	144	テブフェンピラド	EI mode GC/MS	GC/NPD
065	カルボフェンチオン	EI mode GC/MS	GC/FPD	145	テフルトリン	EI mode GC/MS	GC/ECD
066	カルボフラン	EI mode GC/MS	GC/NPD	146	テフルベンズロン	LC/MS/MS	-
067	キシリルカルブ	EI mode GC/MS	GC/NPD	147	デルタメトリン	EI mode GC/MS	GC/ECD
068	キナルホス	EI mode GC/MS	GC/FPD	148	テルブホス	EI mode GC/MS	GC/FPD
069	キノメチオネート	EI mode GC/MS	GC/NPD	149	テルブホススルホキシド	EI mode GC/MS	GC/FPD
070	キャブタン	EI mode GC/MS	GC/ECD	150	テルブホススルホン	EI mode GC/MS	GC/FPD
071	キントゼン	EI mode GC/MS	GC/ECD	151	トラロメトリン	EI mode GC/MS	GC/ECD
072	クマホス	EI mode GC/MS	GC/FPD	152	トリアジメノール	EI mode GC/MS	GC/NPD
073	クミロン	EI mode GC/MS	GC/NPD	153	トリアジメホス	EI mode GC/MS	GC/NPD
074	クレノキシムメチル	EI mode GC/MS	GC/NPD	154	トリアジン	EI mode GC/MS	GC/NPD
075	クロフェンテジン	EI mode GC/MS	GC/NPD	155	トリアゾホス	EI mode GC/MS	GC/FPD
076	クロマフェンジド	LC/MS/MS	-	156	トリクラミド	EI mode GC/MS	GC/NPD
077	クロタルジメチル	EI mode GC/MS	GC/ECD	157	トリクロルホス	LC/MS/MS	GC/FPD
078	オキシクロルデン	EI mode GC/MS	GC/ECD	158	トリシクラノール	EI mode GC/MS	GC/NPD
079	trans-クロルデン	EI mode GC/MS	GC/ECD	159	トリフルミノール	EI mode GC/MS	GC/NPD
080	cis-クロルデン	EI mode GC/MS	GC/ECD	160	トリフルシール代謝物	EI mode GC/MS	GC/NPD

表2 対象農薬及び測定機器(続き)

No.	農薬名	定性/定量機器	確認/定量機器		No.	農薬名	定性/定量機器	確認/定量機器	
161	トリフルラリン	EI mode GC/MS	GC/NPD		222	フルシラゾール	EI mode GC/MS	GC/NPD	
162	トリフロキシストロビン	LC/MS/MS	-		223	フルトラニル	EI mode GC/MS	GC/NPD	NCI mode GC/MS
163	トリホリン	LC/MS/MS	-		224	フルバリネート	EI mode GC/MS	GC/ECD	NCI mode GC/MS
164	トルクロホスメチル	EI mode GC/MS	GC/FPD	NCI mode GC/MS	225	フルフェノクスロン	LC/MS/MS	-	
165	トルフェンピラド	EI mode GC/MS	GC/ECD		226	プレチラクロール	EI mode GC/MS	GC/NPD	
166	ナレド	EI mode GC/MS	GC/FPD		227	プロシミドン	EI mode GC/MS	GC/ECD	NCI mode GC/MS
167	ニテンピラム	LC/MS/MS	-		228	プロチオホス	EI mode GC/MS	GC/FPD	NCI mode GC/MS
168	ノバルロン	LC/MS/MS	-		229	プロバニル	EI mode GC/MS	GC/ECD	
169	バクプロトラゾール	EI mode GC/MS	GC/NPD		230	プロバホス	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD
170	バミドチオン	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD	231	プロバモカルブ	EI mode GC/MS	GC/NPD	
171	バミドチオンスルホキシド	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD	232	プロバルギト	EI mode GC/MS	GC/FPD(S)	
172	バミドチオンスルホン	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD	233	プロビコナゾール	EI mode GC/MS	GC/NPD	
173	バラチオン	EI mode GC/MS	GC/FPD	NCI mode GC/MS	234	プロビザミド	EI mode GC/MS	GC/ECD	
174	バラチオンメチル	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD	235	プロフェノホス	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD
175	ハルフェンブロックス	EI mode GC/MS	GC/ECD		236	プロベナゾール	EI mode GC/MS	GC/NPD	NCI mode GC/MS
176	ピチルタノール	EI mode GC/MS	GC/FPD	LC/MS/MS	237	プロボクセル	EI mode GC/MS	GC/NPD	
177	ピフェナゼート	LC/MS/MS	-		238	プロモカルブ	EI mode GC/MS	GC/NPD	
178	ピフェノックス	EI mode GC/MS	GC/ECD		239	プロモプロピレート	EI mode GC/MS	GC/ECD	NCI mode GC/MS
179	ピフェントリン	EI mode GC/MS	GC/ECD	NCI mode GC/MS	240	プロモホスエチル	EI mode GC/MS	GC/FPD	NCI mode GC/MS
180	ピベロホス	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD	241	プロモホスメチル	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD
181	ピラクロホス	EI mode GC/MS	GC/FPD	NCI mode GC/MS	242	ヘキサコナゾール	EI mode GC/MS	GC/NPD	NCI mode GC/MS
182	ピラゾキシフェン	EI mode GC/MS	GC/NPD		243	ヘキサフルムロン	LC/MS/MS	-	
183	ピラゾホス	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD	244	ベノミル	LC/MS/MS	-	
184	ピリダフェンチオン	EI mode GC/MS	GC/FPD	NCI mode GC/MS	245	ヘプタクロール	EI mode GC/MS	GC/ECD	
185	ピリダベン	EI mode GC/MS	GC/NPD	NCI mode GC/MS	246	ヘプタクロールエポキサイド	EI mode GC/MS	GC/ECD	
186	ピリダリル	EI mode GC/MS	GC/ECD		247	ベルメトリン	EI mode GC/MS	GC/ECD	NCI mode GC/MS
187	ピリフェノックス	EI mode GC/MS	GC/ECD		248	ベンコナゾール	EI mode GC/MS	GC/NPD	
188	ピリチカルブ	EI mode GC/MS	GC/NPD		249	ベンシクロン	LC/MS/MS	-	
189	ピリプロキシフェン	EI mode GC/MS	GC/NPD		250	ベンダイオカルブ	EI mode GC/MS	Post HPLC/FL	
190	ピリミカルブ	LC/MS/MS	Post HPLC/FL		251	ベンディメタリン	EI mode GC/MS	GC/NPD	
191	ピリミジフェン	LC/MS/MS	-		252	ホキシム	EI mode GC/MS	GC/FPD	
192	ピリミノバックメチル	EI mode GC/MS	GC/NPD		253	ホシロン	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD
193	ピリミホスメチル	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD	254	ボスカリド	LC/MS/MS	GC/ECD	
194	ピリメタニル	EI mode GC/MS	GC/NPD		255	ホスチアゼート	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD
195	ピロキロン	EI mode GC/MS	GC/NPD		256	ホスファミドン	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD
196	ピンクロプリン	EI mode GC/MS	GC/ECD	NCI mode GC/MS	257	ホスマット	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD
197	ファミキサド	LC/MS/MS	-		258	ホルクロルフェニユロン	LC/MS/MS	-	
198	フェナミホス	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD	259	ホルベット	EI mode GC/MS	GC/ECD	
199	フェナミホス スルホキシド	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD	260	ホルモチオン	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD
200	フェナミホス スルホン	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD	261	ホルレート	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD
201	フェナリモル	EI mode GC/MS	GC/NPD	NCI mode GC/MS	262	マイレックス	EI mode GC/MS	GC/ECD	
202	フェニトロチオン	EI mode GC/MS	GC/FPD	NCI mode GC/MS	263	マラチオン	EI mode GC/MS	GC/FPD	NCI mode GC/MS
203	フェノキシカルブ	EI mode GC/MS	GC/NPD		264	ミクプロタニル	EI mode GC/MS	GC/NPD	NCI mode GC/MS
204	フェノチオカルブ	EI mode GC/MS	GC/NPD		265	メカルバム	EI mode GC/MS	GC/NPD	
205	フェノプロカルブ	EI mode GC/MS	Post HPLC/FL	LC/MS/MS	266	メノミル	LC/MS/MS	Post HPLC/FL	
206	フェリムゾン	LC/MS/MS	GC/NPD	EI mode GC/MS	267	メタミドホス	LC/MS/MS	GC/FPD	EI mode GC/MS
207	フェンシルホチオン	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD	268	メタラキシル	EI mode GC/MS	GC/NPD	
208	フェンチオン	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD	269	メチオカルブ	EI mode GC/MS	Post HPLC/FL	GC/NPD
209	フェントエート	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD	270	メチダチオン	EI mode GC/MS	GC/FPD	NCI mode GC/MS
210	フェンバレレート	EI mode GC/MS	GC/ECD	NCI mode GC/MS	271	メトキシクロール	EI mode GC/MS	GC/ECD	
211	フェンピロキシメート	LC/MS/MS	-		272	メミノストロビン	LC/MS/MS	-	
212	フェンプロバトリン	EI mode GC/MS	GC/ECD	NCI mode GC/MS	273	メトラクロール	EI mode GC/MS	GC/NPD	
213	フサライド	EI mode GC/MS	GC/ECD	NCI mode GC/MS	274	メトリブジン	EI mode GC/MS	GC/NPD	
214	ブタミホス	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD	275	メビホス	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD
215	ブチレート	EI mode GC/MS	GC/NPD		276	メフェナゼット	EI mode GC/MS	GC/NPD	
216	ブフェンカルブ	EI mode GC/MS	GC/NPD		277	メプロニル	EI mode GC/MS	GC/NPD	
217	ブプロフェジン	EI mode GC/MS	GC/NPD	NCI mode GC/MS	278	モノクロトホス	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD
218	フラメビル	EI mode GC/MS	GC/NPD		279	リニユロン	EI mode GC/MS	GC/NPD	
219	フルアジナム	EI mode GC/MS	GC/ECD		280	ルフェニユロン	LC/MS/MS	-	
220	フルジオキソニル	EI mode GC/MS	GC/NPD		281	レナシル	EI mode GC/MS	GC/NPD	
221	フルシトリネート	EI mode GC/MS	GC/ECD	NCI mode GC/MS	282	レプトホス	EI mode GC/MS	GC/FPD	GC/NPD

表3 実態調査結果(農薬別)

農薬名	食品	検出数	検出値(ng/g)															
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12				
Total DDT	牛肉 国産	2/6	1	2														
	鶏肉 国産	1/4	1															
	魚類 国産	10/14	2	3	3	4	4	5	5	7	10	12						
	魚類 輸入	3/7	2	4	2													
	貝類 国産	1/6	1															
p,p'-DDT	魚類 国産	6/14	tr	tr	tr	tr	tr	1										
	貝類 国産	1/6	tr															
p,p'-DDD	魚類 国産	5/14	tr	tr	tr	1	1											
	貝類 国産	1/6	1															
p,p'-DDE	牛肉 国産	2/6	1	2														
	鶏肉 国産	1/4	1															
	魚類 国産	10/14	2	3	3	4	4	4	5	7	9	11						
	魚類 輸入	3/7	2	2	4													
Total BHC	牛肉 国産	2/6	1	2														
	鶏肉 国産	3/4	1	2	3													
	魚類 国産	1/14	2															
γ-BHC	牛肉 国産	2/6	1	2														
	鶏肉 国産	3/4	1	1	1													
	魚類 国産	1/14	2															
δ-BHC	鶏肉 国産	2/4	1	1														
α-エンドスルファン	魚類 輸入	3/7	tr	tr	tr													
β-エンドスルファン	魚類 輸入	2/7	tr	tr														
エンドスルファンスルフェート	牛乳 国産	2/6	tr	tr														
	魚類 輸入	3/7	1	4	tr													
	貝類 国産	2/6	tr	tr														
cis-クロルデン	魚類 国産	3/14	2	2	2													
trans-クロルデン	魚類 国産	2/14	tr	tr														
cis-ノナクロル	魚類 国産	3/14	tr	tr	tr													
trans-ノナクロル	魚類 国産	3/14	2	2	2													
イソプロチオラン	牛肉 国産	2/6	1	2														
	魚類 国産	1/14	tr															
	貝類 国産	4/6	4	7	9	9												
エトフェンプロックス	魚類 国産	2/14	tr	tr														
	貝類 国産	4/6	2	2	3	5												
フルフェノクスロン	魚類 国産	2/14	tr	tr														
	貝類 国産	4/6	tr	tr	tr	tr												
アノキシストロピン	貝類 国産	4/6	tr	tr	tr	tr												
イソキサチオン	貝類 国産	4/6	tr	tr	tr	tr												
イプロベンホス	貝類 国産	4/6	tr	tr	tr	tr												
オキサジアゾン	貝類 国産	4/6	tr	tr	tr	tr												
ダイアジノン	貝類 国産	4/6	6	8	13	14												
ピロキロン	貝類 国産	4/6	tr	tr	tr	tr												
フェニトロチオン	貝類 国産	4/6	1	tr	tr	tr												
ブプロフェジン	貝類 国産	4/6	2	tr	tr	tr												
フルトラニル	貝類 国産	4/6	tr	tr	tr	tr												
プロチオホス	貝類 国産	4/6	1	1	2	6												
クロルフェナピル	貝類 国産	3/6	tr	tr	tr													
クロルピリホス	貝類 国産	2/6	tr	tr														
マラチオン	貝類 国産	2/6	tr	tr														
HCB	魚類 国産	1/14	1															
カルベンダジム	貝類 国産	1/6	tr															
シアノホス	貝類 国産	1/6	tr															
ジコホール	貝類 国産	1/6	tr															
シフルトリン	貝類 国産	1/6	tr															
シラフルオフエン	貝類 国産	1/6	8															
フェンプロバトリン	貝類 国産	1/6	tr															
フサライド	貝類 国産	1/6	tr															
プロモプロピレート	貝類 国産	1/6	4															
ペルメトリン	貝類 国産	1/6	3															

nd: not detected (nd<LOD). tr: trace (LOD≤tr<LOQ).

表4 実態調査結果(食品別)

食品名	No.	産地	農薬名	検出値 (ng/g)	
牛肉	1	国産 愛知	-	nd	
牛肉	2	国産 愛知	Total DDT	2	
			p,p'-DDE	2	
			γ-プロチオラン	2	
牛肉	3	国産 愛知	Total BHC	1	
			γ-BHC	1	
			γ-プロチオラン	1	
牛肉	4	国産 岐阜	Total DDT	1	
			p,p'-DDE	1	
牛肉	5	国産 愛知	-	nd	
牛肉	6	国産 愛知	Total BHC	2	
			γ-BHC	2	
牛肉	1	輸入 オーストラリア	-	nd	
牛肉	2	輸入 オーストラリア	-	nd	
豚肉	1	国産 愛知	-	nd	
豚肉	2	国産 愛知	-	nd	
豚肉	3	国産 愛知	-	nd	
豚肉	4	国産 愛知	-	nd	
豚肉	5	国産 愛知	-	nd	
鶏肉	1	国産 兵庫	Total BHC	1	
			γ-BHC	1	
鶏肉 肝臓	2	国産 兵庫	Total BHC	2	
			γ-BHC	1	
			δ-BHC	1	
			Total DDT	1	
			p,p'-DDE	1	
鶏肉	3	国産 愛知	Total BHC	3	
			γ-BHC	1	
			δ-BHC	1	
鶏肉 心臓	4	国産 兵庫	-	nd	
牛乳	1	国産 愛知	エンドスルファンスルフェート	tr	
牛乳	2	国産 愛知	エンドスルファンスルフェート	tr	
牛乳	3	国産 愛知	-	nd	
牛乳	4	国産 愛知	-	nd	
牛乳	5	国産 愛知	-	nd	
牛乳	6	国産 愛知	-	nd	
鶏卵	1	国産 岐阜	-	nd	
鶏卵	2	国産 兵庫	-	nd	
鶏卵	3	国産 愛知	-	nd	
鶏卵	4	国産 愛知	-	nd	
鶏卵	5	国産 愛知	-	nd	
鶏卵 うずら	1	国産 愛知	-	nd	
鶏卵 うずら	2	国産 愛知	-	nd	
魚類	あじ	1	国産 静岡	-	nd
魚類	あなご	2	国産 愛知	Total DDT	3
			p,p'-DDE	3	
魚類	あゆ	3	国産 和歌山	-	nd
魚類	いしもち	4	国産 広島	Total DDT	4
			p,p'-DDE	4	
魚類	いわし	5	国産 静岡	-	nd
魚類	かじき	6	国産 静岡(太平洋)	HCB	1
魚類	このしろ	7	国産 愛知	Total DDT	7
			p,p'-DDE	7	
			p,p'-DDT	tr	
			p,p'-DDD	tr	
			γ-プロチオラン	tr	
			ε-プロチオラン	tr	
			トコフェロール	2	
			trans-ノナクロル	2	
			cis-ノナクロル	tr	
			cis-ノナクロル	tr	
			フルフェノクスロン	tr	
魚類	このしろ	8	国産 愛知(伊勢湾沖)	Total BHC	2
			γ-BHC	2	
			Total DDT	2	
			p,p'-DDE	2	
魚類	このしろ	9	国産 愛知(三河湾内)	Total DDT	10
			p,p'-DDE	9	
			p,p'-DDD	1	
			p,p'-DDT	tr	
			ε-プロチオラン	tr	
			cis-ノナクロル	2	
			trans-ノナクロル	2	
			cis-ノナクロル	tr	
			フルフェノクスロン	tr	
魚類	さけ	10	国産 宮城	Total DDT	3
			p,p'-DDE	3	
			p,p'-DDT	tr	
			p,p'-DDD	tr	
			γ-プロチオラン	tr	
魚類	さば	11	国産 石川	Total DDT	5
			p,p'-DDE	5	
			p,p'-DDT	tr	
			p,p'-DDD	tr	
魚類	せいご	12	国産 愛知	Total DDT	4
			p,p'-DDE	4	
魚類	たちうお	13	国産 長崎	Total DDT	5
			p,p'-DDE	4	
			p,p'-DDT	1	
魚類	ぼら	14	国産 愛知	Total DDT	12
			p,p'-DDE	11	
			p,p'-DDD	1	
			p,p'-DDT	tr	
			cis-ノナクロル	2	
			trans-ノナクロル	2	
			cis-ノナクロル	tr	
			cis-ノナクロル	tr	

nd: not detected (nd < LOD), tr: trace (LOD ≤ tr < LOQ).

食品名	No.	産地	農薬名	検出値 (ng/g)	
魚類	さけ	1	輸入 チリ	エンドスルファンスルフェート	4
			Total DDT	2	
			p,p'-DDE	2	
			α-エンドスルファン	tr	
			β-エンドスルファン	tr	
魚類	さけ	2	輸入 チリ	Total DDT	4
			p,p'-DDE	4	
			エンドスルファンスルフェート	1	
			α-エンドスルファン	tr	
			β-エンドスルファン	tr	
魚類	さけ	3	輸入 チリ	α-エンドスルファン	tr
			エンドスルファンスルフェート	tr	
魚類	さけ	4	輸入 チリ	-	nd
魚類	さけ	5	輸入 チリ	-	nd
魚類	まぐろ	6	輸入 台湾(インド洋)	Total DDT	2
			p,p'-DDE	2	
魚類	まぐろ	7	輸入 トルコ(大西洋)	-	nd
貝類	あさり	1	国産 静岡(浜名湖)	マラチオン	tr
貝類	しじみ	2	国産 三重	ダイアジノン	14
			γ-プロチオラン	7	
			β-プロチオホス	6	
			ε-プロチオホス	5	
			プロモプロピレート	4	
			ベルメリン	3	
			プロプロフェジン	2	
			フェニトロチオン	1	
			Total DDT	1	
			p,p'-DDD	1	
			アノキシストロビン	tr	
			イソキサチオン	tr	
			イソペンホス	tr	
			エンドスルファンスルフェート	tr	
			オキサジアゾン	tr	
			カルベンダジム	tr	
			クロルピリホス	tr	
			クロルフェナビル	tr	
			ジコホル	tr	
			シフルトリン	tr	
			ピロキロン	tr	
			フェンプロパトリン	tr	
			フルトラニル	tr	
			フルフェノクスロン	tr	
			マラチオン	tr	
貝類	しじみ	3	国産 三重	ダイアジノン	13
			γ-プロチオラン	9	
			シラフルオフェン	8	
			ε-プロチオホス	3	
			β-プロチオホス	2	
			Total DDT	tr	
			p,p'-DDT	tr	
			アノキシストロビン	tr	
			イソキサチオン	tr	
			イソペンホス	tr	
			エンドスルファンスルフェート	tr	
			オキサジアゾン	tr	
			クロルピリホス	tr	
			クロルフェナビル	tr	
			シアノホス	tr	
			ピロキロン	tr	
			フェニトロチオン	tr	
			フズラド	tr	
			プロプロフェジン	tr	
			フルトラニル	tr	
			フルフェノクスロン	tr	
貝類	しじみ	4	国産 三重	ダイアジノン	8
			γ-プロチオラン	4	
			ε-プロチオホス	2	
			β-プロチオホス	1	
			アノキシストロビン	tr	
			イソキサチオン	tr	
			イソペンホス	tr	
			オキサジアゾン	tr	
			クロルフェナビル	tr	
			ピロキロン	tr	
			フェニトロチオン	tr	
			プロプロフェジン	tr	
			フルトラニル	tr	
			フルフェノクスロン	tr	
貝類	しじみ	5	国産 三重	γ-プロチオラン	9
			ダイアジノン	6	
			ε-プロチオホス	2	
			β-プロチオホス	1	
			アノキシストロビン	tr	
			イソキサチオン	tr	
			イソペンホス	tr	
			オキサジアゾン	tr	
			ピロキロン	tr	
			フェニトロチオン	tr	
			プロプロフェジン	tr	
			フルトラニル	tr	
			フルフェノクスロン	tr	
貝類	はたて	6	国産 青森	-	nd
甲殻類	えび	1	輸入 パキスタン	-	nd
甲殻類	えび	2	輸入 インド	-	nd
甲殻類	えび	3	輸入 インドネシア	-	nd

食品中に残留する農薬等のリスク管理手法の精密化に関する研究

1. 畜水産食品中の残留農薬の実態把握及び公定試験法の検証

(2) 公定試験法の検証

分担研究者 根本 了 国立医薬品食品衛生研究所食品部第一室長

研究要旨

畜水産食品に対する残留農薬一斉試験法の高極性農薬への適用拡大を図るため、厚生労働省で検討中の塩酸添加アセトニトリル抽出一斉試験法について、牛乳及び鶏卵を用いて、抽出操作等の検証試験を実施した。抽出時のセライト添加の影響について検討したところ、添加回収率及び操作性に関してセライト添加の必要性は認められなかった。抽出時の塩酸添加の影響について検討したところ、開発中の試験法で用いられている塩酸濃度では、大部分の農薬で塩酸添加の効果は認められなかった。また、溶液中で酸性を示す農薬の回収率を改善するためには、塩析による水層分離の際に水層の pH を酸性にする必要があり、アルカリ性を示す食品では、液性を適切に調整する必要があった。

研究協力者

青柳光敏 北海道立衛生研究所食品薬品部 研究職員

A. 研究目的

畜水産食品に対する残留農薬通知一斉試験法は、固体試料では高極性農薬には適用できない。そのため、高極性農薬への適用拡大を図るため、厚生労働省では新たに塩酸添加アセトニトリル抽出一斉試験法を検討中である。そこで平成 19 年度は、公定試験法の検証として、開発中の一斉試験法について、抽出操作等の検証試験を実施した。本研究は北海道立衛生研究所食品薬品部食品科学科青柳光敏研究職員の協力により実施した。

B. 研究方法

1. 試料

試料は、札幌市内の小売店で購入した牛乳及び鶏卵を使用した。

2. 標準品及び試薬

標準品は林純薬工業、関東化学、和光純薬工業、Riedel-de Haën 社及び Dr. Ehrenstorfer 社の残留農薬試験用を用いた。

標準品 10 mg を精秤し、アセトニトリルに溶解し 10 mL としたものを標準原液とした。

各農薬の標準原液を混合し、アセトニトリルで各農薬が 5 mg/L となるように混合して混合標準溶液を調製した。なお、LC/MS/MS での測定感度が低かったイプロジオン、エマメクチン *N*-メチルホルミルアミノ B1a 及び B1b、エマメクチンアミノ体 B1a 及び B1b、5-メチル-5-フェニルイミダゾリジン-2,4-ジオン (MPID) 及び 2,4,6-トリクロロフェノールは 2 倍濃度、アベルメクチン 8,9-*Z* 異性体 B1a は 3 倍濃度、アベルメクチン B1a 及び B1b 及びメトリブジンメチルチオ基脱離酸化体 (メトリブジン DK) は 4 倍濃度、エマメクチンホルミルアミノ体 B1a 及び B1b は 10 倍濃度とした。

5 mg/L 混合標準溶液を用時メタノールで希釈

し、1 mg/Lの濃度に調製したものを添加回収試験用混合標準溶液とした。

メタノール及び蒸留水は LC/MS 用を用いた。その他の有機溶媒及び無水硫酸ナトリウムは残留農薬試験用を用いた。その他の試薬は特級品を用いた。

C18 ミニカラムは Mega Bond Elut C18 (1,000 mg, Varian 社) をあらかじめアセトニトリル 10 mL で洗浄して用いた。

PSA ミニカラムは Bond Elut Jr-PSA (500 mg, Varian 社) をあらかじめメタノール 5 mL、次いでアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 1) 混液 10 mL で洗浄して用いた。

3. 装置及び条件

LC/MS/MS 装置：島津製作所製 Prominence シリーズ及び Applied Biosystems 社製 API4000 Q TRAP に Waters 社製 Xterra MS C18 カラム (内径 2.1 mm、長さ 150 mm、粒子径 3.5 μ m) を装着して用いた。

HPLC 条件は、移動相 A 液に 5 mmol/L 酢酸アンモニウム水溶液、B 液に 5 mmol/L 酢酸アンモニウムメタノール溶液、流速 0.2 mL/min、カラム温度 40 $^{\circ}$ C、注入量 3 μ L に設定した。

MS/MS 条件は、エレクトロスプレー (ESI) によるポジティブ及びネガティブモード、イオンスプレー電圧 5.5 kV (ポジティブ) 及び 4.5 kV (ネガティブ)、イオン源温度 350 $^{\circ}$ C (ポジティブ) 及び 500 $^{\circ}$ C (ネガティブ) に設定した。

ホモジナイザー：日本精機製作所製エースホモジナイザー AM-7 を用いた。

4. 試験溶液調製法

4-1. 抽出

検体 10.0 g をブレンダーカップに採り、添加試料には添加回収試験用混合標準溶液 1.0 mL を添加し、30 分間放置した。0.01 mol/L 塩酸 10 mL (又は水 10 mL) を加えて [操作①] ホモジナイズしたのち、アセトニトリル 50 mL、*n*-ヘキサン 25 mL 及びセライト 2 g を加え (又はセライト無

添加で) [操作②] 更にホモジナイズし、吸引ろ過 (セライト無添加の場合には、ろ紙上にろ過助剤としてセライトを敷いたものを用いた) した。アセトニトリル層を 100 mL 有栓メスシリンダーに分取した。セライト上の残留物 (セライト無添加の場合には、セライト上の残留物をとるときにセライトがなるべく混入しないようにした) 及び *n*-ヘキサン層をブレンダーカップに戻し 0.01 mol/L 塩酸 5 mL (又は水 5 mL) を加え [操作③]、アセトニトリル 25 mL を加えてホモジナイズしたのち、吸引ろ過し、アセトニトリル層を上記の 100 mL 有栓メスシリンダーに合わせた。これにアセトニトリルを加えて 100 mL に定容した。この抽出液 20 mL を分液ロートに採り (無添加又は 0.1 mol/L 塩酸 0.3 mL を添加し [操作④])、塩化ナトリウム 3 g を加え、振とう機を用いて 5 分間激しく振り混ぜたのち、静置し、分離した水層を除いた。アセトニトリル層を C18 ミニカラムに注入し、次いでアセトニトリル 2 mL を注入し、負荷液、洗液を含むカラムからの全溶出液を採り、40 $^{\circ}$ C 以下で溶媒を除去した。この残留物にアセトン・*n*-ヘキサン (1 : 1) 2 mL を加えて溶解した。

4-2. 精製

4-1. 抽出で得られた抽出溶液を PSA ミニカラムに注入したのち、容器をアセトン・*n*-ヘキサン (1 : 1) 1 mL で洗い、洗液を先のカラムに注入する操作を 3 回繰り返したのち、カラムにアセトン・*n*-ヘキサン (1 : 1) 17 mL を注入し、負荷液、洗液を含むカラムからの全溶出液を分取した (第 1 画分)。次いで容器をギ酸・メタノール (1 : 49) 1 mL で洗い、洗液を先のカラムに注入する操作を 3 回繰り返したのち、ギ酸・メタノール (1 : 49) 7 mL をカラムに注入し溶出液を分取した (第 2 画分)。これらの溶出液をそれぞれ 40 $^{\circ}$ C 以下で濃縮し溶媒を除去し、残留物をメタノール 2 mL で溶解し、これを試験溶液とした。

5. 定性・定量

LC/MS/MS に試験溶液を注入し定性・定量を行った。メタノールで調製した検量線用標準溶液を

用いて定量した。定量はピーク面積で行い、検量線から濃度を求め、各画分の回収率及び合計の回収率を求めた。

6. 対象農薬

対象農薬を表 1 に示した。

C. 研究結果及び考察

抽出操作等の検証試験として下表の実験条件に従って添加回収試験を実施した。操作①～④は、

B. 研究方法 4-1.抽出の項に示した。検討には牛乳及び鶏卵を用いた。

操作	Exp.1	Exp.2	Exp.3	Exp.4
①	0.01 mol/L塩酸 10 mL	0.01 mol/L塩酸 10 mL	水 10 mL	水 10 mL
②	セライト 2 g	セライト 無添加	セライト 無添加	セライト 無添加
③	0.01 mol/L塩酸 5 mL	0.01 mol/L塩酸 5 mL	水 5 mL	水 5 mL
④	無添加	無添加	0.1 mol/L塩酸 0.3 mL	無添加

1. 抽出時のセライト添加の影響について

ホモジナイズ抽出時のセライト添加の影響について検討するために、Exp.1 と Exp.2 の結果を比較した。牛乳及び鶏卵のいずれにおいても、Exp.1 及び Exp.2 で回収率に差は認められなかった。ブレンダーカップを用いて抽出を行ったが、セライトを加える事で、ホモジナイズ及びろ過が容易になるなどの効果は認められず、操作性に関しても抽出時にセライトを加える必要性は認められなかった。

今回の検討結果から、抽出時にセライトを添加する必要性は認められなかったことから、Exp.3 及び Exp.4 ではセライトを添加しないで抽出することにした。

2. 抽出時の塩酸添加の影響について

2.1 塩析後の水層の pH について

各条件で抽出したアセトニトリル抽出液を塩析し、分離した水層の pH を測定した結果を表 2 に示した。牛乳では、抽出時に塩酸を添加した Exp.1 及び Exp.2 では pH 4.7 であったのに対して、塩酸を添加しなかった Exp.4 でもほぼ同じ pH 5.0

であった。同様に、鶏卵では、Exp.1 及び Exp.2 では pH 8.6 であったのに対して、Exp.4 では pH 8.7 であった。一方、抽出時に塩酸を添加せず、塩析時に塩酸を添加した Exp.3 では、牛乳及び鶏卵の pH はそれぞれ 4.0 及び 5.4 であり、他の実験条件の場合よりも酸性になっていた。この結果から、抽出時に 0.01 mol/L 塩酸を加えても、抽出中にほとんどが消費されてしまい、試料の pH はほとんど変化しないことがわかった。

2.2 添加回収率に対する影響について

各条件で添加回収試験を行った結果を表 3 (牛乳) 及び表 4 (鶏卵) に示した。

牛乳では、オキサミル、クレトジム、セトキシジム、5-ヒドロキシチアベンダゾール及びトリベヌロンメチルで抽出時に塩酸を添加した Exp.1 及び Exp.2 と添加しない Exp.3 及び Exp.4 の間に差が認められた。オキサミルは塩酸を添加して抽出した場合、回収率が低下したが、原因は不明であった。5-ヒドロキシチアベンダゾールは、PSA ミニカラムからの第 1 画分と第 2 画分への溶出パターンが変化したことが原因であり、第 1 画分と第 2 画分の回収率を合計すると、回収率に差は認められなかった。トリベヌロンメチルは、イオン化抑制が認められたため、標準溶液に対するマトリックス添加標準溶液の面積比 (A/B) を比較した結果、Exp.1 (A/B=0.79) 及び Exp.2 (A/B=0.78) に比べ Exp.3 (A/B=0.53) 及び Exp.4 (A/B=0.57) の方が面積比が小さく、イオン化抑制が大きかったことが原因であった。マトリックス添加標準溶液で補正した回収率では差は見られなかった。

鶏卵では、2,4-D、4-クロロフェノキシ酢酸、MCPA、イマザピック、イマザピル、イマザモックス、イマゼタピル、クロフェンセット、トリクロピル、フェノキサプロップエチル、フルロキシピル、プロパクロール、ホキシム、メタクリホス、メトスルフロンメチルに差が認められた。フェノキサプロップエチル及びメトスルフロンメチルは Exp.1 及び Exp.2 に比べ Exp.3 及び Exp.4 のイオン化抑制が大きかったことが原因であった。2,4-D、

4-クロロフェノキシ酢酸、MCPA、イマザピック、イマザピル、イマザモックス、イマゼタピル、クロフェンセット、トリクロピル、フルロキシピルなどカルボキシル基を有する農薬は、Exp.3のみが良好な回収率であり、他の3条件(Exp.1、Exp.2及びExp.4)の回収率は低かった。このような現象は牛乳では顕著には見られなかったが、これは、牛乳は弱酸性を示しExp.1~Exp.4のいずれの実験条件でも塩析後の水層のpHが4.0~5.0と大きな差が見られなかったためと思われる。一方、鶏卵の場合は、弱アルカリ性を示し、Exp.1、Exp.2及びExp.4の実験条件では塩析後の水層のpHが8.6~8.7であったのに対し、塩析時に塩酸を添加したExp.3では5.4と弱酸性を示していたためと思われる。また、これらの農薬のExp.1、Exp.2及びExp.4における回収率は、農薬ごとに概ね同程度の回収率を示した。これは、鶏卵では抽出時に塩酸を加えてもほとんどが消費されてしまい、抽出時の塩酸添加の有無にかかわらず、塩析後の水層のpHが8.6~8.7と同程度の弱アルカリ性を示したことが原因と考えられた。プロパクロール、ホキシム及びメタクリホスでは、抽出時に塩酸を添加したExp.1及びExp.2の方が塩酸を添加しないExp.3及びExp.4よりやや回収率が高く、これらの農薬については、抽出時塩酸を加える事で回収率が改善した。この現象は、牛乳では認められず、原因の詳細については不明であった。

以上の結果から、抽出時に塩酸を添加することにより、一部の農薬では回収率の改善が認められたものの、カルボキシル基を有する農薬に対する改善効果は認められず、更に大部分の農薬では抽出時の塩酸添加の有無による回収率の差は認められなかった。従って、抽出時に0.01 mol/L塩酸を添加する必要性は低いと考えられた。カルボキシル基を有する農薬を対象とするためには、より高濃度の塩酸の添加が必要と考えられるが、その場合には、酸性条件における他の農薬の安定性等の検証が必要と思われる。

2.3 水層分離の際の塩酸添加の影響について

溶液中で酸性を示す農薬の塩析による水層分離の際の塩酸添加の影響について検討するためExp.3及びExp.4の結果を比較した。

牛乳では、イマザピル、2,4-D、4-クロロフェノキシ酢酸及びクロフェンセットなどのカルボキシル基を有する農薬では、Exp.3の回収率が高くなる傾向が認められた。また、カルボキシル基を有するなど溶液中で酸性を示す農薬では、Exp.4において相対標準偏差(RSD)が10%を超えるものが多く認められた。従って、溶液中で酸性を示す農薬については、塩析による水層分離の際に水層を酸性にすることにより、回収率及び精度が改善されると考えられた。

鶏卵では、2,4-D、2,4-DB、4-クロロフェノキシ酢酸、MCPA、MCPB、アセフェート、イマザピック、イマザピル、イマザモックス、イマゼタピル、クロフェンセット、トリクロピル、フルロキシピル、メコプロップ及び2,4,5-Tにおいて差が認められた。これらは、アセフェートを除いてすべてカルボキシル基を有している農薬であった。抽出液から分離した水層は、分離の際に塩酸を加えない場合(Exp.4)にはpH 8.7であったのに対して、塩酸を加えた場合(Exp.3)にはpH 5.4となり(表2)、水層を酸性にしたことで、溶液中で酸性を示す農薬の回収率が改善されたものと考えられた。

以上の結果から、カルボキシル基を有する農薬の回収率を改善するためには、塩析による水層分離の際のpHを酸性にする必要があり、特にアルカリ性を示す食品では、添加した酸が食品に消費されないように、液性を適切に調整する必要があると思われる。

3. 試料マトリックスの影響について

牛乳及び鶏卵ともに、イオン化抑制が認められた農薬は、概ねExp.1~Exp.4全てでイオン化抑制が認められた。一部の農薬では、抽出時に塩酸を添加しないExp.3及びExp.4のイオン化抑制が塩酸を添加したExp.1及びExp.2に比べ大きく、鶏卵では、Exp.4の第2画分において、特にイオ

ン化抑制の大きい農薬が数種認められた。抽出されるマトリックスが多い場合には、イオン化抑制等の試料マトリックスの影響を生じやすいと思われることから、塩酸添加が試料マトリックスに与える影響については、抽出効率も含めて更に検討が必要と思われた。

D. 結論

1) 牛乳及び鶏卵を用いて、抽出時のセライト添加の影響について検討したところ、セライト添加による添加回収率に対する影響は認められなかった。また、操作性に関してもセライトを加える事による利点は認められなかったことから、抽出時にセライトを加える必要性は認められなかった。

2) 抽出時の塩酸添加の影響について検討するため、塩析後の水層の pH を測定した結果、抽出時に 0.01 mol/L 塩酸を加えても、試料の pH はほとんど変化しないことがわかった。添加回収率に関しても、大部分の農薬では塩酸添加の効果は認められず、カルボキシル基を有する農薬に対する改善効果も認められなかった。そのため、抽出時の 0.01 mol/L 塩酸添加の効果は低く、効果を期待するためにはより高濃度の酸を加える必要と考えられるが、その場合には、酸性条件における他の農

薬の安定性等の検証が必要と思われる。

3) 塩析による水層分離の際に塩酸を添加した場合には、2,4-D や 4-クロルフェノキシ酢酸など溶液中で酸性を示す農薬の回収率が改善された。特に鶏卵では、塩酸を添加しない場合、水層はアルカリ性であったが、塩酸添加により酸性となったために、回収率が大きく改善された。これらのことより、カルボキシル基を有するような酸性を示す農薬の回収率を改善するためには、塩析による水層分離の際の pH を酸性にする必要があり、特にアルカリ性を示す食品では、液性を適切に調整する必要があると思われた。

E. 参考文献

なし

F. 健康危険情報

なし

G. 研究発表

なし

H. 知的財産権の出願・登録状況

なし

表1 対象農薬

No.	分析対象化合物	品目名	No.	分析対象化合物	品目名	
1	2,4-D	2,4-D	62	クロルフルアズロン	クロルフルアズロン	
2	2,4-DB	2,4-DB	63	クロクソロン	クロクソロン	
3	4-クロルフェノキシ酢酸(4-CPA)	4-クロルフェノキシ酢酸	64	ジウロン	ジウロン	
4	EPTC	EPTC	65	シクラニド	シクラニド	
5	MCPA(4-クロロ-2-メチルフェノキシ酢酸)	MCPA	66	ジノセブ	ジノセブ	
6	MCPB	MCPB	67	ジノテフラン	ジノテフラン	
7	アザメチホス	アザメチホス	68	ジノテルブ	ジノテルブ	
8	アシフルオルフェン	アシフルオルフェン	69	ジフルベンズロン	ジフルベンズロン	
9	アセタミプリド	アセタミプリド	70	シプロジニル	シプロジニル	
10	アセフェート	アセフェート	71	ジメチビン	ジメチビン	
11	アノキシストロビン	アノキシストロビン	72	ジトエート	ジトエート	
12	アベルメクチンB1a	アベルメクチン	73	ジトモルフ(E)	ジトモルフ	
13	アベルメクチンB1b		74	ジトモルフ(Z)		
14	アベルメクチン8,9-Z異性体B1a		75	シモキサニル	シモキサニル	
15	アミトラズ	アミトラズ	76	シロマジン	シロマジン	
16	N-2,4-ジメチルフェニル-N'-メチルホルムアミジン(アミトラズ代謝物)		77	スピノシン A	スピノサド	
17	アルジカルブ	アルジカルブ	78	スピノシン D		
18	アルドキシカルブ	アルドキシカルブ	79	スピロジクロフェン	スピロジクロフェン	
19	イオドスルホンメチルナトリウム塩	イオドスルホンメチル	80	スピロメシフェン	スピロメシフェン	
20	イソキサフルトール	イソキサフルトール	81	スルホスルフロリン	スルホスルフロリン	
21	イプロジオン	イプロジオン	82	セトキシジム(異性体1)	セトキシジム	
22	N-(3,5-ジクロロフェニル)-3-イソプロピル-2,4-ジオキソイミダゾリン-1-カルボキサミド(イプロジオン代謝物)		83	チアクロプリド		チアクロプリド
23	イマザピック	イマザピックアンモニウム塩	84	チアベンダゾール	チアベンダゾール	
24	イマザビル	イマザビル	85	5-ヒドロキシチアベンダゾール	チアベンダゾール	
25	イマザモックス	イマザモックスアンモニウム塩	86	チアメキサム	チアメキサム	
26	イマゼタビル	イマゼタビルアンモニウム塩	87	チジアズロン	チジアズロン	
27	イミダクロプリド	イミダクロプリド	88	チフェンスルフロリン	チフェンスルフロリン	
28	インドキサカルブ	インドキサカルブ	89	テトラコナゾール	テトラコナゾール	
29	エタメツルフロリンメチル	エタメツルフロリンメチル	90	テブチウロン	テブチウロン	
30	エトキシキン	エトキシキン	91	テブフェノジド	テブフェノジド	
31	エトキシスルフロリン	エトキシスルフロリン	92	テブラロキシジム(異性体1)	テブラロキシジム	
32	エマメクチン安息香酸塩B1a	エマメクチン安息香酸塩	93	テブラロキシジム(異性体2)		
33	エマメクチン安息香酸塩B1b		94	DMP		
34	エマメクチン N-メチルホルミルアミノB1a		95	OH-DMP		
35	エマメクチン N-メチルホルミルアミノB1b		96	テフルベンズロン	テフルベンズロン	
36	エマメクチン安息香酸塩B1a 8,9-Z 異性体		97	トリアスルフロリン	トリアスルフロリン	
37	エマメクチンアミノ体B1a		98	トリクロビル	トリクロビル	
38	エマメクチンアミノ体B1b		99	トリコロロン	トリコロロン	
39	オキサミル		オキサミル	100	4-クロロ- α,α,α -トリフルオロ-N-(1-アミノ-2-プロポキシエチル)イソチアゾールイジン	トリフルミゾール
40	エマメクチンホルミルアミノ体B1a			101	トリフルムロン	トリフルムロン
41	エマメクチンホルミルアミノ体B1b			102	トリフロキシスルフロリンナトリウム塩	トリフロキシスルフロリン
42	オキシデメトンメチル	オキシデメトンメチル	103	トリベスロンメチル	トリベスロンメチル	
43	オトエート	オトエート	104	トリホリン(異性体1)	トリホリン	
44	カルバリル	カルバリル	105	トリホリン(異性体2)		
45	カルベタミド	カルベタミド	106	ナフタロホス	ナフタロホス	
46	カルベンダジム	カルベンダジム	107	ナバルロン	ナバルロン	
47	チオファネートメチル	チオファネートメチル	108	フルフルラゾン	フルフルラゾン	
48	3-ヒドロキシカルボフラン	カルボフラン	109	バルベンダゾール	バルベンダゾール	
49	キザロホップエチル	キザロホップエチル	110	ハロキシホップ	ハロキシホップ	
50	キザロホップ-P-テフリル		111	ハロスルフロリンメチル	ハロスルフロリンメチル	
51	キンクロラック	キンクロラック	112	ビクロラム	ビクロラム	
52	クレトジム(異性体1)	クレトジム	113	ピノキサデン	ピノキサデン	
53	クレトジム(異性体2)		114	ピメロジン	ピメロジン	
54	クレトジムスルホン(異性体1)	クレトジム	115	ビリチオバックナトリウム塩	ビリチオバックナトリウム塩	
55	クロキントセツトメキシル	クロキントセツトメキシル	116	ビリチオバックナトリウム塩	ビリチオバックナトリウム塩	
56	クロジナホップ酸	クロジナホップ酸	117	ビリチート	ビリチート	
57	クロジナホッププロパルギル	クロジナホッププロパルギル	118	ビリチートヒドロキシ体	フェノキサプロップエチル	
58	クロチアエジン	クロチアエジン	119	ビンドン		
59	クロフェンセツト	クロフェンセツト	120	フェノキサプロップエチル		
60	クロフェンテジン	クロフェンテジン	121	CDHB		
61	クロリダゾン	クロリダゾン	122	フェンアミドン	フェンアミドン	
62	クロルフルアズロン	クロルフルアズロン				

表 1 対象農薬(続き)

No.	分析対象化合物	品目名	No.	分析対象化合物	品目名
123	フェンピロキシメート(E)	フェンピロキシメート	150	ヘキシチアゾクス	ヘキシチアゾクス
124	フェンピロキシメート(Z)	フェンピロキシメート	151	ベンシルフロシメチル	ベンシルフロシメチル
125	フェンヘキサミド	フェンヘキサミド	152	ベンダイオカルブ	ベンダイオカルブ
126	フェンメジアファム	フェンメジアファム	153	ペンタゾン	ペンタゾン
127	ブタフェナシル	ブタフェナシル	154	ペンフラカルブ	ペンフラカルブ
128	ブトロキシジム(異性体1)	ブトロキシジム	155	ホキシム	ホキシム
128	ブトロキシジム(異性体2)	ブトロキシジム	156	ボスカリド	ボスカリド
129	フラチオカルブ	フラチオカルブ	157	メコプロップ	メコプロップ
130	ブリミスルフロシメチル	ブリミスルフロシメチル	158	メノシルフロシメチル	メノシルフロシメチル
131	フルアジホップ	フルアジホップ	159	チオジカルブ	チオジカルブ
132	フルアジホップブチル	フルアジホップ	160	メタクリホス	メタクリホス
133	フルアズロン	フルアズロン	161	メタラキシル	メタラキシル
134	フルトリアホール(異性体1)	フルトリアホール	162	メキシフェノジド	メキシフェノジド
134	フルトリアホール(異性体2)	フルトリアホール	163	メスラム	メスラム
135	フルミオキサジン	フルミオキサジン	164	メスルフロシメチル	メスルフロシメチル
136	フルミクロラックベンチル	フルミクロラックベンチル	165	メトリブジン	
137	フルメツラム	フルメツラム	166	メトリブジン脱アミノ体(メトリブジンDA)	メトリブジン
138	フルメトリン	フルメトリン	167	メトリブジンメチルチオ基脱離酸化体(メトリブジンDK)	メトリブジン
139	フルロキシビル	フルロキシビル	168	メトリブジンメチルチオ基脱離酸化物脱アミノ体(メトリブジンDADK)	メトリブジン
140	プロクロラズ	プロクロラズ	169	メピンホス(E)	メピンホス
141	2,4,6-トリクロロフェノール	プロクロラズ	170	メピンホス(Z)	メピンホス
142	プロスルフロシ	プロスルフロシ	171	モノリニユロン	モノリニユロン
143	プロディアファコム	プロディアファコム	172	リニユロン	リニユロン
144	プロバクロール	プロバクロール	173	ルフェヌロン	ルフェヌロン
145	プロボキシカルバゾン	プロボキシカルバゾン	174	ワルファリン	ワルファリン
146	プロボキシル	プロボキシル	175	N-(2-エチルヘキシル)-8,9,10-トリノルボルン-5-エン-2,3-ジカルボキシイミド(異性体1)	N-(2-エチルヘキシル)-8,9,10-トリノルボルン-5-エン-2,3-ジカルボキシイミド
147	プロマシル	プロマシル	175	N-(2-エチルヘキシル)-8,9,10-トリノルボルン-5-エン-2,3-ジカルボキシイミド(異性体2)	N-(2-エチルヘキシル)-8,9,10-トリノルボルン-5-エン-2,3-ジカルボキシイミド
148	プロモキシニル	プロモキシニル	176	2,4,5-T	2,4,5-T
149	ヘキサジノン	ヘキサジノン	177	カブタホール	カブタホール

表 2 塩析後の水層の pH

試料	条件	分離した水層*のpH
牛乳	Exp.1	4.7
	Exp.2	4.7
	Exp.3	4.0
	Exp.4	5.0
鶏卵	Exp.1	8.6
	Exp.2	8.6
	Exp.3	5.4
	Exp.4	8.7

*アセトニトリル抽出液を塩析し、分離した水層。

表3 牛乳からの添加回収試験結果

農薬	回収率(%)、n=3																			
	第1画分								第2画分								第1画分+第2画分			
	Exp.1		Exp.2		Exp.3		Exp.4		Exp.1		Exp.2		Exp.3		Exp.4		Exp.1	Exp.2	Exp.3	Exp.4
平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD					
2,4-D	nd		nd		nd		nd	88	3	93	6	93	10	82	11	88	93	93	82	
2,4-DB	nd		nd		nd		nd	85	8	95	2	93	9	88	18	85	95	93	88	
4-クロロフェノキシ酢酸(4-CPA)	nd		nd		nd		nd	83	5	88	3	88	5	71	9	83	88	88	71	
EPTC	19	29	27	8	26	15	20	24	nd		nd		nd		nd	19	27	26	20	
MCPA(4-クロロ-2-メチルフェノキシ酢酸)	nd		nd		nd		nd	92	6	97	8	87	12	86	11	92	97	87	86	
MCPB	nd		nd		nd		nd	93	9	98	3	92	4	102	8	93	98	92	102	
アザメチホス	68	4	57	6	65	9	59	5	nd		nd		nd		nd	68	57	65	59	
アシフルオルフェン	nd		nd		nd		nd	85	7	95	3	92	7	90	16	85	95	92	90	
アセタミプリド	84	5	84	8	79	9	81	7	nd		nd		nd		nd	84	84	79	81	
アセフェート	75	7	71	6	71	3	62	28	7	28	8	43	9	16	17	113	82	79	81	
アゾキシストロビン	104	5	99	4	95	1	94	1	nd		nd		nd		nd	104	99	95	94	
アベルメクチンB1a	98	7	81	7	86	8	98	3	nd		nd		nd		nd	98	81	86	98	
アベルメクチンB1b	96	3	97	7	97	2	111	7	nd		nd		nd		nd	96	97	97	111	
アベルメクチン8,9-Z異性体B1a	91	4	87	6	82	9	88	5	nd		nd		nd		nd	91	87	82	88	
アミトラズ	nd		nd		nd		nd	nd		nd		nd		nd		nd	nd	nd	nd	
N-2,4-ジメチルフェニル-N'-メチルホルムアミジン(アミトラズ代謝物)	67	8	51	4	58	4	50	7	5	17	5	20	9	8	4	124	72	56	67	54
アルジカルブ	9	55	12	50	16	29	66	18	nd		nd		nd		nd	9	12	16	66	
アルドキシカルブ	98	5	90	6	93	8	93	18	nd		nd		4	27	nd	98	90	97	93	
イオドスルフロメチルナトリウム塩	nd		nd		nd		nd	89	3	95	1	87	11	86	4	89	95	87	86	
イソキサフルトール	13	9	15	10	10	17	11	25	nd		nd		nd		1	7	13	15	10	12
イプロジオン	72	7	47	9	66	8	48	7	nd		nd		nd		nd	72	47	66	48	
N-(3,5-ジクロロフェニル)-3-イソプロピル-2,4-ジオキソイミダゾリジン-1-カルボキサミド(イプロジオン代謝物)	170	12	190	4	163	5	193	2	1	16	nd		1	32	nd	171	190	164	193	
イマザビック	nd		nd		nd		nd	66	9	60	6	62	2	62	5	66	60	62	62	
イマザビル	nd		nd		nd		nd	63	14	63	2	78	4	49	1	63	63	78	49	
イマザモックス	nd		nd		nd		nd	92	10	94	7	87	3	72	2	92	94	87	72	
イマゼタビル	nd		nd		nd		nd	82	2	93	2	94	10	84	3	82	93	94	84	
イミダクロプリド	95	9	88	5	90	6	90	11	1	100	nd		nd		8	112	96	88	90	98
インドキサカルブ	98	8	91	5	96	1	94	2	nd		nd		nd		nd	98	91	96	94	
エタメツルフロメチル	nd		nd		nd		nd	99	6	101	3	105	1	107	5	99	101	105	107	
エトキシキン	nd		nd		nd		nd	nd		nd		nd		nd		nd	nd	nd	nd	nd
エトキシスルフロン	nd		nd		nd		nd	92	2	94	5	90	11	89	2	92	94	90	89	
エマメクチン安息香酸塩B1a	57	12	52	10	60	9	51	19	5	22	3	62	nd		nd	62	55	60	51	
エマメクチン安息香酸塩B1b	76	6	68	10	73	5	67	13	nd		nd		3	78	nd	76	68	76	67	
エマメクチンN-メチルホルミルアミノB1a	67	5	58	7	52	2	53	9	nd		nd		nd		13	1	67	58	52	65
エマメクチンN-メチルホルミルアミノB1b	69	5	65	7	69	4	73	6	nd		nd		nd		nd	69	65	69	73	
エマメクチン安息香酸塩B1a 8,9-Z異性体	82	2	77	7	78	1	77	8	nd		1	53	nd		7	6	82	78	78	84
エマメクチンアミノ体B1a	68	8	55	7	57	4	48	18	11	9	7	27	1	30	nd	79	62	59	48	
エマメクチンアミノ体B1b	87	7	82	8	77	10	64	9	14	5	nd		9	11	nd	101	82	86	64	
エマメクチンホルミルアミノ体B1a	78	11	66	5	80	7	70	9	nd		nd		nd		nd	78	66	80	70	
エマメクチンホルミルアミノ体B1b	46	13	37	20	62	19	45	26	nd		nd		nd		nd	46	37	62	45	
オキサミル	63	17	63	13	84	6	85	13	nd		2	114	6	21	8	124	63	65	90	93
オキシデメトンメチル	77	5	70	4	71	6	65	17	4	63	nd		8	19	10	155	80	70	79	75
オトエート	78	6	71	6	74	2	65	24	3	64	5	54	6	17	12	123	81	76	80	77
カルバリル	99	4	94	1	96	5	94	3	1	42	nd		1	22	nd	100	94	98	94	
カルベタミド	97	7	92	7	95	1	94	2	nd		nd		nd		nd	97	92	95	94	
カルベンダジム	124	11	108	2	111	5	102	12	8	25	10	36	12	15	16	106	131	118	124	118
チオファネートメチル	29	64	18	30	8	116	nd		nd		nd		nd		nd	29	18	8	nd	
3-ヒドロキシカルボフラン	98	7	93	5	92	3	94	5	nd		nd		nd		nd	98	93	92	94	
キザロホップエチル	99	8	92	7	100	3	101	2	nd		nd		nd		nd	99	92	100	101	
キザロホップ-P-テフリル	97	6	87	12	94	5	93	2	nd		nd		nd		nd	97	87	94	93	
キンクロラック	nd		nd		nd		nd	40	7	39	19	51	23	38	11	40	39	51	38	
クレトジム	96	4	87	5	60	23	65	7	nd		2	73	nd		1	51	96	89	60	66
クレトジムスルホン	nd		nd		nd		nd	87	5	90	1	78	13	82	3	87	90	78	82	
クロキントセトメキシル	88	4	84	1	89	1	90	2	nd		nd		nd		nd	88	84	89	90	
クロジナホップ酸	nd		nd		nd		nd	86	4	92	1	91	9	92	8	86	92	91	92	
クロジナホッププロバルギル	100	7	97	2	98	4	93	0	nd		nd		1	19	3	5	100	97	99	96
クロチアニジン	92	12	99	8	94	4	101	6	nd		nd		nd		nd	92	99	94	101	
クロフェンセット	nd		nd		nd		nd	79	6	82	0	85	6	71	11	79	82	85	71	
クロフェンテジン	74	4	69	7	71	6	74	4	nd		nd		1	52	2	6	74	69	72	76
クロリダノン	95	6	92	3	95	1	95	8	nd		2	52	3	19	nd	95	94	98	95	
クロルスルフロン	nd		nd		nd		nd	80	2	81	1	84	8	78	2	80	81	84	78	
クロルフルアズロン	92	5	84	1	89	3	88	5	nd		nd		nd		nd	92	84	89	88	
クロロクシロン	97	3	90	2	98	1	89	5	nd		nd		nd		nd	97	90	98	89	
ジウロン	96	7	94	7	93	1	96	4	nd		nd		nd		1	30	96	94	93	98
シクラニリド	nd		nd		nd		nd	95	8	106	2	105	9	88	10	95	106	105	88	
ジノセブ	nd		nd		nd		nd	73	3	91	4	78	9	76	11	73	91	78	76	
ジノテフラン	91	7	78	5	86	5	76	23	5	44	6	50	6	23	11	133	96	84	92	86

表3 牛乳からの添加回収試験結果(続き)

農 業	回収率(%), n=3																			
	第1画分								第2画分								第1画分+第2画分			
	Exp.1		Exp.2		Exp.3		Exp.4		Exp.1		Exp.2		Exp.3		Exp.4		Exp.1	Exp.2	Exp.3	Exp.4
平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	
ジノテルブ	nd		nd		nd		nd	79	2	81	6	78	7	76	11	79	81	78	76	
ジフルベンズロン	98	5	94	2	97	1	92	2	nd		nd	2	18	3	4	98	94	99	95	
シプロジニル	86	6	87	2	86	2	86	0	nd		nd	5	9	2	62	86	87	91	87	
ジメチピン	92	8	99	5	90	3	92	11	nd		nd	nd		13	78	92	99	90	106	
ジメトエート	97	6	95	0	92	6	89	9	nd		nd	2	26	nd		97	95	94	89	
ジメトモルフ(E)	82	2	81	6	81	3	82	4	nd		nd	nd		nd		82	81	81	82	
ジメトモルフ(Z)	103	8	104	3	98	1	107	4	nd		nd	nd		nd		103	104	98	107	
シモキサニル	97	3	90	3	93	6	89	7	4	5	nd	4	18	3	86	102	90	97	91	
シロマジン	24	8	18	13	33	4	33	44	23	8	23	10	14	2	20	46	48	41	47	53
スピノシン A	79	3	78	5	72	9	68	2	nd		nd	nd		nd		79	78	72	68	
スピノシン D	81	5	78	2	77	1	78	2	nd		nd	nd		2	12	81	78	77	80	
スピロジクロフェン	69	7	61	0	62	5	62	4	nd		nd	nd		nd		69	61	62	62	
スピロメシフェン	91	7	86	3	83	3	80	9	nd		nd	nd		nd		91	86	83	80	
スルホスルフロソ	nd		nd		nd		0	0	113	8	128	4	124	3	140	6	113	128	124	140
セトキシジム	80	5	77	4	62	12	67	4	nd		nd	nd		nd		80	77	62	67	
チアクトブリド	95	4	90	1	93	5	91	5	1	47	1	74	4	14	nd	96	91	97	91	
チアベンダゾール	85	9	89	5	82	1	79	10	9	21	3	16	2	93	10	95	92	83	90	
5-ヒドロキシチアベンダゾール	10	23	9	5	33	5	35	19	78	2	75	4	42	13	56	19	87	84	75	91
チアトキシサム	90	13	85	7	87	5	98	12	nd		nd	nd		6	162	90	85	87	105	
チジアズロン	nd		nd		nd		nd		93	2	102	4	104	13	90	5	93	102	104	90
チフェンスルフロソ	nd		nd		nd		nd		nd		nd	nd		3	12	nd	nd	nd	3	
テトラコナゾール	93	7	96	1	95	6	91	4	nd		nd	2	21	nd		93	96	97	91	
テブチウロン	102	4	90	2	94	3	87	9	nd		nd	1	102	4	201	102	90	95	91	
テブフェノジド	94	4	91	4	92	4	96	2	nd		nd	nd		nd		94	91	92	96	
テブプロキシジム	98	7	83	8	75	16	80	4	8	5	1	91	4	33	7	4	105	84	79	87
DMP	95	5	93	5	95	2	94	2	nd		nd	1	26	3	59	95	93	96	97	
OH-DMP	96	5	100	7	95	4	87	11	4	7	6	14	8	12	3	190	100	106	103	90
テフルベンズロン	94	5	93	9	87	1	75	13	nd		nd	nd		nd		94	93	87	75	
トリアスルフロソ	nd		nd		nd		nd		94	4	93	2	92	1	100	6	94	93	92	100
トリクロビル	nd		nd		nd		nd		87	8	92	4	91	6	90	12	87	92	91	90
トリクロルホン	19	9	15	10	21	15	13	19	nd		nd	4	15	nd		19	15	25	13	
トリフルミゾール	65	2	63	17	69	6	70	3	nd		nd	nd		nd		65	63	69	70	
4-クロロ-a,a,a-トリフルオロ-N-(1-アミノ-2-プロポキシエチルデン)-o-トルイジン	93	5	97	0	95	5	92	1	nd		nd	4	11	1	91	93	97	99	93	
トリフルムロン	101	7	99	5	100	3	98	2	nd		nd	nd		nd		101	99	100	98	
トリプロキシスルフロソナトリウム塩	nd		nd		nd		nd		93	7	93	4	95	2	89	5	93	93	95	89
トリブヌロメチル	nd		nd		nd		nd		97	10	94	4	69	2	66	8	97	94	69	66
トリホリン	106	2	102	4	101	3	99	12	8	11	8	2	9	14	nd	114	109	110	99	
ナフタロホス	90	2	88	2	89	4	89	3	nd		nd	nd		nd		90	88	89	89	
ノバルロン	89	7	80	7	88	3	85	3	nd		nd	nd		3	3	89	80	88	88	
ノルフルラゾン	97	6	89	5	94	3	92	3	nd		nd	nd		nd		97	89	94	92	
バルベンダゾール	92	6	87	2	89	2	89	2	nd		nd	nd		nd		92	87	89	89	
ハロキシホップ	nd		nd		nd		nd		91	5	99	2	90	8	90	5	91	99	90	90
ハロスルフロソメチル	nd		nd		nd		nd		95	4	98	2	96	12	87	5	95	98	96	87
ピクロラム	nd		nd		nd		nd		8	17	9	18	21	8	10	7	8	9	21	10
ピノキサザン	4	55	nd		8	27	4	34	nd		nd	nd		nd		4	nd	8	4	
ピメトジン	22	41	16	46	nd		11	125	44	17	48	22	8	31	49	22	66	64	8	60
ピリチオバックナトリウム塩	nd		nd		nd		nd		104	1	115	4	117	15	99	4	104	115	117	99
ピリデート	nd		nd		nd		nd		nd		nd	nd		nd		nd	nd	nd	nd	nd
ピリデートヒドロキシ体	nd		nd		nd		nd		102	5	106	3	112	21	100	2	102	106	112	100
ピンドン	nd		nd		nd		nd		41	9	46	7	46	12	41	11	41	46	46	41
フェノキサプロップエチル	77	6	71	19	80	13	77	8	nd		nd	nd		nd		77	71	80	77	
フェノキサプロップ	nd		nd		nd		nd		49	2	43	17	38	23	42	7	49	43	38	42
CDHB	nd		nd		4	88	nd		99	3	110	2	94	9	99	14	99	110	98	99
フェンアミドン	96	3	91	9	95	2	94	3	nd		nd	nd		nd		96	91	95	94	
MPID	88	3	83	4	91	1	92	9	6	14	5	25	3	39	12	44	94	88	94	103
フェンピロキシメート(E)	79	11	75	2	83	6	79	5	nd		nd	nd		nd		79	75	83	79	
フェンピロキシメート(Z)	70	4	80	1	76	4	88	5	nd		nd	nd		nd		70	80	76	88	
フェンピロキシメート	73	6	80	1	77	2	82	3	nd		nd	nd		nd		73	80	77	82	
フェンヘキサミド	3	34	nd		3	50	2	15	98	3	99	2	81	2	97	7	101	99	83	98
フェンメディファム	94	6	87	5	92	4	92	2	nd		nd	nd		nd		94	87	92	92	
ブタフェナシル	96	4	94	3	96	4	92	2	nd		nd	3	11	2	5	96	94	99	94	
ブトロキシジム	101	6	92	5	83	8	87	2	3	9	2	8	0	102	3	7	104	93	83	91
ブラチオカルブ	87	4	84	7	90	5	89	4	nd		nd	nd		nd		87	84	90	89	
ブリミスルフロソメチル	nd		nd		nd		nd		95	10	96	3	81	2	80	7	95	96	81	80
フルアジホップ	nd		nd		nd		nd		93	8	93	1	90	3	91	8	93	93	90	91
フルアジホップブチル	101	6	93	8	93	2	96	2	nd		nd	nd		nd		101	93	93	96	
フルアズロン	93	4	85	2	84	0	84	1	2	16	nd	1	29	1	19	95	85	86	85	
フルトリアホール	96	6	94	2	92	3	94	7	3	33	nd	7	5	2	95	99	94	100	96	

表3 牛乳からの添加回収試験結果(続き)

農薬	回収率(%), n=3																				
	第1画分								第2画分								第1画分+第2画分				
	Exp.1		Exp.2		Exp.3		Exp.4		Exp.1		Exp.2		Exp.3		Exp.4		Exp.1	Exp.2	Exp.3	Exp.4	
平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD						
フルミオキサジン	101	9	95	5	94	6	94	3	nd	nd	nd	nd	101	95	94	94					
フルミクロラックベンチル	103	6	93	6	97	1	98	2	nd	nd	nd	nd	103	93	97	98					
フルメツラム	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	104	10	98	4	103	2	96	5	104	98	103	96	
フルメリン	89	14	76	12	76	7	71	4	nd	nd	nd	nd	89	76	76	71					
フルロキシビル	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	76	5	73	5	74	13	77	10	76	73	74	77		
ブクロラズ	100	7	102	8	97	2	106	1	nd	nd	nd	nd	100	102	97	106					
2,4,6-トリクロロフェノール	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	19	10	37	16	34	33	38	23	19	37	34	38		
ブロスルフロ	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	101	9	103	3	99	3	92	7	101	103	99	92		
ブロディアコウム	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	46	8	59	27	59	3	54	20	46	59	59	54		
ブロボクロール	92	2	89	2	92	2	86	3	nd	nd	1	13	nd	92	89	94	86				
ブロボキシカルバゾン	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	90	8	99	1	94	3	95	9	90	99	94	95		
ブロボキスル	102	4	99	2	99	4	89	3	nd	nd	nd	nd	102	99	99	89					
ブロマシル	107	4	106	3	111	3	114	4	nd	nd	nd	nd	107	106	111	114					
ブロモキシニル	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	89	5	95	3	84	6	85	9	89	95	84	85		
ヘキサジノン	100	5	90	1	92	3	94	7	nd	nd	4	36	nd	100	90	96	94				
ヘキシチアゾクス	92	7	82	1	82	3	82	2	1	31	nd	1	19	nd	93	82	84	82			
ベンスルフロメチル	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	95	8	99	5	94	3	94	7	95	99	94	94		
ベンダイオカルブ	97	4	94	2	98	3	95	3	nd	nd	nd	nd	97	94	98	95					
ベントゾン	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	87	6	91	3	89	4	95	7	87	91	89	95		
ベンフラカルブ	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	
ホキシム	94	4	89	6	92	2	90	1	nd	nd	nd	nd	94	89	92	90					
ボスカリド	95	4	101	6	95	3	99	2	nd	nd	nd	1	16	95	101	95	101				
メコプロップ	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	87	4	95	3	89	7	86	11	87	95	89	86		
メソルフロメチル	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	101	7	92	3	94	4	91	3	101	92	94	91		
チオジカルブ	2	32	nd	5	9	3	26	nd	nd	nd	nd	nd	2	nd	5	3					
メタクリホス	69	4	74	10	76	5	70	9	nd	nd	nd	nd	69	74	76	70					
メタラキシル	95	3	90	2	101	3	98	0	nd	nd	2	61	nd	95	90	102	98				
トキシフェノジド	101	4	96	2	99	1	95	1	nd	nd	2	14	nd	101	96	100	95				
メトラム	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	107	6	113	2	125	10	116	2	107	113	125	116		
メスルフロメチル	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	91	6	87	1	91	9	83	4	91	87	91	83		
メトリブジン	83	6	71	17	86	3	84	12	nd	nd	nd	nd	83	71	86	84					
メトリブジンDA	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	97	6	97	2	89	11	97	3	97	97	89	97		
メトリブジンDK	2	44	3	7	7	9	nd	22	20	15	8	15	13	17	26	24	18	22	17		
メトリブジンDADK	nd	nd	3	47	nd	nd	nd	91	10	106	4	98	6	92	9	91	106	101	92		
メビンホス(E)	94	1	89	3	89	6	85	5	2	12	2	24	2	27	4	79	96	91	91	89	
メビンホス(Z)	85	4	90	3	88	3	84	5	1	36	nd	4	5	3	47	86	90	92	87		
モノリニユロン	100	5	96	2	96	4	90	2	2	5	nd	2	10	3	12	102	96	99	93		
リニユロン	99	5	89	7	98	2	95	1	nd	nd	nd	2	12	99	89	98	97				
ルフェエロン	100	4	93	4	91	1	93	1	nd	nd	nd	nd	100	93	91	93					
ワルファリン	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	86	5	109	1	97	9	93	4	86	109	97	93		
N-(2-エチルヘキシル)-8,9,10-トリノルボルン-5-エン-2,3-ジカルボキシイミド	84	7	86	7	94	1	85	3	nd	nd	nd	nd	84	86	94	85					
2,4,5-T	nd	nd	nd	nd	0	0	90	6	95	2	95	8	85	12	90	95	95	85			
カブタホール	7	117	nd	nd	18	4	nd	nd	nd	nd	nd	nd	7	nd	nd	18					

nd: not detected, RSD: relative standard deviation.

表4 鶏卵からの添加回収試験結果

農 業	回収率(%)、n=3																			
	第1画分								第2画分				第1画分+第2画分							
	Exp.1		Exp.2		Exp.3		Exp.4		Exp.1		Exp.2		Exp.3		Exp.4		Exp.1	Exp.2	Exp.3	Exp.4
	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD						
2,4-D	nd		nd		nd		nd		64	4	68	12	81	5	60	0	64	68	81	60
2,4-DB	nd		nd		nd		nd		77	10	75	19	88	5	59	9	77	75	88	59
4-クロロフェノキシ酢酸(4-CPA)	nd		nd		nd		nd		40	1	40	9	78	4	36	6	40	40	78	36
EPTC	41	13	32	12	18	64	18	44	nd		nd		nd		nd		41	32	18	18
MCPA(4-クロロ-2-メチルフェノキシ酢酸)	nd		nd		nd		nd		60	3	64	11	85	6	55	5	60	64	85	55
MCPB	nd		nd		nd		nd		82	3	79	8	89	2	67	4	82	79	89	67
アザメチホス	63	1	78	1	67	4	62	9	nd		nd		nd		nd		63	78	67	62
アシフルオルフェン	nd		nd		2	1	nd		94	3	87	8	92	6	74	7	94	87	94	74
アセタミプリド	82	2	86	2	89	8	89	7	nd		nd		nd		nd		82	86	89	89
アセフェート	69	3	67	3	78	2	59	5	6	7	1	37	1	111	nd		76	68	79	59
アゾキシストロビン	102	2	92	2	91	2	94	4	nd		nd		nd		nd		102	92	91	94
アベルメクチンB1a	94	3	81	14	74	6	85	3	nd		nd		nd		nd		94	81	74	85
アベルメクチンB1b	93	3	94	10	82	2	79	1	nd		nd		nd		nd		93	94	82	79
アベルメクチン8,9-Z異性体B1a	106	3	104	2	88	1	88	2	nd		nd		nd		nd		106	104	88	88
アミトラズ	nd		nd		nd		nd		nd		nd		nd		nd		nd	nd	nd	nd
N-2,4-ジメチルフェニル-N'-メチルホルムアミジン (アミトラズ代謝物)	77	2	84	1	72	4	66	5	nd		2	83	8	2	nd		77	86	80	66
アルジカルブ	54	45	69	19	47	44	65	36	nd		nd		nd		nd		54	69	47	65
アルドキシカルブ	103	3	99	2	96	8	97	5	nd		nd		nd		nd		103	99	96	97
イオドスルホンメチルナトリウム塩	nd		nd		nd		nd		92	2	91	10	82	4	76	10	92	91	82	76
イノキサフトール	21	8	31	2	25	14	21	36	nd		nd		nd		nd		21	31	25	21
イプロジオン	66	5	73	14	74	3	68	20	nd		nd		nd		nd		66	73	74	68
N-(3,5-ジクロロフェニル)-3-イソプロピル-2,4-ジオキソ イミダゾリジン-1-カルボキサミド(イプロジオン代謝物)	170	5	128	4	130	4	166	8	nd		nd		4	3	5	1	170	128	134	171
イマザピック	nd		nd		nd		nd		16	5	12	14	69	8	3	102	16	12	69	3
イマザビル	nd		nd		nd		nd		8	7	8	12	75	5	4	38	8	8	75	4
イマザモックス	nd		nd		nd		nd		15	4	nd		72	13	8	29	15	nd	72	8
イマゼタビル	nd		nd		nd		nd		30	4	28	15	91	5	27	6	30	28	91	27
イミダクロプリド	91	2	98	0	90	4	91	4	nd		nd		nd		nd		91	98	90	91
インドキサカルブ	103	2	103	1	94	4	88	3	nd		nd		nd		nd		103	103	94	88
エタメソルフロンメチル	nd		nd		nd		nd		90	6	109	8	103	3	104	7	90	109	103	104
エトキシキン	58	20	54	33	5	80	29	64	nd		nd		nd		nd		58	54	5	29
エトキシスルフロン	nd		nd		nd		nd		79	7	98	7	90	9	85	7	79	98	90	85
エマメクチン安息香酸塩B1a	68	2	64	7	64	5	68	10	nd		nd		nd		nd		68	64	64	68
エマメクチン安息香酸塩B1b	75	3	76	8	78	4	81	5	nd		nd		nd		nd		75	76	78	81
エマメクチンN-メチルホルミルアミノB1a	61	7	55	3	60	4	59	4	nd		nd		nd		nd		61	55	60	59
エマメクチンN-メチルホルミルアミノB1b	51	5	59	5	64	4	57	1	nd		nd		nd		nd		51	59	64	57
エマメクチン安息香酸塩B1a 8,9-Z異性体	66	2	71	5	71	2	70	4	nd		nd		nd		nd		66	71	71	70
エマメクチンアミノ体B1a	56	2	50	14	50	19	52	3	nd		nd		nd		nd		56	50	50	52
エマメクチンアミノ体B1b	81	2	68	6	56	7	60	4	nd		nd		2	42	nd		81	68	59	60
エマメクチンホルミルアミノ体B1a	75	3	89	8	78	2	71	3	nd		nd		nd		nd		75	89	78	71
エマメクチンホルミルアミノ体B1b	76	7	73	3	64	15	68	16	nd		nd		nd		nd		76	73	64	68
オキサミル	82	12	86	5	79	7	80	18	4	3	nd		nd		nd		82	86	79	80
オキシデメトメチル	82	2	89	7	82	5	80	6	nd		nd		nd		nd		82	89	82	80
オメトエート	81	3	85	3	86	3	81	5	4	9	nd		nd		nd		85	85	86	81
カルバリル	98	2	98	2	93	2	90	3	nd		nd		nd		nd		98	98	93	90
カルベタミド	95	3	103	1	94	2	90	5	nd		nd		nd		nd		95	103	94	90
カルベンダジム	115	3	118	5	104	1	117	8	6	3	1	213	nd		nd		121	119	104	117
チオファネートメチル	15	48	3	90	nd		nd		nd		nd		nd		nd		15	3	nd	nd
3-ヒドロキシカルボフラン	91	6	98	2	91	1	97	3	nd		nd		nd		nd		91	98	91	97
キザロホップエチル	102	3	104	1	87	6	89	12	nd		nd		nd		nd		102	104	87	89
キザロホップ-P-テフリル	97	7	86	1	76	8	83	8	nd		nd		nd		nd		97	86	76	83
キンクロラック	nd		nd		nd		nd		26	2	30	17	66	9	28	8	26	30	66	28
クレトジム	99	1	86	3	74	7	76	7	7	4	nd		nd		nd		106	86	74	76
クレトジムスルホン	9	37	11	20	6	17	4	38	78	6	83	11	71	7	66	4	87	94	77	69
クロキントセットメキシル	97	1	86	4	81	3	86	7	nd		nd		nd		nd		97	86	81	86
クロジナホップ酸	nd		nd		nd		nd		88	4	88	8	88	4	74	3	88	88	88	74
クロジナホッププロパルギル	96	1	102	1	93	1	93	3	nd		nd		nd		nd		96	102	93	93
クロチアニジン	96	6	106	1	89	2	101	6	nd		nd		nd		nd		96	106	89	101
クロフェンセット	nd		nd		nd		nd		17	3	20	12	75	5	17	9	17	20	75	17
クロフェンテジン	84	5	81	1	74	6	76	6	nd		nd		nd		nd		84	81	74	76
クロリダゾン	93	4	94	3	93	4	92	6	nd		nd		nd		nd		93	94	93	92
クロルスルフロン	nd		nd		nd		nd		93	6	90	9	79	3	71	7	93	90	79	71
クロルフルアズロン	82	2	86	2	82	1	84	3	nd		nd		nd		nd		82	86	82	84
クロロクソン	94	3	101	1	87	2	93	3	nd		nd		nd		nd		94	101	87	93
ジウロン	101	4	96	2	93	7	95	5	nd		nd		nd		nd		101	96	93	95
シクラニリド	nd		nd		nd		nd		95	2	95	2	84	6	81	6	95	95	84	81
ジノセブ	nd		nd		nd		nd		85	5	86	4	76	6	71	6	85	86	76	71
ジノテフラン	90	4	91	4	86	1	85	5	nd		nd		nd		nd		90	91	86	85

表4 鶏卵からの添加回収試験結果(続き)

農薬	回収率(%)、n=3																			
	第1画分								第2画分								第1画分+第2画分			
	Exp.1		Exp.2		Exp.3		Exp.4		Exp.1		Exp.2		Exp.3		Exp.4		Exp.1	Exp.2	Exp.3	Exp.4
平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD					
ジノテルブ	nd		nd		nd		nd	85	9	91	3	77	4	68	5	85	91	77	68	
ジフルベンズロン	102	4	99	8	92	0	93	6	nd	1	5	nd		nd		102	100	92	93	
シプロジニル	94	1	95	2	85	3	86	6	nd			nd		nd		94	95	85	86	
ジメチピン	96	9	99	4	91	4	97	11	nd			nd		nd		96	99	91	97	
ジメトエート	92	3	95	2	89	1	89	2	nd			nd		nd		92	95	89	89	
ジメトモルフ(E)	86	0	88	2	80	4	79	6	nd			nd		nd		86	88	80	79	
ジメトモルフ(Z)	101	1	99	5	93	1	100	3	nd			nd		nd		101	99	93	100	
シモキサニル	86	3	89	1	82	2	82	7	nd			nd		nd		86	89	82	82	
シロマジシ	64	5	55	3	46	9	58	8	11	10	15	12	8	23	7	26	75	71	55	65
スピノシンA	61	3	57	4	63	2	62	2	nd			nd		nd		61	57	63	62	
スピノシンD	69	2	69	2	70	4	69	2	nd			nd		nd		69	69	70	69	
スピロジクロフェン	59	2	57	4	60	9	56	7	nd			nd		nd		59	57	60	56	
スピロメシフェン	92	5	83	6	74	7	77	5	3	1	nd			nd		95	83	74	77	
スルホスルフロン	nd		nd		nd		nd		102	5	111	8	133	2	136	13	102	111	133	136
セトキシジム	90	3	93	3	82	5	80	4	4	1	nd			nd		94	93	82	80	
チアクロプリド	96	3	93	1	88	2	85	8	nd			nd		nd		96	93	88	85	
チアベンダゾール	91	6	92	1	87	2	94	4	4	4	nd			nd		94	92	87	94	
5-ヒドロキシチアベンダゾール	61	12	50	11	43	16	47	11	34	19	56	14	40	14	40	11	95	106	83	87
チアメトキサム	98	2	111	2	94	4	100	13	nd			nd		nd		98	111	94	100	
チジアズロン	nd		nd		nd		nd		48	7	49	15	53	5	50	20	48	49	53	50
チフェンスルフロン	nd		nd		nd		nd		nd			14	10	nd		nd	nd	14	nd	
テトラコナゾール	96	4	90	3	86	3	86	5	5	3	nd			nd		101	90	86	86	
テブチウロン	97	3	97	3	89	3	98	6	3	1	nd			nd		100	97	89	98	
テブフェノジド	91	6	96	3	95	1	95	2	nd			nd		nd		91	96	95	95	
テブラロキシジム	98	7	88	4	86	7	87	5	8	5	7	16	5	23	1	52	106	94	91	88
DMP	97	5	96	1	89	2	90	4	nd			nd	1	10	nd		97	96	91	90
OH-DMP	97	3	99	3	92	2	92	6	nd			nd		nd		97	99	92	92	
テフルベンズロン	106	6	106	7	95	8	108	10	nd			nd		nd		106	106	95	108	
トリアスルフロン	nd		nd		nd		nd		87	0	92	1	85	3	84	9	87	92	85	84
トリクロピル	nd		nd		nd		nd		72	9	68	8	85	4	62	5	72	68	85	62
トリクロルホン	8	16	24	18	12	14	19	14	nd			nd		nd		8	24	12	19	
トリフルミゾール	76	2	63	3	56	4	58	8	nd			nd		nd		76	63	56	58	
4-クロロ-a,a,a-トリフルオロ-N-(1-アミノ-2-プロポキシエチリデン)-o-トルイジン	94	1	94	4	97	2	91	5	nd			nd		nd		94	94	97	91	
トリフルムロン	97	2	105	2	101	3	94	4	nd			nd		nd		97	105	101	94	
トリプロキシスルフロンナトリウム塩	nd		nd		nd		nd		88	3	94	7	85	3	78	10	88	94	85	78
トリベスロメチル	nd		nd		nd		nd		96	2	116	8	109	5	95	6	96	116	109	95
トリホリン	90	14	94	7	103	13	100	8	nd			nd	4	5	nd		90	94	106	100
ナフタロホス	91	2	87	3	86	2	83	6	nd			nd		nd		91	87	86	83	
ノバルロン	102	1	94	4	81	5	82	4	nd			nd		nd		102	94	81	82	
ノルフルラゾ	100	6	96	2	93	3	97	7	nd			nd		nd		100	96	93	97	
バルベンダゾール	91	2	90	2	84	2	79	6	nd			nd		nd		91	90	84	79	
ハロキシホップ	nd		nd		nd		nd		91	3	94	11	83	7	78	8	91	94	83	78
ハロスルフロンメチル	nd		nd		nd		nd		105	2	96	7	81	6	77	6	105	96	81	77
ピクロラム	nd		nd		nd		nd		8	9	12	16	24	15	11	10	8	12	24	11
ピノキサデン	nd		nd		nd		nd		nd			nd		nd		nd	nd	nd	nd	nd
ピメトロジン	41	8	38	42	40	10	51	16	27	34	35	63	nd		8	76	68	73	40	59
ピリチオバックナトリウム塩	nd		nd		nd		nd		87	3	99	9	99	7	103	4	87	99	99	103
ピリデート	nd		nd		nd		nd		nd			nd		nd		nd	nd	nd	nd	nd
ピリデートヒドロキシ体	nd		nd		nd		nd		80	3	96	8	89	8	81	8	80	96	89	81
ピンドン	nd		nd		nd		nd		66	1	63	2	58	7	50	4	66	63	58	50
フェノキサプロップエチル	71	5	71	17	55	16	55	10	nd			nd		nd		71	71	55	55	
フェノキサプロップ	nd		nd		nd		nd		32	15	34	22	31	34	32	53	32	34	31	32
CDHB	1	53	4	79	nd		nd		115	4	106	7	97	14	89	11	116	110	97	89
フェンアミド	92	4	99	1	93	1	88	9	nd			nd		nd		92	99	93	88	
MPID	87	1	98	5	91	7	101	10	nd			nd		nd		87	98	91	101	
フェンピロキシメート(E)	78	6	80	1	71	3	73	5	nd			nd		nd		78	80	71	73	
フェンピロキシメート(Z)	71	2	66	7	71	6	75	8	nd			nd		nd		71	66	71	75	
フェンピロキシメート	75	3	74	3	71	3	75	5	nd			nd		nd		75	74	71	75	
フェンヘキサミド	1	108	3	93	1	35	nd		95	3	95	10	90	3	83	8	96	98	91	83
フェンメディファム	84	3	89	2	77	1	78	5	nd			nd		nd		84	89	77	78	
ブタフェナシル	91	4	99	3	96	5	92	4	5	1	nd		1	7	nd		97	99	97	92
ブトキシジム	103	3	98	3	89	4	92	3	2	12	1	17	1	38	nd		105	99	90	92
フラチオカルブ	nd		nd		nd		nd		nd			nd		nd		nd	nd	nd	nd	nd
ブリミスルフロンメチル	nd		nd		nd		nd		99	3	109	6	87	1	85	11	99	109	87	85
フルアジホップ	nd		nd		nd		nd		89	2	92	7	81	4	76	9	89	92	81	76
フルアジホップブチル	97	3	102	0	96	5	90	6	nd			nd		nd		97	102	96	90	
フルアズロン	84	1	78	5	79	3	78	8	nd			nd		nd		84	78	79	78	
フルトリアホール	91	1	101	5	88	3	87	4	4	9	nd		2	3	nd		95	101	89	87

表 4 鶏卵からの添加回収試験結果(続き)

農薬	回収率(%), n=3																				
	第1画分								第2画分				第1画分+第2画分								
	Exp.1		Exp.2		Exp.3		Exp.4		Exp.1		Exp.2		Exp.3		Exp.4		Exp.1	Exp.2	Exp.3	Exp.4	
平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD						
フルミオキサジン	100	6	96	1	88	6	91	10	nd	nd	nd	nd	100	96	88	91					
フルミクロラックベンチル	104	3	106	1	96	2	94	6	nd	nd	nd	nd	104	106	96	94					
フルメツラム	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	81	3	108	8	110	4	79	10	81	108	110	79	
フルメトリン	90	4	65	4	60	9	56	6	nd	nd	nd	nd	90	65	60	56					
フルロキシピル	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	51	5	45	7	75	10	40	5	51	45	75	40		
ブクロラズ	120	2	108	1	103	0	102	6	nd	nd	nd	nd	120	108	103	102					
2,4,6-トリクロロフェノール	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	47	10	45	17	33	16	36	22	47	45	33	36		
プロスルフロン	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	97	3	107	5	98	6	100	10	97	107	98	100		
プロディファコウム	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	61	7	52	19	40	28	48	6	61	52	40	48		
プロバクロール	73	1	73	2	64	5	61	10	nd	nd	nd	nd	73	73	64	61					
プロボキシカルバゾン	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	94	2	93	5	90	7	88	8	94	93	90	88		
プロボキスル	99	0	99	1	95	2	92	2	nd	nd	nd	nd	99	99	95	92					
プロマシル	94	5	112	1	131	3	125	11	nd	nd	nd	nd	94	112	131	125					
プロモキシニル	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	93	3	92	4	82	8	70	4	93	92	82	70		
ヘキサジノン	93	2	101	3	94	2	88	4	nd	nd	nd	nd	93	101	94	88					
ヘキシチアゾクス	85	1	81	3	79	1	79	8	nd	nd	nd	nd	85	81	79	79					
ベンスルフロメチル	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	89	1	99	7	89	1	81	7	89	99	89	81		
ベンダイオカルブ	94	3	94	1	84	2	89	5	2	4	nd	nd	96	94	84	89					
ベンタゾン	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	92	3	83	7	83	5	79	3	92	83	83	79		
ベンフラカルブ	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd		
ホキシム	81	7	82	1	55	12	50	14	nd	nd	nd	nd	81	82	55	50					
ボスカリド	99	4	102	5	94	7	96	7	nd	nd	nd	nd	99	102	94	96					
メコプロップ	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	73	4	71	8	83	4	63	5	73	71	83	63		
メソスルフロメチル	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	87	4	94	10	84	7	74	9	87	94	84	74		
チオジカルブ	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd		
メタクリホス	80	0	79	8	63	12	58	2	nd	nd	nd	nd	80	79	63	58					
メタラキシル	97	3	94	3	91	4	91	3	nd	nd	nd	nd	97	94	91	91					
メトキシフェノジド	99	4	101	1	90	1	95	2	nd	nd	nd	nd	99	101	90	95					
メスラム	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	92	1	120	12	109	6	90	7	92	120	109	90		
メソスルフロメチル	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	76	3	84	6	69	10	66	8	76	84	69	66		
メトリブジン	47	10	63	10	67	12	52	8	nd	nd	nd	nd	47	63	67	52					
メトリブジンDA	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	94	5	98	7	89	10	79	6	94	98	89	79		
メトリブジンDK	12	25	11	10	11	60	13	27	15	25	29	28	36	11	27	2	27	39	46	40	
メトリブジンDADK	nd	nd	nd	nd	4	7	nd	97	5	96	7	90	6	76	4	97	96	94	76		
メピンホス(E)	92	11	93	3	87	2	84	5	nd	nd	nd	nd	92	93	87	84					
メピンホス(Z)	88	3	90	3	83	4	80	6	nd	2	7	1	17	nd	88	92	84	80			
モノニユロン	97	2	99	3	92	3	91	2	nd	1	13	nd	nd	97	100	92	91				
リニユロン	93	3	99	1	94	1	90	2	nd	nd	nd	nd	93	99	94	90					
ルフェヌロン	110	3	101	4	100	5	95	4	nd	nd	nd	nd	110	101	100	95					
ワルファリン	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	87	4	102	12	93	8	92	4	87	102	93	92		
N-(2-エチルヘキシル)-8,9,10-トリノルボルン-5-エン-2,3-ジカルボキシイミド	93	1	84	5	83	3	75	0	nd	nd	nd	nd	93	84	83	75					
2,4,5-T	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	83	5	78	7	82	4	67	5	83	78	82	67		
カブタホール	1	11	nd	16	1	11	1	nd	nd	nd	nd	nd	1	nd	16	11					

nd: not detected, RSD: relative standard deviation.

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)

Ⅱ. 平成 19 年度分担研究報告書

食品中に残留する農薬等におけるリスク管理手法の精密化に関する研究:

2.1 畜水産食品中残留農薬分析法の開発:GC/MS

分担研究者 坂真智子
(財団法人 残留農薬研究所)

厚生労働省科学研究費補助金(食品の安心・安全確保推進研究事業)

Ⅱ. 平成 19 年度分担研究報告書

食品中に残留する農薬等のリスク管理手法の精密化に関する研究:

2.1 畜水産食品中残留農薬分析法の開発:GC/MS

分担研究者 坂真智子 財団法人 残留農薬研究所 化学部残留第 2 研究室長

研究要旨

本年度は、平成 18 年度に課題となった一律基準値相当 (0.01 ppm) での定量性の向上を目的として、通知一斉試験法¹⁾への「マトリックス添加標準溶液による検量線の作成」及び「PTV 注入法による GC/MS 測定」の適用を試みた。分析対象成分は、畜水産食品に残留基準の設定されていない約 200 種農薬成分の内、GC-MS 測定が可能な 90 種農薬成分 (3 種異性体を含む) とした。改良測定法は、妥当性評価ガイドライン²⁾に準じて 10 種の畜水産物試料 (筋肉, 脂肪, 肝臓, 腎臓, うなぎ, さけ, えび, 乳, 卵, はちみつ) での 5 連の平均回収率により評価した。通知一斉試験法への改良測定条件の適用により、一律基準相当濃度での分析が可能と判断した分析対象は 76 成分であった。また、アセトニトリル抽出による乳, 卵及びはちみつでのみ適用可能と判断した分析対象は 4 成分であった。本研究では、一般的なスプリットレス注入のかわりに PTV 注入を適用し、高機能注入装置による連続注入での用時調製マトリックス添加標準溶液を適用することで、試料マトリックスの問題を改善した良好な GC-MS 測定条件を確立できた。

研究協力者

飯島和昭 残留農薬研究所化学部残留第 2 研究室主任

矢島智成 残留農薬研究所化学部残留第 2 研究室

A. 研究目的

畜水産食品に残留基準の設定されていない約 200 種農薬成分の分析法を開発する一環として、平成 18 年度は GC で分析可能な 130 種農薬成分 (3 種異性体を含む) について、通知一斉分析法¹⁾の適用性を評価した。7 種試料, 2 濃度 (0.1 mg/kg 及び 0.01 mg/kg) での評価結果は、72 成分について概ね良好であった。しかしながら、一

律基準値相当添加では高めの回収率となる成分が多く、低濃度域での定量性に問題があった。高濃度域 (0.1 mg/kg 添加) での回収率は比較的良好であったことから、低濃度域での問題は、GC/MS 測定におけるマトリックスの影響が主な要因であると推察した。

一方、平成 19 年 11 月 15 日付で新たに妥当性評価ガイドライン²⁾が通知され、通知試験法以外の分析法によって分析する場合の妥当性評価手順が示された。これを受け、本年度は GC-MS 測定条件の改善策を検討し、その改良測定法の妥当性を検証することを目的とした。

本年度の研究では、はじめに課題である

低濃度域（一律基準相当）における定量性を向上させることを意図し、マトリックス添加標準溶液による検量線の作成及び GC-MS 測定への「PTV（温度プログラム気化）注入法」の適用を検討した。その検討は、昨年度の 0.1 及び 0.01 mg/kg の平均回収率の評価結果での差が比較的大きかった筋肉及び乳の 2 種分析対象試料を選択して行なった。そして、検討結果に基づいて最適化した改良法の適用性を、妥当性評価ガイドラインに準じて 10 種の畜水産物試料で検証した。

B. 研究方法

1. 検討概要

通知一斉分析法の改善策は、マトリックス添加標準溶液による検量線の作成、及び PTV 注入による GC/MS 測定をそれぞれ単独で適用した場合と、それらの両法を併用した場合の 3 条件について検討した。その改善効果は、各試験条件及び昨年度の検討結果と比較して評価した。分析対象試料は筋肉及び乳の 2 種とし、各実験条件について 0.01 mg/kg 添加での 3 連の平均回収率を算出した。

2. 分析対象成分

昨年度の検証で GC/MS 測定法による通知一斉試験法の適用が可能と評価した 88 成分（3 種異性体を含む）に、新たに標準品を入手したクロゾリネート及びクロロエトキシホスの 2 成分を加えた計 90 成分を検討対象農薬成分とした。

3. 農薬標準品

検討対象とした 90 種農薬成分の標準品

入手先、及びその純度または溶液濃度は別表 1 にまとめて示す。なお、当該分析対象農薬成分には、イプロバリカルブ、ホスチアゼート及びメトミノストロピンの 3 種異性体を含む。

4. 分析対象試料

分析対象試料は、妥当性評価ガイドラインに準じて、市販の牛の筋肉、牛の脂肪、肝臓、腎臓、うなぎ、さけ、えび、牛乳、鶏卵、はちみつの 10 種畜水産物試料とした。各分析対象試料は、別表 2 に従い前処理して分析法の検討及び妥当性評価のための実験に供した。

5. 試薬

一般試薬及び有機溶媒は特級品、残留農薬試験用またはそれに準ずる等級のものを使用した。水は、日本ミリポア・リミテッド製の Milli-Q 純水製造装置で調製した高純度水を用いた。

n-アルカン標準溶液は林純薬工業製の環境分析用試薬（C₇～C₁₄, C₁₆～C₂₉: 100 mg/L, C₁₅, C₃₀～C₃₃: 200 mg/L, ヘキサン溶液）を、エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲルミニカラム（以降、PSA ミニカラムと略）は Varian 製の Bond Elut PSA（500 mg/3 mL）を、シリカゲルミニカラムは Waters 製の Sep-Pak シリカゲルカートリッジ、プラスを使用した。

6. 装置

電子天秤：AG245 型、PG4002-S 型他（メトラー・トレド製）。ミンサー：EH-8802（トレーディングセンター製）。ミキサー：MX-V100（松下電器産業製）。ホモジナイ