

フロリジルカートリッジカラムは和光純薬工業の Presep-C Florisil (750 mg) を予めアセトン 10 mL、次いでヘキサン 10 mL で洗浄して用いた。

3. 装置及び条件

GPC-SPE 装置: ジーエルサイエンス製の G-Prep GPC 8100 Single システムに、昭和電工製のハードタイプゲル(スチレンジビニルベンゼン共重合体、粒子径 16 μm 、ポアサイズ 30 \AA) を充てんした分離カラム (10 mm i.d. \times 25 cm、特注品) を 2 本連結して装着し、以下の条件により用いた。カラム温度 40 $^{\circ}\text{C}$ 、溶出液 アセトン-シクロヘキサン (15:85)、流速 2 mL/min (0-14 min) \rightarrow 3.2 mL/min (14-23 min) \rightarrow 2 mL/min (23-25 min)、測定波長 254 nm。

EIモード GC-MS 装置: 島津製作所製 GC-17A ガスクロマトグラフ及び QP5000 質量分析計 (AOC-20i オートインジェクター、AOC-20s オートサンプラー付き) に、Restek 社製 Rtx-5SIL MS カラム (内径 0.25 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25 μm) を装着して用いた。GC-MS 条件は、注入口温度 250 $^{\circ}\text{C}$ 、カラム温度プログラム 60 $^{\circ}\text{C}$ (1 min) \rightarrow 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \rightarrow 160 $^{\circ}\text{C}$ \rightarrow 2 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \rightarrow 240 $^{\circ}\text{C}$ \rightarrow 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \rightarrow 300 $^{\circ}\text{C}$ (7 min)、キャリアーガス He、キャリアーガス流量 1 mL/min、インターフェース温度 300 $^{\circ}\text{C}$ 、イオン化法 EI、イオン化エネルギー 70 eV、注入量 2 μL 、注入モード スプリットレス (1 min)、SIM 測定モードに設定した。

NCIモード GC-MS 装置: 島津製作所製 GC2010 ガスクロマトグラフ及び QP2010 質量分析計 (AOC-20i オートインジェクター、AOC-20s オートサンプラー付き) に、Restek 社製 Stx-CLPesticides2 (内径 0.25 mm、長さ 30 m、膜厚 0.20 μm) を装着して用いた。GC-MS 条件は、注入口温度 250 $^{\circ}\text{C}$ 、カラム温度プログラム 80 $^{\circ}\text{C}$ (1 min) \rightarrow 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \rightarrow 180 $^{\circ}\text{C}$ \rightarrow 4 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \rightarrow 300 $^{\circ}\text{C}$ (7 min)、キャリアーガス He、キャリアーガス線速度 40 cm/sec、インターフェース温度 300 $^{\circ}\text{C}$ 、イオン源温度 200 $^{\circ}\text{C}$ 、イオン化法 NCI、試薬ガス メタン、イオン化エネルギー 70 eV、注入量 2 μL 、注入モード スプリットレス (1 min)、SIM/スキヤン (0.2/0.3 sec) 測定モード、スキヤン範囲 m/z 60~400 に設定した。

デュアルカラム GC-NPD/FPD 装置: Hewlett

Packard 社製 6890 ガスクロマトグラフ (7683 オートサンプラー付) に J&W 社製 DB-5ms カラム (内径 0.32 mm、長さ 30 m、膜厚 0.5 μm 、NPD) 及び DB-1701P カラム (内径 0.32 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25 μm 、FPD) を装着して用いた。GC 条件は、注入口温度 250 $^{\circ}\text{C}$ 、カラム温度プログラム 60 $^{\circ}\text{C}$ (1 min) \rightarrow 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \rightarrow 200 $^{\circ}\text{C}$ \rightarrow 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \rightarrow 280 $^{\circ}\text{C}$ (14 min)、検出器温度 280 $^{\circ}\text{C}$ 、キャリアーガス He、キャリアーガス圧力プログラム 130 kPa (1 min) \rightarrow 2 kPa/min、注入量 2 μL 、注入モード スプリットレス (1 min) に設定した。

デュアルカラム GC- μECD 装置: Hewlett Packard 社製 6890 ガスクロマトグラフ (7673 オートサンプラー付) に Restek 社製 Stx-CLPesticides カラム (内径 0.25 mm、長さ 30 m、膜厚 0.25 μm 、 $\mu\text{ECD}1$) 及び Stx-CLPesticides2 カラム (内径 0.25 mm、長さ 30 m、膜厚 0.20 μm 、 $\mu\text{ECD}2$) を装着して用いた。GC 条件は、注入口温度 250 $^{\circ}\text{C}$ 、カラム温度プログラム 80 $^{\circ}\text{C}$ (1 min) \rightarrow 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \rightarrow 180 $^{\circ}\text{C}$ \rightarrow 4 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \rightarrow 280 $^{\circ}\text{C}$ (12 min)、検出器温度 300 $^{\circ}\text{C}$ 、キャリアーガス He、キャリアーガス圧力プログラム 300 kPa (1 min) \rightarrow 108 kPa \rightarrow 8 kPa/min \rightarrow 148 kPa \rightarrow 1.6 kPa/min \rightarrow 188 kPa (12 min)、メイクアップガス N_2 、メイクアップガス流量 30 mL/min、注入量 2 μL 、注入モード スプリットレス (1 min) に設定した。

LC-MS/MS 装置: 島津製作所製 Prominence UFLC 及び Applied Biosystems 社製 API4000 MS/MS に資生堂 CAPCELL PAK C18 AQ カラム (内径 2.0 mm、長さ 150 mm、粒子径 3 μm) を装着して用いた。LC-MS 条件は、移動相 アセトニトリル-10 mM 酢酸アンモニウム [(10:90) \rightarrow (95:5)] 25 min + (95:5) 7 min + [(95:5) \rightarrow (10:90)] 4 min + (10:90) 14 min、流量 (0.20 mL/min) 12 min + (0.20 \rightarrow 0.32 mL/min) 20 min + (0.32 \rightarrow 0.20 mL/min) 4 min + (0.20 mL/min) 14 min、カラム温度 40 $^{\circ}\text{C}$ 、注入量 3 μL 、MS インターフェース ESI Positive (5.5 kV)、ターボガス温度 600 $^{\circ}\text{C}$ 、測定モード MRM に設定した。

ポストカラム反応 HPLC-FL 装置: 島津製作所製 LC-10 HPLC、SIL-10ADvp オートサンプラー、LC-10AT 反応液用ポンプ、CBR-6A 反応オープンお

よび RF-10A 分光蛍光検出器に、資生堂製 CAPCELL PAK C18 AQ カラム(内径 4.6 mm、長さ 150 mm、粒子径 3 μm)を装着して用いた。HPLC 条件は、カラム温度 40°C、移動相 A 液;メタノール-水(10:90) B 液;メタノール-水(90:10) A 液:B 液 [(10:90)→(90:10)]30 min+(90:10) 5 min+[(90:10)→(10:90)]2 min+(10:90) 8 min、溶離液流量 0.8 mL/min、反応液 A 及び B 流量 0.4 mL/min、反応槽温度 100°C、測定波長 Ex. 340 nm、Em. 445nm、注入量 20 μL に設定した。

4. 分析操作

(1) 抽出(固体試料)

食肉、魚介類などの固体試料は、必要によりミンサーですじ切りし、フードカッターで細切均一化した 20 g を量り採り、水 10 g を加えてホモジナイズしたのち、アセトン-ヘキサン(40:60)100 mL を加えてホモジナイズ抽出した。2,500 回転/分で 5 分間遠心分離後、上層を分取した。残さはさらにヘキサン 50 mL で抽出し、遠心分離した。上層を合わせ、適量の無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、ろ過した。ろ液は減圧濃縮後、残さをアセトン-シクロヘキサン(15:85)で 10 mL に定容し、試料原液とした。

(2) 抽出(液体試料)

牛乳、鶏卵などの液体試料は、必要によりフードカッターでかくはん均一化した 10 g を量り採り、アセトニトリル 70 mL を加えてホモジナイズ抽出した。2,500 回転/分で 5 分間遠心分離後、予め塩化ナトリウム 5 g 及び 1 mol/L リン酸緩衝液(pH 7) 5 mL を加えておいた 125 mL 容の円筒形分液ロート中に吸引ろ過した。残さはアセトニトリル 20 mL で洗い込み、吸引ろ過した。振とう機で 5 分間振とう後、静置し、分離したアセトニトリル層を分取して減圧濃縮した。残さは酢酸エチル 50 mL を加えて溶解し、適量の無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、ろ過した。ろ液は減圧濃縮後、残さをアセトン-シクロヘキサン(15:85)で 5 mL に定容し、試料原液とした。

(3) 精製

試料原液を 3,000 回転/分で 10 分間遠心分離後、上清 1 mL(試料 2 g 相当)を GPC-SPE 装置に注入し、次のとおり操作した。①GPC カラムからの 10.2~14

分(20.4~28 mL)の画分はグラファイトカーボン/PSA カラムを通過させて 50 mL 容のナスフラスコ中に分取した。次いで、②14~23 分(28~56.8 mL)の画分は 50 mL 容のコニカルビーカー中に直接分取した。その後コレクターヘッドをグラファイトカーボン/PSA カラム上に戻し、③アセトン-ヘキサン(30:70)15 mL を添加してグラファイトカーボン/PSA カラムから①のナスフラスコ中に溶出した。コニカルビーカー中の試料溶液を①のナスフラスコ中に合わせたのち、減圧濃縮し、アセトン-ヘキサン(5:95)で 1 mL に定容して EI モード GC-MS、NCI モード GC-MS 及びデュアルカラム GC-NPD/FPD 用の試験溶液(2 g 試料/mL)とした。この試験溶液 0.1 mL を穏やかな窒素気流により乾固させたのち、メタノール 1 mL に溶解して LC-MS/MS 用の試験溶液(0.2 g 試料/mL)とした。

GC-MS 用の試験溶液 0.5 mL をフロリジルカートリッジカラムに負荷し、ジエチルエーテル-ヘキサン(50:50)20 mL、次いでアセトン-ヘキサン(30:70)20 mL で溶出した。各溶出液はそれぞれ減圧濃縮後、アセトン-ヘキサン(5:95)で 1 mL に定容してデュアルカラム GC- $\mu\text{ECD}/\mu\text{ECD}$ 用の試験溶液(1 g 試料/mL)とした。

(4) 定性及び定量

EI モード GC-MS 及び LC-MS/MS により定性/定量した。また、必要によりデュアルカラム GC-NPD/FPD、NCI モード GC-MS 及びデュアルカラム GC- $\mu\text{ECD}/\mu\text{ECD}$ などにより確認/定量した。

5. 対象農薬及び測定機器

対象農薬及び測定機器を表 2 に示した。

C. 研究結果及び考察

平成 19 年度の検討において、貝類より複数の農薬が検出されたことから、20 年度は貝類の検査数を増やして調査を行った。実態調査結果を農薬別にまとめた結果を表 3 に、食品別にまとめた結果を表 4 に示した。また、各農薬の定量限界(LOQ)は概ね 1 ng/g であったので、検出限界(LOD = 0.3 ng/g)未満を不検出とし、LOD 以上 LOQ 未満を痕跡量(tr)とした。

筋肉 28 検体(牛 8 検体、豚 17 検体、鶏 2 検体、

羊 1 検体)、牛乳 4 検体、卵 6 検体(鶏卵 4 検体、鶉卵 2 検体)及び魚介類 24 検体(魚類 10 検体、甲殻類 4 検体、貝類 10 検体)の合計 62 検体について、表 2 に示した 302 農薬の分析を行った。

その結果、BHC 類(γ -BHC 及び δ -BHC)、DDT 類(p,p' -DDD、 p,p' -DDE 及び p,p' -DDT)、インプロチオラン、オキサジアゾン、ダイアジノンなど 32 種類の農薬が $tr \sim 9$ ng/g 検出された。

農薬別に見ると、BHC 類が最も高頻度で検出され、8 検体から $1 \sim 3$ ng/g 検出された。異性体別では、 γ -BHC が 8 検体すべてから検出され、牛肉 1 検体からは δ -BHC も検出された。BHC 類が検出された 8 検体のうち 6 検体は牛、豚及び羊の筋肉からであり、畜産食品からの検出割合が高かった。

DDT 類は 5 検体から $2 \sim 9$ ng/g 検出された。異性体別では、 p,p' -DDE が 5 検体すべてから $2 \sim 9$ ng/g 検出され、DDT 類の主たる残留は p,p' -DDE であった。

インプロチオラン及びオキサジアゾンについては、ともに貝類から検出され、両農薬とも調査した 10 検体の半数にあたる 5 検体から、それぞれ $tr \sim 6$ ng/g 及び $tr \sim 4$ ng/g 検出された。

ダイアジノンは、国産の貝類(しじみ)3 検体及び甲殻類(えび)1 検体から $1 \sim 4$ ng/g 検出された。

食品別に見ると、畜産食品では、牛、鶏、豚及び羊の筋肉から BHC 類、DDT 類、ピフェントリン及びシラフルオフェンが $1 \sim 9$ ng/g 検出された。牛肉は 8 検体中 4 検体、豚肉は 17 検体中 1 検体、鶏肉は 2 検体中 1 検体、羊肉は 1 検体中 1 検体からこれらのいずれかの農薬が検出された。今回調査した、牛乳(4 検体)、鶏卵(4 検体)、鶉卵(2 検体)からはいずれも農薬は検出されなかった。

魚介類のうち、魚類では 10 検体中 6 検体(あゆ 1 検体、かじき 1 検体、さけ 3 検体及びぼら 1 検体)から、DDT 類、BHC 類、エンドスルファン類及びクロロデン類が $tr \sim 6$ ng/g 検出された。また、甲殻類ではえび 4 検体中 1 検体からダイアジノンが 1 ng/g 検出された。

貝類では、調査した 10 検体のうちしじみ 4 検体及びはまぐり 2 検体から農薬が検出されたが、あさり(3

検体)からは農薬は検出されなかった。はまぐり 2 検体からは、オキサジアゾンなど 4 種類の農薬が $tr \sim 4$ ng/g 検出された。しじみでは、2 検体から 5 農薬、1 検体から 6 農薬及び 16 農薬と、19 年度と同様多くの種類の農薬が検出($tr \sim 6$ ng/g)された。検出された農薬も 19 年度とほぼ同様であり、殺虫剤及び殺菌剤用途の農薬が多かった。

今回の調査結果は、19 年度とほぼ同様の傾向を示し、畜産食品と魚類については、BHC 類及び DDT 類などのように共通した農薬が検出され、1 つの検体から多種類の農薬が検出される事例は見られなかったのに対し、貝類の中で、特にしじみからは 1 検体から多種類の農薬が検出された。しじみから検出された農薬は、環境を経由して蓄積されたものと考えられることから、周辺地域での農薬使用実態が反映されているものと推測される。畜水産物の中には、しじみのように周辺環境の影響を受けやすい食品もあるため、畜水産食品中の農薬の残留実態把握のために、更にデータの蓄積と継続的な調査が必要と思われる。

D. 結論

- 1)平成 20 年度は、愛知県において、牛・豚・鶏・羊の筋肉、卵、牛乳及び魚介類等の市販の畜水産食品(筋肉 28 検体、牛乳 4 検体、卵 6 検体及び魚介類 24 検体)合計 62 検体の残留農薬実態調査を行った。
- 2)302 農薬について調査を実施したところ、BHC 類、DDT 類、インプロチオラン、オキサジアゾン、ダイアジノンなど 32 種類の農薬が $tr \sim 9$ ng/g 検出された。
- 3)BHC 類が最も高頻度で検出され、62 検体中 8 検体から $1 \sim 3$ ng/g 検出された。また、貝類の中で特にしじみからは、19 年度と同様に、1 検体から殺虫剤及び殺菌剤などの複数の種類(1 検体あたり $5 \sim 16$ 種類)の農薬が検出($tr \sim 6$ ng/g)された。
- 4)畜水産物食品には、しじみのように周辺環境の影響を受けやすい食品もあるため、畜水産食品中の農薬の残留実態把握のために、更にデータの蓄積と継続的な調査が必要と思われる。

E. 参考文献

- 1) 食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法について(平成 17 年 1 月 24 日付け食安発第 0124001 号厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知)
- 2) NCI モード GC/MS 及びデュアルカラム GC-マイクロ ECD による畜水産物中残留農薬の多成分分析、上野英二、椛島由佳、大島晴美、大野 勉、食品衛生学雑誌, 49: 390-398, 2008.

F. 健康危険情報

なし

G. 研究発表

- 1) Analytical method for water-soluble pesticides in

animal and fishery products by LC-MS (MS), Eiji Ueno, Yuka Kabashima, Harumi Oshima, Tsutomu Ohno, 7th European Pesticide Residue Workshop 2008.6.2 Berlin

- 2) 畜水産食品中デメトン-S-メチルおよびオキシデメトンメチルの分析、上野英二、椛島由佳、大島晴美、大野 勉、日本食品衛生学会第 96 回学術講演会 2008.9.19 神戸

- 3) NCI モード GC/MS およびデュアルカラム GC-マイクロ ECD による畜水産物中残留農薬の多成分分析、上野英二、椛島由佳、大島晴美、大野 勉、食品衛生学雑誌, 49: 390-398, 2008.

H. 知的財産権の出願・登録状況

なし

表1 実態調査検体一覧

| 食品名 | No. | 国産/輸入 | 産地 | 購入地区 | 品名 |
|----------|-----|-------|----------|------|---------------|
| 牛肉 | 1 | 国産 | 愛知 | 名古屋 | 牛肉交雑種 |
| 牛肉 | 2 | 国産 | 岐阜 | 名古屋 | 牛うちもも |
| 牛肉 | 3 | 国産 | 三重 | 名古屋 | 牛肉前スネ |
| 牛肉 | 4 | 国産 | 宮崎 | 名古屋 | 牛肉もも |
| 牛肉 | 1 | 輸入 | ニュージーランド | 名古屋 | 牛肉 |
| 牛肉 | 2 | 輸入 | オーストラリア | 名古屋 | 牛肉ばら |
| 牛肉 | 3 | 輸入 | オーストラリア | 名古屋 | 牛肉もも |
| 牛肉 | 4 | 輸入 | オーストラリア | 名古屋 | 牛肉 |
| 豚肉 | 1 | 国産 | 愛知 | 名古屋 | 豚肉ロース |
| 豚肉 | 2 | 国産 | 愛知 | 名古屋 | 豚肉もも |
| 豚肉 | 3 | 国産 | 愛知 | 名古屋 | 豚肉ひれ |
| 豚肉 | 4 | 国産 | 愛知 | 名古屋 | 豚肉もも |
| 豚肉 | 5 | 国産 | 愛知 | 名古屋 | 豚肉もも |
| 豚肉 | 6 | 国産 | 愛知 | 名古屋 | 豚ロース |
| 豚肉 | 7 | 国産 | 愛知 | 名古屋 | 豚肉前スネ |
| 豚肉 | 8 | 国産 | 愛知 | 名古屋 | 豚肉もも |
| 豚肉 | 9 | 国産 | 愛知 | 名古屋 | 豚肉もも |
| 豚肉 | 10 | 国産 | 愛知 | 名古屋 | 豚挽肉 |
| 豚肉 | 1 | 輸入 | アメリカ | 名古屋 | 豚肉ロース |
| 豚肉 | 2 | 輸入 | アメリカ | 名古屋 | 豚肉 |
| 豚肉 | 3 | 輸入 | アメリカ | 名古屋 | 豚肉ロース |
| 豚肉 | 4 | 輸入 | スペイン | 名古屋 | 豚肉ばら |
| 豚肉 | 5 | 輸入 | アメリカ | 名古屋 | 豚肉ロース |
| 豚肉 | 6 | 輸入 | カナダ | 名古屋 | 豚肉 |
| 豚肉 | 7 | 輸入 | アメリカ | 名古屋 | 豚肉ロース |
| 鶏肉 | 1 | 国産 | 鹿児島 | 名古屋 | 鶏肉むね |
| 鶏肉 | 1 | 輸入 | ブラジル | 名古屋 | 鶏肉もも |
| 羊肉 | 1 | 輸入 | オーストラリア | 名古屋 | 子羊肩 |
| 牛乳 | 1 | 国産 | 愛知 | 名古屋 | 牛乳 |
| 牛乳 | 2 | 国産 | 愛知 | 名古屋 | 牛乳 |
| 牛乳 | 3 | 国産 | 愛知 | 名古屋 | 牛乳 |
| 牛乳 | 4 | 国産 | 愛知 | 名古屋 | 牛乳 |
| 鶏卵 | 1 | 国産 | 富山 | 名古屋 | 卵 |
| 鶏卵 | 2 | 国産 | 愛知 | 名古屋 | 卵 |
| 鶏卵 | 3 | 国産 | 愛知 | 名古屋 | 卵 |
| 鶏卵 | 4 | 国産 | 愛知 | 名古屋 | 卵 |
| 鵝卵 | 1 | 国産 | 愛知 | 名古屋 | 洗浄うずら卵 |
| 鵝卵 | 2 | 国産 | 愛知 | 名古屋 | 洗浄うずら卵 |
| 魚類(あゆ) | 1 | 国産 | 高知 | 名古屋 | あゆ・養殖 |
| 魚類(かじき) | 2 | 国産 | 和歌山 | 名古屋 | 黒皮生かじき |
| 魚類(さけ) | 3 | 国産 | 宮城 | 名古屋 | 銀さけ・養殖 |
| 魚類(さけ) | 4 | 国産 | 宮城 | 名古屋 | 銀さけ・養殖 |
| 魚類(ぼら) | 5 | 国産 | 三重 | 名古屋 | ぼら |
| 魚類(かじき) | 1 | 輸入 | アメリカ | 名古屋 | 黒皮生かじき |
| 魚類(さけ) | 2 | 輸入 | チリ | 名古屋 | 解凍サーモントラウト・養殖 |
| 魚類(さけ) | 3 | 輸入 | チリ | 名古屋 | 解凍サーモントラウト・養殖 |
| 魚類(さけ) | 4 | 輸入 | チリ | 名古屋 | 解凍サーモントラウト・養殖 |
| 魚類(まぐろ) | 5 | 輸入 | インドネシア | 名古屋 | 生きはだまぐろ |
| 甲殻類(えび) | 1 | 輸入 | スリランカ | 名古屋 | 解凍ブラックタイガー・養殖 |
| 甲殻類(えび) | 2 | 輸入 | サウジアラビア | 名古屋 | 解凍えび・養殖 |
| 甲殻類(えび) | 3 | 輸入 | インド | 名古屋 | 解凍大正えび |
| 甲殻類(えび) | 4 | 輸入 | ベトナム | 名古屋 | 解凍ブラックタイガー・養殖 |
| 貝類(あさり) | 1 | 国産 | 静岡 | 名古屋 | あさり |
| 貝類(あさり) | 2 | 国産 | 愛知 | 名古屋 | あさり |
| 貝類(あさり) | 3 | 国産 | 愛知 | 名古屋 | あさり |
| 貝類(しじみ) | 4 | 国産 | 三重 | 名古屋 | しじみ |
| 貝類(しじみ) | 5 | 国産 | 島根 | 名古屋 | しじみ |
| 貝類(しじみ) | 6 | 国産 | 三重 | 名古屋 | しじみ |
| 貝類(しじみ) | 7 | 国産 | 島根 | 名古屋 | しじみ |
| 貝類(しじみ) | 8 | 国産 | 三重 | 名古屋 | しじみ |
| 貝類(はまぐり) | 1 | 輸入 | 中国 | 名古屋 | はまぐり |
| 貝類(はまぐり) | 2 | 輸入 | 中国 | 名古屋 | はまぐり |

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 | <i>o,p'</i> -DDD | EI mode GC-MS | GC- μ ECD | 077 | クロマフェニド | LC-MS/MS | - |
| 002 | <i>p,p'</i> -DDD | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS | 078 | クロルタルジメチル | EI mode GC-MS | GC- μ ECD |
| 003 | <i>p,p'</i> -DDE | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS | 079 | <i>trans</i> -クロルデン | EI mode GC-MS | GC- μ ECD |
| 004 | <i>o,p'</i> -DDT | EI mode GC-MS | GC- μ ECD | 080 | <i>cis</i> -クロルデン | EI mode GC-MS | GC- μ ECD |
| 005 | <i>p,p'</i> -DDT | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS | 081 | <i>trans</i> -ノナクロル | EI mode GC-MS | GC- μ ECD |
| 006 | EPN | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 082 | <i>cis</i> -ノナクロル | EI mode GC-MS | GC- μ ECD |
| 007 | EPTC | EI mode GC-MS | GC-NPD | 083 | オキシクロルデン | EI mode GC-MS | GC- μ ECD |
| 008 | HCB | EI mode GC-MS | GC- μ ECD | 084 | クロルニトロフェン | EI mode GC-MS | GC- μ ECD |
| 009 | α -BHC | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS | 085 | クロルビリス | EI mode GC-MS | GC-FPD NCI mode GC-MS |
| 010 | β -BHC | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS | 086 | クロルビリスメチル | EI mode GC-MS | GC-FPD NCI mode GC-MS |
| 011 | γ -BHC | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS | 087 | クロルフェナビル | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS |
| 012 | δ -BHC | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS | 088 | クロルフェンビンホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD |
| 013 | XMC | EI mode GC-MS | GC-NPD | 089 | クロルフルアズロン | LC-MS/MS | - |
| 014 | アクリナトリン | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS | 090 | クロルプロファミ | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 015 | アジンホスエチル | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 091 | クロロタロニル | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS |
| 016 | アジンホスメチル | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 092 | クロロベンジレート | EI mode GC-MS | GC- μ ECD |
| 017 | アセタミプリド | LC-MS/MS | GC-NPD NCI mode GC-MS | 093 | サリチオン | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD |
| 018 | アセトクロル | LC-MS/MS | GC-NPD | 094 | シアナジン | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 019 | アセフエート | LC-MS/MS | GC-FPD EI mode GC-MS | 095 | シアノフェンホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD |
| 020 | アノキシストロビン | EI mode GC-MS | GC-NPD NCI mode GC-MS | 096 | シアノホス | EI mode GC-MS | GC-FPD NCI mode GC-MS |
| 021 | アミノカルブ | LC-MS/MS | GC-NPD | 097 | ジアリホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD |
| 022 | アラクロール | EI mode GC-MS | GC-NPD | 098 | ジエトフェンカルブ | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 023 | アルジカルブ | LC-MS/MS | Post HPLC/FL GC-NPD | 099 | ジオキサベンゾホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD |
| 024 | アルジカルブスルホキシド | LC-MS/MS | Post HPLC/FL | 100 | ジクロロメット | EI mode GC-MS | GC- μ ECD |
| 025 | アルジカルブスルホシド | LC-MS/MS | Post HPLC/FL | 101 | ジクロロフェンチオン | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD |
| 026 | アルドリソ | EI mode GC-MS | GC- μ ECD | 102 | ジクロロアノド | EI mode GC-MS | GC- μ ECD |
| 027 | イノキサチオン | EI mode GC-MS | GC-FPD NCI mode GC-MS | 103 | シクロプロトリン | LC-MS/MS | - |
| 028 | イソフェンホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 104 | ジクロラン | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS |
| 029 | イソフェンホスオキソン | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 105 | ジクロロボス | EI mode GC-MS | GC-FPD NCI mode GC-MS |
| 030 | イソプロカルブ | EI mode GC-MS | GC-NPD | 106 | ジコホール | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS |
| 031 | イソプロチオラン | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS | 107 | ジスルホトン | LC-MS/MS | GC-FPD GC-NPD |
| 032 | イブジオン | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS | 108 | ジスルホトンスルホキシド*1 | LC-MS/MS | GC-FPD GC-NPD |
| 033 | イブジオン代謝物 | LC-MS/MS | GC- μ ECD HPLC/UV | 109 | ジスルホトンスルホシド | LC-MS/MS | GC-FPD GC-NPD |
| 034 | イブホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 110 | ジスルホトンオキソン(デメトン-S) | LC-MS/MS | GC-FPD GC-NPD |
| 035 | イマザリル | LC-MS/MS | GC-NPD EI mode GC-MS | 111 | シハロトリソ | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS |
| 036 | イミダクロプリド | LC-MS/MS | - | 112 | シハロホップチル | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 037 | イミベンコナゾール | EI mode GC-MS | GC-NPD | 113 | ジフェノコナゾール | EI mode GC-MS | GC-NPD NCI mode GC-MS |
| 038 | インドキサカルブ | LC-MS/MS | GC-NPD | 114 | シフルトリソ | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS |
| 039 | ウニコナゾールP | EI mode GC-MS | GC-NPD | 115 | ジフルフェニカン | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 040 | エスプロカルブ | EI mode GC-MS | GC-NPD | 116 | ジフルベンズロン | LC-MS/MS | - |
| 041 | エチオフェンカルブ | LC-MS/MS | Post HPLC/FL GC-NPD | 117 | シプロコナゾール | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 042 | エチオフェンカルブ スルホキシド | LC-MS/MS | Post HPLC/FL | 118 | シプロジニル | LC-MS/MS | - |
| 043 | エチオフェンカルブ スルホシド | LC-MS/MS | Post HPLC/FL | 119 | シベルメリン | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS |
| 044 | エチオン | EI mode GC-MS | GC-FPD NCI mode GC-MS | 120 | ジメタメトリソ | LC-MS/MS | GC-NPD EI mode GC-MS |
| 045 | エディフェンホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 121 | ジメチルビンホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD |
| 046 | エトキサゾール | EI mode GC-MS | GC-NPD | 122 | ジメチナミド | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 047 | エトフェンプロックス | EI mode GC-MS | LC-MS/MS | 123 | ジメエート | EI mode GC-MS | GC-FPD NCI mode GC-MS |
| 048 | エトプロホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 124 | ジメモルフ | LC-MS/MS | - |
| 049 | エトリジアゾール | EI mode GC-MS | GC- μ ECD GC-NPD | 125 | シメトリソ | LC-MS/MS | GC-NPD |
| 050 | エトリムホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 126 | シモキサニル | LC-MS/MS | - |
| 051 | α -エンドスルファン | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS | 127 | シラフルオフェン | EI mode GC-MS | LC-MS/MS |
| 052 | β -エンドスルファン | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS | 128 | スピノシンA | LC-MS/MS | HPLC/UV |
| 053 | エンドスルファンスルフェート | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS | 129 | スピノシンD | LC-MS/MS | HPLC/UV |
| 054 | エンドリン | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS | 130 | スルプロホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD |
| 055 | オキサジアソソ | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS | 131 | スルプロホススルホキシド | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD |
| 056 | オキサジキシル | EI mode GC-MS | GC-NPD LC-MS/MS | 132 | スルホテップ | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD |
| 057 | オキサミル | LC-MS/MS | Post HPLC/FL | 133 | ターバシル | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 058 | オメエート | LC-MS/MS | GC-FPD GC-NPD | 134 | ダイアジソ | EI mode GC-MS | GC-FPD NCI mode GC-MS |
| 059 | カズサホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 135 | チアクロプリド | LC-MS/MS | - |
| 060 | カフエンストロール | EI mode GC-MS | GC-NPD | 136 | チアクロプリド アミド | LC-MS/MS | - |
| 061 | カブタホール | EI mode GC-MS | GC- μ ECD | 137 | チアベンダゾール | LC-MS/MS | EI mode GC-MS GC-NPD |
| 062 | カルバリル | LC-MS/MS | Post HPLC/FL EI mode GC-MS | 138 | チアトキサム | LC-MS/MS | - |
| 063 | カルプロバミド | LC-MS/MS | GC-NPD | 139 | チオシクラム | LC-MS/MS | - |
| 064 | カルベンダジミ | LC-MS/MS | - | 140 | チオファネートメチル | LC-MS/MS | GC-NPD |
| 065 | カルボフェニチオン | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 141 | チオベンカルブ | EI mode GC-MS | GC-FPD LC-MS/MS |
| 066 | カルボフラン | EI mode GC-MS | GC-NPD | 142 | チオメソ | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD |
| 067 | キシリルカルブ | EI mode GC-MS | GC-NPD | 143 | チフルザミド | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 068 | キナルホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 144 | ディルトリソ | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS |
| 069 | キノメチオネート | EI mode GC-MS | GC-NPD GC-FPD | 145 | テトラクロルビンホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD |
| 070 | キャプタン | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS | 146 | テトラコナゾール | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 071 | キントゼソ | EI mode GC-MS | GC- μ ECD | 147 | テトラジホソ | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS |
| 072 | クマホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 148 | テトラメトリソ | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 073 | クミルソ | LC-MS/MS | GC-NPD | 149 | テニルクロール | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 074 | クレンキシムメチル | EI mode GC-MS | GC-NPD NCI mode GC-MS | 150 | テブコナゾール | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 075 | クロチアエジン | LC-MS/MS | - | 151 | テブフェニド | LC-MS/MS | - |
| 076 | クロフェンチジン | LC-MS/MS | GC-NPD | 152 | テブフェンピラド | 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 |
|-----|--------------------|---------------|------------------------------|-----|-----------------------|---------------|------------------------------|
| 153 | テフルトリン | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS | 228 | ブプロフェジン | LC-MS/MS | GC-NPD NCI mode GC-MS |
| 154 | テフルベンズロン | LC-MS/MS | - | 229 | フラトビル | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 155 | デメトン-S-メチル | LC-MS/MS | GC-FPD GC-NPD | 230 | フルアジナム | LC-MS/MS | GC- μ ECD EI mode GC-MS |
| 156 | デメトン-S-メチルスルホキシド*2 | LC-MS/MS | GC-FPD GC-NPD | 231 | フルアジホップ- β -ブチル | LC-MS/MS | - |
| 157 | デメトン-S-メチルスルホン | LC-MS/MS | GC-FPD GC-NPD | 232 | フルジオキシニル | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 158 | デルタメトリン | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS | 233 | フルシトリネート | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS |
| 159 | テルブホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 234 | フルシラゾール | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 160 | テルブホス スルホキシド | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 235 | フルトラニル | EI mode GC-MS | GC-NPD NCI mode GC-MS |
| 161 | テルブホス スルホン | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 236 | フルバリネート | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS |
| 162 | トラロメトリン | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS | 237 | フルフェノクスロン | LC-MS/MS | - |
| 163 | トリアジメノール | LC-MS/MS | EI mode GC-MS GC-NPD | 238 | フレチラクロール | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 164 | トリアジメホン | LC-MS/MS | EI mode GC-MS NCI mode GC-MS | 239 | フロシメドン | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS |
| 165 | トリアジン | EI mode GC-MS | GC-NPD | 240 | プロチオホス | EI mode GC-MS | GC-FPD NCI mode GC-MS |
| 166 | トリアノホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 241 | プロバニル | EI mode GC-MS | GC- μ ECD |
| 167 | トリクラミド | EI mode GC-MS | GC-NPD | 242 | プロバホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD |
| 168 | トリクロルホン | LC-MS/MS | GC-FPD GC-NPD | 243 | プロバモカルブ | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 169 | トリシクラーノール | EI mode GC-MS | GC-NPD LC-MS/MS | 244 | プロババギト | EI mode GC-MS | GC-FPD(S) |
| 170 | トリフルミノール | LC-MS/MS | GC-NPD NCI mode GC-MS | 245 | プロビコナゾール | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 171 | トリフルミノール代謝物 | LC-MS/MS | - | 246 | プロビザミド | EI mode GC-MS | GC- μ ECD |
| 172 | トリフルラリン | EI mode GC-MS | GC-NPD | 247 | プロフェノホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD |
| 173 | トリフロキシストロビン | LC-MS/MS | - | 248 | プロメナゾール | EI mode GC-MS | GC-NPD NCI mode GC-MS |
| 174 | トリホリン | LC-MS/MS | - | 249 | プロボクサル | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 175 | トルクロホスメチル | EI mode GC-MS | GC-FPD NCI mode GC-MS | 250 | プロモカルブ | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 176 | トルフェンピラド | EI mode GC-MS | GC- μ ECD | 251 | プロモプロビレート | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS |
| 177 | ナレド | EI mode GC-MS | GC-FPD | 252 | プロモホスエチル | EI mode GC-MS | GC-FPD NCI mode GC-MS |
| 178 | ニチンピラム | LC-MS/MS | - | 253 | プロモホスメチル | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD |
| 179 | ノバルロン | LC-MS/MS | - | 254 | ヘキサコナゾール | EI mode GC-MS | GC-NPD NCI mode GC-MS |
| 180 | バクロブトラゾール | EI mode GC-MS | GC-NPD | 255 | ヘキサフルムロン | LC-MS/MS | - |
| 181 | バミドチオン | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 256 | ベナラキシル | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 182 | バミドチオンスルホキシド | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 257 | ベノミル | LC-MS/MS | - |
| 183 | バミドチオンスルホン | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 258 | ヘプタクロール | EI mode GC-MS | GC- μ ECD |
| 184 | バラチオン | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 259 | ヘプタクロールエボキサイド | EI mode GC-MS | GC- μ ECD |
| 185 | バラチオンメチル | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 260 | ベルメトリン | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS |
| 186 | ハルフェンブロックス | EI mode GC-MS | GC- μ ECD | 261 | ベンコナゾール | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 187 | ビタルタノール | EI mode GC-MS | GC-NPD LC-MS/MS | 262 | ベンシクロン | LC-MS/MS | - |
| 188 | ビフェナゼート | LC-MS/MS | - | 263 | ベンスルアロンメチル | LC-MS/MS | - |
| 189 | ビフェノックス | EI mode GC-MS | GC- μ ECD | 264 | ベンダイオカルブ | EI mode GC-MS | Post HPLC/FL |
| 190 | ビフェントリン | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS | 265 | ベンタクロフェノール | EI mode GC-MS | GC- μ ECD |
| 191 | ビベロホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 266 | ベンディメタリン | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 192 | ビラクロホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 267 | ベンフレセート | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 193 | ビラゾキシフェン | EI mode GC-MS | GC-NPD | 268 | ホキシム | EI mode GC-MS | GC-FPD |
| 194 | ビラゾホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 269 | ホサロン | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD |
| 195 | ビリダフェンチオン | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 270 | ボスカリド | LC-MS/MS | GC-NPD |
| 196 | ビリダベン | EI mode GC-MS | GC-NPD NCI mode GC-MS | 271 | ボスチアゼート | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD |
| 197 | ビリダリル | EI mode GC-MS | GC- μ ECD | 272 | ホスファミドン | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD |
| 198 | ビリフェノックス | EI mode GC-MS | GC- μ ECD | 273 | ホスメット | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD |
| 199 | ビリブチカルブ | EI mode GC-MS | GC-NPD | 274 | ホルクロルフエニユロン | LC-MS/MS | - |
| 200 | ビリアロキシフェン | EI mode GC-MS | GC-NPD | 275 | ホルベット | EI mode GC-MS | GC- μ ECD |
| 201 | ビリミカルブ | LC-MS/MS | Post HPLC/FL | 276 | ホルモチオン | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD |
| 202 | ビリミジフェン | LC-MS/MS | - | 277 | ホルレート | LC-MS/MS | GC-FPD GC-NPD |
| 203 | ビリミノバクメチル | EI mode GC-MS | GC-NPD | 278 | ホルレートスルホキシド | LC-MS/MS | GC-FPD GC-NPD |
| 204 | ビリミホスメチル | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 279 | ホルレートスルホン | LC-MS/MS | GC-FPD GC-NPD |
| 205 | ビリメタニル | EI mode GC-MS | GC-NPD | 280 | マイレックス | EI mode GC-MS | GC- μ ECD |
| 206 | ピロキロン | EI mode GC-MS | GC-NPD | 281 | マラチオン | EI mode GC-MS | GC-FPD NCI mode GC-MS |
| 207 | ピクソロリン | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS | 282 | ミクロブタニル | EI mode GC-MS | GC-NPD NCI mode GC-MS |
| 208 | ファミキサドン | LC-MS/MS | - | 283 | メカルバム | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 209 | フェナミホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 284 | メソミル | LC-MS/MS | Post HPLC/FL |
| 210 | フェナミホス スルホキシド | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 285 | メタミドホス | LC-MS/MS | GC-FPD EI mode GC-MS |
| 211 | フェナミホス スルホン | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 286 | メタラキシル | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 212 | フェナリモル | EI mode GC-MS | GC-NPD NCI mode GC-MS | 287 | メチオカルブ | EI mode GC-MS | Post HPLC/FL GC-NPD |
| 213 | フェントロチオン | EI mode GC-MS | GC-FPD NCI mode GC-MS | 288 | メチダチオン | EI mode GC-MS | GC-FPD NCI mode GC-MS |
| 214 | フェノキシカルブ | EI mode GC-MS | GC-NPD | 289 | メキシクロール | EI mode GC-MS | GC- μ ECD |
| 215 | フェノチオカルブ | EI mode GC-MS | GC-NPD | 290 | メブレン | EI mode GC-MS | HPLC-UV |
| 216 | フェノカルブ | EI mode GC-MS | Post HPLC/FL LC-MS/MS | 291 | メミノストロビン | LC-MS/MS | - |
| 217 | フェリムゾン | LC-MS/MS | GC-NPD EI mode GC-MS | 292 | メトラクロール | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 218 | フェンシルホチオン | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 293 | メトリブジン | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 219 | フェンチオン | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 294 | メバニピリム | EI mode GC-MS | LC-MS/MS |
| 220 | フェントエート | EI mode GC-MS | GC-FPD NCI mode GC-MS | 295 | メベンホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD |
| 221 | フェンバレレート | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS | 296 | メフェナゼート | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 222 | フェンピロキシメート | LC-MS/MS | - | 297 | メプロニル | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 223 | フェンプロバトリン | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS | 298 | モノクロトホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD |
| 224 | フサライド | EI mode GC-MS | GC- μ ECD NCI mode GC-MS | 299 | リニユロン | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 225 | ブタミホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD | 300 | ルフェニユロン | LC-MS/MS | - |
| 226 | ブチレート | EI mode GC-MS | GC-NPD | 301 | レナシル | EI mode GC-MS | GC-NPD |
| 227 | ブフェンカルブ | EI mode GC-MS | GC-NPD | 302 | レプトホス | EI mode GC-MS | GC-FPD GC-NPD |

*1 オキシジスルホン, *2 オキシデメトンメチル

表3 実態調査結果(農薬別)

| 農薬名 | 食品 | 検出数 | 検出値 (ng/g) | | | |
|-----------------|-----|-----|------------|----|----|-----|
| BHC類 | 牛肉 | 国産 | 2/4 | 1 | 1 | |
| | 牛肉 | 輸入 | 2/4 | 2 | 3 | |
| | 豚肉 | 輸入 | 1/7 | 2 | | |
| | 羊肉 | 輸入 | 1/1 | 1 | | |
| | 魚類 | 国産 | 2/5 | 1 | 2 | |
| γ-BHC | 牛肉 | 国産 | 2/4 | 1 | 1 | |
| | 牛肉 | 輸入 | 2/4 | 1 | 2 | |
| | 豚肉 | 輸入 | 1/7 | 2 | | |
| | 羊肉 | 輸入 | 1/1 | 1 | | |
| | 魚類 | 国産 | 2/5 | 1 | 2 | |
| δ-BHC | 牛肉 | 輸入 | 1/4 | 2 | | |
| DDT類 | 牛肉 | 輸入 | 1/4 | 9 | | |
| | 魚類 | 国産 | 3/5 | 5 | 5 | 5 |
| p,p'-DDD | 魚類 | 国産 | 2/5 | tr | tr | |
| | 魚類 | 輸入 | 1/5 | tr | | |
| p,p'-DDE | 牛肉 | 輸入 | 1/4 | 9 | | |
| | 魚類 | 国産 | 3/5 | 4 | 4 | 4 |
| | 魚類 | 輸入 | 1/5 | 2 | | |
| p,p'-DDT | 魚類 | 国産 | 3/5 | 1 | 1 | 1 |
| | 魚類 | 輸入 | 1/5 | tr | | |
| イソキサチオン | 貝類 | 国産 | 1/8 | tr | | |
| イソプロチオラン | 貝類 | 国産 | 4/8 | 1 | 2 | 3 6 |
| | 貝類 | 輸入 | 1/2 | tr | | |
| イプロベンホス | 貝類 | 国産 | 1/8 | 1 | | |
| エトフェンプロックス | 貝類 | 国産 | 2/8 | tr | 3 | |
| エンドスルフファン類 | 魚類 | 国産 | 1/5 | 6 | | |
| | 魚類 | 輸入 | 1/5 | 6 | | |
| α-エンドスルフファン | 魚類 | 国産 | 1/5 | 2 | | |
| | 魚類 | 輸入 | 1/5 | 2 | | |
| β-エンドスルフファン | 魚類 | 国産 | 1/5 | tr | | |
| | 魚類 | 輸入 | 1/5 | tr | | |
| エンドスルフファンスルフェート | 魚類 | 国産 | 1/5 | 4 | | |
| | 魚類 | 輸入 | 1/5 | 4 | | |
| オキサジアゾン | 貝類 | 国産 | 3/8 | tr | 2 | 2 |
| | 貝類 | 輸入 | 2/2 | 2 | 4 | |
| カルプロバミド | 貝類 | 国産 | 1/8 | 2 | | |
| カルベンダジム | 貝類 | 国産 | 1/8 | 1 | | |
| クロルデン類 | 魚類 | 国産 | 1/5 | 3 | | |
| trans-クロルデン | 魚類 | 国産 | 1/5 | tr | | |
| cis-クロルデン | 魚類 | 国産 | 1/5 | 2 | | |
| trans-ノナクロル | 魚類 | 国産 | 1/5 | 1 | | |
| cis-ノナクロル | 魚類 | 国産 | 1/5 | tr | | |
| クロルフェナピル | 貝類 | 国産 | 2/8 | tr | tr | |
| シラフルオフェン | 豚肉 | 輸入 | 1/7 | 3 | | |
| | 貝類 | 国産 | 2/8 | tr | 3 | |
| ダイアジノン | 貝類 | 国産 | 3/8 | 1 | 3 | 4 |
| | 甲殻類 | 輸入 | 1/4 | 1 | | |
| トリアゾホス | 貝類 | 輸入 | 1/2 | 2 | | |
| ピフェントリン | 鶏肉 | 輸入 | 1/1 | 3 | | |
| ピロキロン | 貝類 | 国産 | 2/8 | 2 | 2 | |
| フェニトロチオン | 貝類 | 国産 | 1/8 | 1 | | |
| フェリムゾン | 貝類 | 国産 | 1/8 | tr | | |
| フェンプロパトリン | 貝類 | 輸入 | 1/2 | 2 | | |
| フサライド | 貝類 | 国産 | 2/8 | 2 | 2 | |
| フルトラニル | 貝類 | 国産 | 2/8 | 1 | 2 | |
| フルフェノクスロン | 貝類 | 国産 | 1/8 | 1 | | |
| プロチオホス | 貝類 | 国産 | 3/8 | 1 | 2 | 4 |

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 | BHC類 | 1 |
| | | | γ-BHC | 1 |
| 牛肉 | - | 4 国産 宮崎 | BHC類 | 1 |
| | | | γ-BHC | 1 |
| 牛肉 | - | 1 輸入 ニュージーランド | DDT類 | 9 |
| | | | p,p'-DDE | 9 |
| | | | BHC類 | 3 |
| | | | γ-BHC | 1 |
| | | | δ-BHC | 2 |
| 牛肉 | - | 4 輸入 オーストラリア | BHC類 | 2 |
| | | | γ-BHC | 2 |
| 鶏肉 | - | 1 輸入 ブラジル | ビフェントリン | 3 |
| 羊肉 | - | 1 輸入 オーストラリア | BHC類 | 1 |
| | | | γ-BHC | 1 |
| 豚肉 | - | 4 輸入 スペイン | BHC類 | 2 |
| | | | γ-BHC | 2 |
| | | | シラフルオフェン | 3 |
| 魚類 | あゆ | 1 国産 高知 | エンドスルファン類 | 6 |
| | | | α-エンドスルファン | 2 |
| | | | β-エンドスルファン | tr |
| | | | エンドスルファンスルフェート | 4 |
| 魚類 | かじき | 2 国産 和歌山 | BHC類 | 2 |
| | | | γ-BHC | 2 |
| 魚類 | さけ | 3 国産 宮城 | DDT類 | 5 |
| | | | p,p'-DDE | 4 |
| | | | p,p'-DDT | 1 |
| 魚類 | さけ | 4 国産 宮城 | DDT類 | 5 |
| | | | p,p'-DDD | tr |
| | | | p,p'-DDE | 4 |
| | | | p,p'-DDT | 1 |
| | | | エンドスルファン類 | 6 |
| 魚類 | さけ | 4 輸入 チリ | DDT類 | 2 |
| | | | p,p'-DDD | tr |
| | | | p,p'-DDE | 2 |
| | | | p,p'-DDT | tr |
| | | | エンドスルファン類 | 6 |
| | | | α-エンドスルファン | 2 |
| | | | β-エンドスルファン | tr |
| エンドスルファンスルフェート | 4 | | | |
| 魚類 | ぼら | 5 国産 三重 | DDT類 | 5 |
| | | | p,p'-DDD | tr |
| | | | p,p'-DDE | 4 |
| | | | p,p'-DDT | 1 |
| | | | BHC類 | 1 |
| | | | γ-BHC | 1 |
| | | | クロルデン類 | 3 |
| | | | trans-クロルデン | tr |
| | | | cis-クロルデン | 2 |
| | | | trans-ノナクロル | 1 |
| cis-ノナクロル | tr | | | |

tr: trace (LOD ≤ tr < LOQ).

| 食品名 | No. | 産地 | 農薬名 | 検出値 (ng/g) |
|-----------|------|----------|------------|---------------|
| 甲殻類 | えび | 3 輸入 インド | ダイアジノン | 1 |
| 貝類 | はまぐり | 1 輸入 中国 | オキサジアゾン | 4 |
| | | | フェンプロバトリン | 2 |
| 貝類 | はまぐり | 2 輸入 中国 | イソプロチオラン | tr |
| | | | オキサジアゾン | 2 |
| | | | トリアノホス | 2 |
| 貝類 | しじみ | 4 国産 三重 | イソプロチオラン | 1 |
| | | | オキサジアゾン | 2 |
| | | | クロルフェナビル | tr |
| | | | シラフルオフェン | tr |
| | | | ダイアジノン | 1 |
| 貝類 | しじみ | 6 国産 三重 | プロチオホス | 2 |
| | | | イソプロチオラン | 2 |
| | | | エトフェンブロックス | 3 |
| | | | オキサジアゾン | tr |
| | | | ダイアジノン | 3 |
| 貝類 | しじみ | 7 国産 島根 | プロチオホス | 1 |
| | | | イソプロチオラン | 3 |
| | | | カルプロバミド | 2 |
| | | | ピロキロン | 2 |
| | | | フサライド | 2 |
| 貝類 | しじみ | 8 国産 三重 | フルトラニル | 1 |
| | | | イソキサチオン | tr |
| | | | イソプロチオラン | 6 |
| | | | イプロベンホス | 1 |
| | | | エトフェンブロックス | tr |
| | | | オキサジアゾン | 2 |
| | | | カルベンダジム | 1 |
| | | | クロルフェナビル | tr |
| | | | シラフルオフェン | 3 |
| | | | ダイアジノン | 4 |
| ピロキロン | 2 | | | |
| フェニトロチオン | 1 | | | |
| フェリムゾン | tr | | | |
| フサライド | 2 | | | |
| フルトラニル | 2 | | | |
| フルフェノクスロン | 1 | | | |
| プロチオホス | 4 | | | |

Ⅱ. 平成 20 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
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

1.2 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の抽出操作等の検証試験を実施した。平成 19 年度は液体試料として牛乳及び鶏卵を用いて検討し、引き続き平成 20 年度は固体試料として牛筋肉及び牛肝臓を用いて検討した。精製に PSA カラムを用いた場合、酸性農薬等が溶出される第 2 画分には多くの食品マトリックスも溶出されるため、食品マトリックスによるイオン化抑制などの測定に対する影響が生じることから、第 1 画分と第 2 画分を合わせて一つの試験溶液として測定することは適切でなく、別々に測定する必要があると思われた。抽出時のセライト(珪藻土)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ず、むしろホモジナイズ中にセライトの粉碎物あるいはポリトロン(超音波攪拌機)の刃の研磨物が生成し、ホモジナイザーの刃も損傷するため、抽出時にセライトを添加することは通常は実施しない方が良いと思われた。抽出時の塩酸添加については、使用している濃度では回収率に対する影響はほとんどなく、カルボキシル基を有するような酸性農薬の回収率の改善あるいは肝臓試料における酵素失活を期待するためには、より高濃度の酸の添加が必要と考えられることから、通常は酸を添加しないで抽出を行い、酸性農薬を対象とする場合などには、別途酸を添加する方法を用いるのが適切であると思われた。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、酸性農薬のアセトニトリル層への移行が促進されることが期待されるが、その効果は食品の pH に依存するため、適切な酸濃度を検討することが必要であった。

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

科学科 青柳光敏研究職員の協力により実施した。

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。そこで公定試験法の検証として、開発中の一斉試験法について、平成 19 年度は液体試料である鶏卵及び牛乳を用いて、抽出操作等の検証試験を実施した。引き続き、平成 20 年度は固体試料である牛筋肉及び牛肝臓を用いて検討した。本研究は北海道立衛生研究所食品薬品部食品

B. 研究方法

1. 試料

試料は、東京都内の小売店で購入した牛筋肉及び牛肝臓を使用した。

2. 標準品及び試薬

標準品：林純薬工業(株)、関東化学(株)、和光純薬工業(株)、Riedel-de Haën 社及び Dr. Ehrenstorfer 社の残留農薬試験用を用いた。また、検討対象農薬を表 1 に示した。

標準原液：各標準品をアセトニトリルで溶解して 1 mg/mL の濃度に調製し冷凍庫(-30℃)に保存した。

混合標準溶液：各農薬の標準原液を混合し、5 mg/L になるようにアセトニトリルで調製し、冷蔵庫

(5°C)に保存した。

添加回収試験用混合標準溶液：混合標準溶液をメタノールで用時希釈して1 mg/Lの濃度に調製した。なお、LC-MS/MSでの測定感度が低かった、メトリブジンメチルチオ基脱離酸化体(メトリブジ DK)及びアミトラズは2 mg/L、エマメクチンホルミルアミノ体(B1a体とB1b体の混合物)、キャプタン、カプタホール及びエテホンは5 mg/L、2,4,6-トリクロロフェノールは10 mg/L、ジメチピンは50 mg/Lになるように調製した。

試薬：メタノール及び蒸留水はLC-MS用を用いた。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社製)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：LC部 Alliance 2695(Waters社製)；MS部、Micromass Quattro Premier(Waters社製)。

LC条件：カラム、XTerra MS C18(内径2.1 mm、長さ150 mm、粒子径3.5 µm、Waters社製)；ガードカラム、XTerra MS C18(内径2.1 mm、長さ10 mm 3.5 µm、Waters社製)；カラム温度、40°C；移動相流速、0.20 mL/min；注入量、3 µL

移動相条件：A液(5 mmol/L酢酸アンモニウム水溶液)及びB液(5 mmol/L酢酸アンモニウム含有メタノール溶液)について下表の濃度勾配で送液した。

| Time (min) | A% | B% |
|------------|----|----|
| 0.0 | 85 | 15 |
| 1.0 | 60 | 40 |
| 3.5 | 60 | 40 |
| 6.0 | 50 | 50 |
| 8.0 | 45 | 55 |
| 17.5 | 5 | 95 |
| 30.0 | 5 | 95 |
| 30.0 | 85 | 15 |

平衡化時間：17分

MS条件：キャピラリー電圧、3.0 kV；ソース温度、120°C；脱溶媒温度、400°C；窒素ガス流量、コーンガ

ス50 L/hr及び脱溶媒ガス800 L/hr；コリジョンガス、Ar(3×10^{-3} mbar)；イオン化モード、ESI(+)及びESI(-)；測定モード、MRM(multiple reaction monitoring)モード。

ホモジナイザー：試料の前処理にはマルチブレンダーミル(株)日本精機製作所製)を使用し、ホモジナイズ抽出にはポルトロン(Kinematica AG社製)を使用した。

濃縮装置：溶媒の濃縮にはESC2000(Savant社製)を使用した。

4. 試験溶液調製法

4.1. 試料の前処理

筋肉は可能な限り脂肪層を除き細切り均一化し、肝臓は全部位を細切り均一化してからホモジナイズしたものを検体とした。

4.2. 抽出

検体10.0 gを遠心管に採り、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)[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(下層)をピペットで100 mL有栓メスシリンダーに分取した。ろ紙上の残留物(セライト無添加の場合は、セライトがなるべく混入しないようにセライト上の残留物をとった)を*n*-ヘキサン層が残った先の遠心管に戻し、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°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。

4-3. 精製

4-2. 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°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。定量には、メタノールで調製した検量線用標準溶液を用いた。定量はピーク面積で行い、検量線から濃度を求め、各画分の回収率を求めた。

6. 試料マトリックスの影響

測定に対する試料マトリックスの影響を検討するために、メタノールで調製した標準溶液(溶媒 STD)とマトリックス添加標準溶液(マトリックス STD)を用いて検討した。マトリックス STD、溶媒 STD の順に交互に測定し、各農薬のピーク面積から溶媒 STD に対するマトリックス STD の面積比を求めた。なお、マトリックス STD は、ブランク試料の試験溶液 1 mL をバイアルにとり、窒素を吹き付けて溶媒を除いたのち、残留物に0.1 mg/L濃度の溶媒 STD 1 mLを加えて溶解して調製した。

C. 研究結果及び考察

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の抽出操作等の検証試験として下表の実験条件に従って Exp. 1 から Exp. 4 の添加回収試験を実施した。操作①～④は、B. 研究方法 4-2. 抽出の項に示した。検討には牛筋肉及び牛肝臓を用いた。

| 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. PSA カラムからの農薬の溶出画分について

表 3 の試料マトリックスの影響の検討結果に各農薬の PSA カラムからの溶出画分を示した。用いた条件では検討した 179 の分析対象化合物のうち 113 化合物が第 1 画分に、51 化合物が第 2 画分に溶出された。クレトジム、クレトジムスルホン、シロマジン、セトキシジム、5-ヒドロキシチアベンダゾール、テブラロキシジム、ピメロジン、CDHB、フェンヘキサミド、プトロキシジム、メトリブジン DK 及びメトリブジン DADK の 12 化合物については、第 1 画分及び第 2 画分の両画分に溶出された。両画分に溶出された化合物については、カラムのロット間のばらつきにより溶出する画分が変動する可能性があるため、測定値や定量限界を正確に求めることが困難になる場合がある。なお、チフェンスルフロ、ピリデート及びエテホンの 3 化合物については、標準品を用いた PSA カラムからの溶出試験においても、用いた条件では回収されないかほとんど回収されなかったため溶出画分を特定できなかった。

2. 試料マトリックスの影響について

測定に対する試料マトリックスの影響を検討するために、溶媒 STD に対するマトリックス STD の面積比を求め各実験条件間で比較した(表 3)。

第 1 画分に溶出する農薬では、スピノシン A やスピノシン B など一部の農薬では、面積比が 1 より小さくなり、イオン化抑制が観察されたものの、大部分の農薬では測定に対する試料マトリックスの影響はほとんど見られなかった。低回収率であった農薬についても面積比はほぼ 1 で、試料マトリックスの影響はほとんど見られなかったことから、これらの農薬の低回収率の原因はイオン化抑制などの測定上の問題ではないと思われる。

第 2 画分に溶出する農薬については、第 1 画分に

溶出する農薬の場合よりも、イオン化抑制などの測定に対する試料マトリックスの影響が全体的に多く見られた。脂肪酸など PSA カラムに保持されていたマトリックスの多くが第 2 画分に溶出されるため、第 1 画分よりも試験溶液中の試料マトリックス量が多いためと思われる。特に低回収率となった農薬でイオン化抑制が多く観察されたことから、低回収率の原因として試料マトリックスによるイオン化抑制が考えられた。しかし、低回収率であったイマザピル、キンクロラック、ピクロラム、ピンドン、フルメツラム及び 2,4,6-トリクロロフェノールなどでは、低回収率の原因をイオン化抑制のみでは説明できなかつた。また、フェノキサプロップでは、抽出時に塩酸無添加の場合(Exp.3 及び Exp.4)にイオン化抑制が強く観察されたが、多くは実験条件の違いによる試料マトリックスの影響に差はあまりみられなかつた。トリベヌロンメチルについては、面積比が 1 より大きくなり、試料マトリックスによるシグナルの増強が見られた。

更に、第 2 画分に溶出する農薬を第 1 画分のブランク試料の試験溶液で調製した場合に、ピクロラムが牛肝臓中でややイオン化抑制が見られた以外は、測定に対する試料マトリックスの影響は見られなかつた。一方、第 1 画分に溶出する農薬を第 2 画分のブランク試料の試験溶液で調製した場合には、回収率が良好であった農薬も含め、多くの農薬でイオン化抑制が観察された。そのため、第 1 画分と第 2 画分を合わせて一つの試験溶液として測定することは適切でなく、別々に測定する必要がある。そのため、

3. 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(表 4 及び表 5)を比較した。牛乳及び鶏卵の時と同様に、牛筋肉及び牛肝臓においても、Exp.1 及び Exp.2 で回収率に特に差は認められなかつた。ホモジナイズ抽出に平成 19 年度はブレンダーカップを用いたが、平成 20 年度は高速ホモジナイザー(ポリロン)を使用した。ポリロンを用いた場合には、ろ過前の抽出液が灰色になったが、これはセライトの粉砕物あるいはポリロンの刃の研磨物と思われた。ホモジナイズ抽出

時にセライトを添加する事で、ホモジナイズが容易になるなどの効果は特に認められず、むしろポリロンの刃の損傷が生じることから、抽出時にセライトを添加する必要性は認められなかつた。

従って、平成 19 年度の検討と同様に、抽出時にセライトを添加する必要性は認められなかつたことから、Exp.3 及び Exp.4 はホモジナイズ抽出にセライトを添加しないで実施した。

4. 抽出時の塩酸添加の影響について

4.1 抽出時の pH に対する影響

抽出時の塩酸添加の効果を検証するために、各実験条件における、アセトニトリル抽出液の塩析後に分離した水層の pH を測定した(表 2)。

抽出時に塩酸を添加した Exp.1 及び Exp.2 と塩酸を添加しなかつた Exp.4 における pH を比較した。牛筋肉では、Exp.1、Exp.2 及び Exp.4 の pH はそれぞれ 4.5、4.5 及び 4.8 であり大きな差は見られなかつた。同様に、牛肝臓では、Exp.1、Exp.2 及び Exp.4 の pH はいずれも 5.0 であり、差が見られなかつた。

この結果から、牛乳及び鶏卵の場合と同様に、抽出時に 0.01 mol/L 塩酸を加えても、抽出中に消費されてしまい、抽出時の pH はほとんど変化しないことがわかつた。抽出時の pH を酸性に保つためにはより高濃度の塩酸の添加が必要と思われた。

4.2 添加回収率に対する影響

抽出時の塩酸添加の添加回収率に対する影響を評価するために、塩酸添加の有無以外は同じ操作を行った Exp.2 と Exp.4 の結果(表 4 及び表 5)を比較した。

イプロジオン、フェノキサプロップ及びフルメツラムが牛筋肉で、トリクロロンが牛肝臓で、抽出時に塩酸を添加した Exp.2 の方が高回収率であった。また、チオファネートメチル及びメビンホス(E)が牛筋肉で、2,4,6-トリクロロフェノール(プロクロラズ代謝物)が牛肝臓で、抽出時に塩酸を添加した Exp.2 の方が低回収率であった。これら以外の農薬の回収率には、塩酸添加の影響は特に見られなかつた。

2,4-D、2,4-DB、MCPA、MCPB、イマゼタピル、トリクロピル、メコプロップ及び 2,4,5-T はカルボキシル基

を有する酸性農薬であり、抽出時の液性を酸性にした場合に特に影響が大きいと思われる農薬であるが、これらの農薬は塩酸添加の有無にかかわらず牛筋肉及び牛肝臓において同様に良好な回収率が得られ、塩酸添加の効果は見られなかった。これは、牛筋肉及び牛肝臓ともに、塩酸無添加の場合でも抽出時の液性が約 pH 5 と弱酸性であり、そのため有機層に抽出可能であったものと思われる。同様に、4-クロルフェノキシ酢酸、イマザピック、イマザピル、イマザモックス、クロフェンセット及びフロルキシピルも、カルボキシル基を有する酸性農薬であるが、これらの農薬は牛筋肉及び牛肝臓ともにやや低回収率であった。しかし、塩酸添加による回収率の改善は認められず、この原因としては、塩酸濃度が不十分なため抽出時の pH がほとんど変化しなかったためと思われる。これらの農薬の回収率を改善するためには、より高濃度の酸の添加が必要と思われた。

第1画分に溶出された、キザロホップエチル、キザロホップ-P-テフリル、クロキントセットメキシル、クロジナホッププロパルギル、テプラロキシジム代謝物 1 (DMP)、ナフタロホス、フェノキサプロップエチル、フラチオカルブ、フルアジホップブチル、フルミクロラククペンチル、メビンホス(E)及びメビンホス(Z)及び第2画分に溶出されたプロディファコウムは、牛筋肉では良好な回収率が得られていたが、牛肝臓で低回収率であった。低回収率の原因としては、牛肝臓中の酵素による分解が考えられた。酵素による分解の場合、液性を酸性にする事により酵素が失活し、回収率が改善されることが期待される。しかし、今回の塩酸添加条件では、いずれも回収率の改善は認められなかった。これは、抽出時の pH がほとんど変化していなかったことから明らかなように、用いた塩酸濃度では不十分なためであり、より高濃度の塩酸を用いて検討する必要があると思われた。

以上の結果から、抽出時の塩酸添加の回収率に対する影響はみられなかったことから、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ような酸性農薬の回収率の改善あるいは肝臓試料における酵素失活を期待するためには、より高濃度の酸の添加が必要と考

えられる。しかし、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。そのため、通常は酸を添加しないで抽出を行い、酸性農薬を対象とする場合などには、別途酸を添加する方法を用いるのが適切であると思われる。

4.3 水層分離の際の塩酸添加の影響

水層分離の際に、水層を酸性にすることにより、酸性農薬のアセトニトリル層への移行が促進されることが期待される。そのため、抽出時に添加した濃度と同じ 0.01 mol/L 塩酸を水層分離の際に水層に添加した場合(Exp.3)と添加しなかった場合(Exp. 4)の結果(表 4 及び表 5)を比較した。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、牛筋肉及び牛肝臓の pH はそれぞれ 4.0 及び 3.6 であり、他の実験条件の場合よりもやや低い pH であったが大きな差は見られなかった。牛筋肉では、4-クロルフェノキシ酢酸及びピンドンで、牛肝臓では、4-クロルフェノキシ酢酸、イマザピック、イマザピル、イマザモックス及びキンクロラクで Exp. 3 の回収率の方が高くなり、一部の農薬で塩酸添加の効果のみられた。しかし、イマザピル、イマザモックス及びキンクロラクは、牛筋肉では回収率の改善は見られず、効果は限定的であった。従って、塩析による水層分離の際に酸性農薬を回収するためには、より高濃度の酸の添加が必要と思われた。

D. 結論

1) 精製に PSA カラムを用いた場合、酸性農薬等が溶出される第 2 画分には多くの食品マトリックスも溶出される。そのため、食品マトリックスによるイオン化抑制などの測定に対する影響が生じることから、第 1 画分と第 2 画分を合わせて一つの試験溶液として測定することは適切でなく、別々に測定する必要がある。

2) 抽出時のセライト添加の影響について牛筋肉及び牛肝臓を用いて検討したところ、セライト添加による回収率に対する影響は認められなかった。また、ホモジナイズ抽出時にセライトを添加する事による操作性の向上などの効果も特に認められず、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。更に、

抽出にポリロンのような高速ホモジナイザーを用いた場合には、セライトの粉砕物あるいはポリロンの刃の研磨物が生成するため、むしろポリロンの刃の損傷等を避けるために抽出時にセライトを添加することは通常は実施しない方が良いと思われた。

3) 抽出時の塩酸添加の回収率に対する影響はほとんどみられなかったことから、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ような酸性農薬の回収率の改善あるいは肝臓試料における酵素失活を期待するためには、より高濃度の酸の添加が必要と考えられることから、通常は酸を添加しないで抽出を行い、酸性農薬を対象とする場合などには、別途酸を添加する方法を用いるのが適切であると思われた。

4) 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、酸性農薬のアセトニトリル層への移行が促

進されることが期待されるが、その効果は食品の pH に依存するため、適切な酸濃度を検討する必要がある。

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 検討対象農薬

| 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 | 61 | クロルスルフロン | クロルスルフロン |
| 2 | 2,4-DB | 2,4-DB | 62 | クロルフルアズロン | クロルフルアズロン |
| 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 | 63 | クロロクソン | クロロクソン |
| 4 | EPTC | EPTC | 64 | ジウロン | ジウロン |
| 5 | MCPA(4-クロロ-2-メチルフェノキシ酢酸) | MCPA | 65 | シクラニリド | シクラニリド |
| 6 | MCPB | MCPB | 66 | ジノセブ | ジノセブ |
| 7 | アザメチホス | アザメチホス | 67 | ジノテフラン | ジノテフラン |
| 8 | アシフルオルフェン | アシフルオルフェン | 68 | ジノテルブ | ジノテルブ |
| 9 | アセタミプリド | アセタミプリド | 69 | ジフルベンズロン | ジフルベンズロン |
| 10 | アセフェート | アセフェート | 70 | シプロジニル | シプロジニル |
| 11 | アノキシストロビン | アノキシストロビン | 71 | ジメチビン | ジメチビン |
| 12 | アベルメクチンB1a | アバメクチン | 72 | ジメトエート | ジメトエート |
| 13 | アベルメクチンB1b | | | | |
| 14 | アベルメクチン8,9-Z異性体B1a | | | | |
| 15 | アミトラズ | | | | |
| 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) | アミトラズ | 76 | シロマジン | シロマジン |
| 17 | アルジカルブ | アルジカルブ | 77 | スピノシン A | スピノサド |
| 18 | アルドキシカルブ | アルドキシカルブ | 78 | スピノシン D | スピノサド |
| 19 | イオドスルフロメチルナトリウム塩 | イオドスルフロメチル | 79 | スピロジクロフェン | スピロジクロフェン |
| 20 | インキサフルトール | インキサフルトール | 80 | スピロメシフェン | スピロメシフェン |
| 21 | イプロジオン | イプロジオン | 81 | スルホスルフロン | スルホスルフロン |
| 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ジン-1-カルボキサミド(イプロジオン代謝物) | | | | |
| 23 | イマザピック | イマザピックアンモニウム塩 | 82 | セトキシジム(異性体1) | セトキシジム |
| 24 | イマザビル | イマザビル | 82 | セトキシジム(異性体2) | |
| 25 | イマザモックス | イマザモックスアンモニウム塩 | 83 | チアクロプリド | チアクロプリド |
| 26 | イマゼタビル | イマゼタビルアンモニウム塩 | 84 | チアベンダゾール | チアベンダゾール |
| 27 | イミダクロプリド | イミダクロプリド | 85 | 5-ヒドロキシチアベンダゾール | チアベンダゾール |
| 28 | インドキサカルブ | インドキサカルブ | 86 | チアメキサム | チアメキサム |
| 29 | エタメツルフロメチル | エタメツルフロメチル | 87 | チジアズロン | チジアズロン |
| 30 | エトキシキン | エトキシキン | 88 | チフェンスルフロン | チフェンスルフロン |
| 31 | エトキシスルフロン | エトキシスルフロン | 89 | テトラコナゾール | テトラコナゾール |
| 32 | エマメクチン安息香酸塩B1a | エマメクチン安息香酸塩 | 90 | テブチウロン | テブチウロン |
| 33 | エマメクチン安息香酸塩B1b | | | | |
| 34 | エマメクチン N-メチルホルミルアミノ/B1a | | | | |
| 35 | エマメクチン N-メチルホルミルアミノ/B1b | | | | |
| 36 | エマメクチン安息香酸塩B1a 8,9-Z 異性体 | | | | |
| 37 | エマメクチンアミノ体B1a | | | | |
| 38 | エマメクチンアミノ体B1b | | | | |
| 39 | エマメクチンホルミルアミノ体B1a | | | | |
| 40 | エマメクチンホルミルアミノ体B1b | | | | |
| 41 | オキサミル | | オキサミル | 91 | テブフェノジド |
| 42 | オキシデメトンメチル | オキシデメトンメチル | 92 | テブラロキシジム(異性体1) | テブラロキシジム |
| 43 | オメトエート | オメトエート | 92 | テブラロキシジム(異性体2) | |
| 44 | カルバリル | カルバリル | | | |
| 45 | カルベタミド | カルベタミド | 93 | DMP[ジメチル 3-(3,4,5,6-テトラヒドロ-2H-ピラン-4-イル)グルタレート] | テブラロキシジム |
| 46 | カルベンダジム | カルベンダジム | 94 | OH-DMP[ジメチル 3-ヒドロキシ-3-(3,4,5,6-テトラヒドロ-2H-ピラン-4-イル)グルタレート] | テブラロキシジム |
| 47 | チオファネートメチル | チオファネートメチル | 95 | テフルベンズロン | テフルベンズロン |
| 48 | 3-ヒドロキシカルボフラン | カルボフラン | 96 | トリアスルフロン | トリアスルフロン |
| 49 | キザロホップエチル | キザロホップエチル | 97 | トリクロビル | トリクロビル |
| 50 | キザロホップ-P-テフリル | キザロホップエチル | 98 | トリクロルホン | トリクロルホン |
| 51 | キンクロラック | キンクロラック | 99 | トリフルミゾール | トリフルミゾール |
| 52 | クレトジム(異性体1) | クレトジム | 100 | 4-クロロ- α,α,α -トリフルオロ-N-(1-アミノ-2-プロポキシエチリデン)-o-トルイジン(トリフルミゾール代謝物) | トリフルミゾール |
| 52 | クレトジム(異性体2) | | | | |
| 53 | クレトジムスルホン(異性体1) | クレトジム | 101 | トリフルムロン | トリフルムロン |
| 53 | クレトジムスルホン(異性体2) | | | | |
| 54 | クロキントセツトメキシル | クロキントセツトメキシル | 102 | トリプロキシスルフロンナトリウム塩 | トリプロキシスルフロン |
| 55 | クロジナホップ酸 | クロジナホップ酸 | 103 | トリベヌロンメチル | トリベヌロンメチル |
| 56 | 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 | 104 | トリホリン(異性体1) | トリホリン |
| 57 | クロチアニジン | クロチアニジン | 104 | トリホリン(異性体2) | |
| 58 | クロフェンセツト | クロフェンセツト | 105 | ナフタロホス | ナフタロホス |
| 59 | クロフェンテジン | クロフェンテジン | 106 | ノバルロン | ノバルロン |
| 60 | クロリダゾン | クロリダゾン | 107 | ノルフルラゾン | ノルフルラゾン |
| | | | 108 | バルベンダゾール | バルベンダゾール |
| | | | 109 | ハロキシホップ | ハロキシホップ |
| | | | 110 | ハロスルフロメチル | ハロスルフロメチル |
| | | | 111 | ピクロラム | ピクロラム |
| | | | 112 | ピノキサデン | ピノキサデン |
| | | | 113 | ピメロジン | ピメロジン |
| | | | 114 | ピリチオバックナトリウム塩 | ピリチオバックナトリウム塩 |
| | | | 115 | ピリデート | ピリデート |
| | | | 116 | ピリデートヒドロキシ体 | ピリデート |
| | | | 117 | ピンドン | ピンドン |

表1 検討対象農薬(続き)

| No. | 分析対象化合物 | 品目名 | No. | 分析対象化合物 | 品目名 |
|-----|-------------------------------------|------------------------------|-----------------------|---|---|
| 118 | フェノキサプロップエチル | フェノキサプロップエチル | 151 | ベンスルフロンメチル | ベンスルフロンメチル |
| 119 | フェノキサプロップ | | 152 | ベンダイオカルブ | ベンダイオカルブ |
| 120 | 6-クロロ-2,3-ジヒドロベンゾオキサゾール-2-オン (CDHB) | | 153 | ペントゾン | ペントゾン |
| 121 | フェンアミドン | フェンアミドン (フェンアミドン代謝物:MPID) | 154 | ベンフラカルブ | ベンフラカルブ |
| 122 | 5-メチル-5-フェニルイミダゾリジン-2,4-ジオン | | 155 | ホキシム | ホキシム |
| 123 | フェンピロキシメート(E) | フェンピロキシメート | 156 | ボスカリド | ボスカリド |
| 124 | フェンピロキシメート(Z) | | 157 | メコプロップ | メコプロップ |
| 125 | フェンヘキサミド | フェンヘキサミド | 158 | メソスルフロンメチル | メソスルフロンメチル |
| 126 | フェンメディファム | フェンメディファム | 159 | チオジカルブ | チオジカルブ |
| 127 | ブタフェナシル | ブタフェナシル | 160 | メタクリホス | メタクリホス |
| 128 | ブトロキシジム(異性体1) ブトロキシジム(異性体2) | ブトロキシジム | 161 | メタラキシル | メタラキシル |
| 129 | フラチオカルブ | | 162 | メキシフェノジド | メキシフェノジド |
| 130 | プリミスルフロンメチル | プリミスルフロンメチル | 163 | メスラム | メスラム |
| 131 | フルアジホップ | フルアジホップ | 164 | メスルフロンメチル | メスルフロンメチル |
| 132 | フルアジホップブチル | | 165 | メトリブジン | メトリブジン |
| 133 | フルアズロン | 166 | メトリブジン脱アミノ体(メトリブジンDA) | | |
| 134 | フルトリアホール(異性体1) フルトリアホール(異性体2) | フルトリアホール | 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) | |
| 135 | フルミオキサジン | フルミオキサジン | 168 | メトリブジンメチルチオ基脱離酸化体脱アミノ体(メトリブジンDADK) | メトリブジン |
| 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 | 169 | メビンホス(E) | メビンホス |
| 137 | フルメツラム | フルメツラム | 170 | メビンホス(Z) | メビンホス |
| 138 | フルメトリン | フルメトリン | 171 | モノリニユロン | |
| 139 | フルロキシビル | フルロキシビル | 172 | リニユロン | リニユロン |
| 140 | ブクロラズ | ブクロラズ | 173 | ルフェヌロン | ルフェヌロン |
| 141 | 2,4,6-トリクロロフェノール | | 174 | ワルファリン | ワルファリン |
| 142 | ブロスルフロン | ブロスルフロン | 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 |
| 143 | ブロディアファコウム | ブロディアファコウム | | 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) | |
| 144 | プロバクロール | プロバクロール | 176 | 2,4,5-T | 2,4,5-T |
| 145 | プロボキシカルバゾン | プロボキシカルバゾン | 177 | カプタホール | カプタホール |
| 146 | プロボキスル | プロボキスル | 178 | エテホン | エテホン |
| 147 | プロマシル | プロマシル | 179 | カルボスルファン | カルボスルファン |
| 148 | プロモキシニル | プロモキシニル | | | |
| 149 | ヘキサジノン | ヘキサジノン | | | |
| 150 | ヘキシチアゾクス | ヘキシチアゾクス | | | |

表2 塩析後の水層のpH

| 試料 | 水層の pH* | | | |
|-----|---------|--------|--------|--------|
| | Exp. 1 | Exp. 2 | Exp. 3 | Exp. 4 |
| 牛筋肉 | 4.5 | 4.5 | 4.0 | 4.8 |
| 牛肝臓 | 5.0 | 5.0 | 3.6 | 5.0 |

*アセトニトリル抽出液の塩析後に分離した水層のpH

表3 試料マトリックスの影響

| No. | 分析対象化合物 | 面積比(マトリックスSTD/溶媒STD) | | | | | | | | | | | | | | | | 溶出 面分 |
|-------|-------------------------|----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-----|-----|----------|
| | | 第1画分 | | | | | | | | 第2画分 | | | | | | | | |
| | | 牛筋肉 | | | | 牛肝臓 | | | | 牛筋肉 | | | | 牛肝臓 | | | | |
| Exp.1 | Exp.2 | Exp.3 | Exp.4 | Exp.1 | Exp.2 | Exp.3 | Exp.4 | Exp.1 | Exp.2 | Exp.3 | Exp.4 | Exp.1 | Exp.2 | Exp.3 | Exp.4 | | | |
| 1 | 2,4-D | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 2 |
| 2 | 2,4-DB | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.7 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.1 | 2 |
| 3 | 4-CPA | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 2 |
| 4 | EPTC | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1 |
| 5 | MCPA | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 2 |
| 6 | MCPB | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.1 | 1.2 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.8 | 0.9 | 2 |
| 7 | アザメチホス | 0.9 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.8 | 1.1 | 1.1 | - | - | 0.0 | 0.0 | - | - | 1 |
| 8 | アシフルオルフェン | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.7 | 0.8 | 0.9 | 0.8 | 0.8 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 2 |
| 9 | アセタミプリド | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1 |
| 10 | アセフェート | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.7 | 0.6 | 0.7 | 0.7 | 0.7 | 0.6 | 0.7 | 1 |
| 11 | アゾキシストロビン | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1 |
| 12 | アベルメクチンB1a | 0.9 | 0.8 | 0.9 | 0.8 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.7 | 0.7 | 0.8 | 0.9 | 1 |
| 13 | アベルメクチンB1b | 1.1 | 0.8 | 0.9 | 1.0 | 1.1 | 0.8 | 1.0 | 1.0 | 0.6 | 0.9 | 0.7 | 0.9 | 1.0 | 1.3 | 0.7 | 0.9 | 1 |
| 14 | アベルメクチン8,9-Z異性体B1a | 1.0 | 0.8 | 1.1 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.8 | 0.9 | 0.7 | 0.7 | 0.9 | 0.9 | 1 |
| 15 | アミトラズ | 0.8 | 0.8 | 0.9 | 0.8 | 0.8 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.0 | 0.0 | 0.6 | 0.6 | 0.4 | 0.4 | 0.7 | 0.7 | 1 |
| 16 | アミトラズ代謝物 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.1 | 1.3 | 1.2 | 1.7 | 1.7 | 1.3 | 1.3 | 1.5 | 1.5 | 1 |
| 17 | アルジカルブ | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1 |
| 18 | アルドキシカルブ | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 0.8 | 0.8 | 0.4 | 0.4 | 0.7 | 0.6 | 0.5 | 0.5 | 1 |
| 19 | イオドスルフロメチルナトリウム塩 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 2 |
| 20 | イソキサフルトール | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.1 | 1.1 | 0.9 | 0.9 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | - | - | 1 |
| 21 | イブロジオン | 0.9 | 0.8 | 0.6 | 0.7 | 0.5 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 1.5 | 1.4 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 1 |
| 22 | イブロジオン代謝物 | 1.0 | 0.9 | 1.4 | 1.3 | 1.5 | 1.2 | 1.1 | 1.4 | 0.8 | 0.7 | 1.3 | 1.5 | 1.7 | 1.7 | 1.3 | 1.3 | 1 |
| 23 | イマザビック | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.7 | 0.8 | 0.6 | 0.7 | 0.8 | 0.9 | 0.7 | 0.8 | 2 |
| 24 | イマザビル | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.7 | 0.7 | 0.5 | 0.7 | 0.6 | 0.6 | 0.5 | 0.7 | 2 |
| 25 | イマザモックス | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.7 | 0.7 | 0.6 | 0.7 | 0.8 | 0.8 | 0.7 | 0.7 | 2 |
| 26 | イマゼタビル | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 2 |
| 27 | イミダクロプリド | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.7 | 0.7 | 0.8 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.9 | 1 |
| 28 | インドキサカルブ | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1 |
| 29 | エタメツルフロメチル | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 2 |
| 30 | エトキシキン | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.1 | 0.9 | 1.0 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1 |
| 31 | エトキシスルフロ | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 2 |
| 32 | エマメクチン安息香酸塩B1a | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 1.1 | 1 |
| 33 | エマメクチン安息香酸塩B1b | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.7 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1 |
| 34 | エマメクチンN-メチルホルミルアミ/B1a | 0.9 | 0.8 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.8 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.6 | 0.7 | 0.8 | 0.9 | 1 |
| 35 | エマメクチンN-メチルホルミルアミ/B1b | 0.8 | 1.1 | 0.8 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.1 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.6 | 0.6 | 0.9 | 0.9 | 1 |
| 36 | エマメクチン安息香酸塩B1a 8,9-Z異性体 | 0.9 | 0.8 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.1 | 1.1 | 1.2 | 1.3 | 1.3 | 1.2 | 1 |
| 37 | エマメクチンアミノ体B1a | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.2 | 1.2 | 1.6 | 1.7 | 1.5 | 1.5 | 1 |
| 38 | エマメクチンアミノ体B1b | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.2 | 1.0 | 1.0 | 1.3 | 1.5 | 1.3 | 1.2 | 1 |
| 39 | エマメクチンホルミルアミノ体B1a | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.1 | 0.8 | 0.9 | 0.8 | 0.7 | 0.7 | 0.7 | 1 |
| 40 | エマメクチンホルミルアミノ体B1b | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.8 | 1.2 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.7 | 1.2 | 0.7 | 0.8 | 1 |
| 41 | オキサミル | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.4 | 0.4 | 0.7 | 0.6 | 0.5 | 0.5 | 1 |
| 42 | オキシデメトメチル | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.4 | 0.3 | 0.7 | 0.6 | 0.5 | 0.6 | 1 |
| 43 | オメエート | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.1 | 0.1 | 0.4 | 0.3 | 0.2 | 0.3 | 1 |
| 44 | カルバリル | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 1.2 | 1.0 | 1.0 | 0.3 | 0.2 | 0.6 | 0.5 | 0.4 | 0.5 | 1 |
| 45 | カルベタミド | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1 |
| 46 | カルベンダジム | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 1 |
| 47 | チオファネートメチル | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.0 | 0.0 | 0.1 | 0.1 | 0.0 | 0.0 | 1 |
| 48 | 3-ヒドロキシカルボフラン | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 0.4 | 0.3 | 0.7 | 0.6 | 0.5 | 0.6 | 1 |
| 49 | キザロホップエチル | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.9 | 0.4 | 0.3 | 0.6 | 0.6 | 0.4 | 0.5 | 1 |
| 50 | キザロホップ-P-テアリル | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.8 | 0.9 | 0.0 | 0.0 | 0.2 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 1 |
| 51 | キンクロラク | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 0.7 | 0.7 | 0.6 | 0.7 | 0.8 | 0.8 | 0.7 | 0.8 | 2 |
| 52 | クレトジム(異性体1+2) | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1+2 |
| 53 | クレトジムスルホン(異性体1+2) | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 0.8 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1+2 |
| 54 | クロキントセツメキシル | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 0.2 | 0.1 | 0.4 | 0.4 | 0.2 | 0.3 | 1 |
| 55 | クロジナホップ酸 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.2 | 1.1 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 2 |
| 56 | クロジナホッププロバルギル | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | - | - | 0.0 | 0.0 | 0.0 | - | 1 |
| 57 | クロチアニジン | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 0.6 | 0.7 | 0.7 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.9 | 1 |
| 58 | クロフェンセツ | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.9 | 2 |
| 59 | クロフェンテジン | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 0.8 | 0.9 | 0.5 | 0.5 | 0.8 | 0.7 | 0.7 | 0.7 | 1 |
| 60 | クロリダゾン | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1 |

表3 試料マトリックスの影響(続き)

| No. | 分析対象化合物 | 面積比(マトリックスSTD/溶媒STD) | | | | | | | | | | | | | | | | 溶出 画分 |
|-------|-------------------|----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-----|-----|----------|
| | | 第1画分 | | | | | | | | 第2画分 | | | | | | | | |
| | | 牛筋肉 | | | | 牛肝臓 | | | | 牛筋肉 | | | | 牛肝臓 | | | | |
| Exp.1 | Exp.2 | Exp.3 | Exp.4 | Exp.1 | Exp.2 | Exp.3 | Exp.4 | Exp.1 | Exp.2 | Exp.3 | Exp.4 | Exp.1 | Exp.2 | Exp.3 | Exp.4 | | | |
| 61 | クロルスルフォン | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.8 | 2 |
| 62 | クロルフルアズロン | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.6 | 0.5 | 0.7 | 0.6 | 0.6 | 0.7 | 1 |
| 63 | クロロクソン | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.8 | 0.8 | 0.7 | 0.8 | 1 |
| 64 | ジウロン | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1 |
| 65 | シクラニド | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.2 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 2 |
| 66 | ジノセブ | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 2 |
| 67 | ジノテフラン | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 0.7 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.7 | 0.7 | 1 |
| 68 | ジノテルブ | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 2 |
| 69 | ジフルベンズロン | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.9 | 1 |
| 70 | シプロジニル | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1 |
| 71 | ジメチピン | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.8 | 0.7 | 0.5 | 0.6 | 0.9 | 0.8 | 0.9 | 1.1 | 1 |
| 72 | ジメエート | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1 |
| 73 | ジメトモルフ(E) | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1 |
| 74 | ジメトモルフ(Z) | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1 |
| 75 | シモキサニル | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 1 |
| 76 | シロマジン | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.4 | 0.6 | 0.6 | 0.7 | 0.8 | 0.8 | 0.6 | 0.7 | 1+2 |
| 77 | スピノシン A | 0.7 | 0.7 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.2 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 1 |
| 78 | スピノシン D | 0.7 | 0.6 | 0.8 | 0.9 | 0.7 | 0.8 | 0.9 | 0.8 | 0.8 | 0.7 | 0.8 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1 |
| 79 | スピロジクロフェン | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.5 | 0.5 | 0.1 | 0.0 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 1 |
| 80 | スピロシフェン | 0.8 | 0.7 | 0.8 | 0.8 | 1.1 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.7 | 0.9 | 0.1 | 0.1 | 0.2 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 1 |
| 81 | スルホスルフォン | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 2 |
| 82 | セトキシジム(異性体1+2) | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1+2 |
| 83 | チアクロプリド | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1 |
| 84 | チアベンダゾール | 1.1 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1 |
| 85 | S-ヒドロキシチアベンダゾール | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 0.7 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1+2 |
| 86 | チアメトキサム | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.1 | 0.9 | 0.9 | 0.7 | 0.7 | 0.8 | 0.9 | 0.7 | 0.7 | 1 |
| 87 | チジアズロン | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 2 |
| 88 | チフェニスルアロン | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.9 | 0.8 | 0.8 | 0.9 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 不明 |
| 89 | テトラコナゾール | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1 |
| 90 | テブチウジド | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1 |
| 91 | テブフェノジド | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1 |
| 92 | テブラロキシジム(異性体1+2) | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1+2 |
| 93 | DMP | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1 |
| 94 | OH-DMP | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 1.0 | 1.1 | 0.9 | 1.0 | 1 |
| 95 | テフルベンズロン | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.4 | 0.4 | 0.6 | 0.6 | 0.6 | 0.6 | 1 |
| 96 | トリアスルフォン | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 2 |
| 97 | トリクロビル | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 0.7 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 2 |
| 98 | トリクロルホン | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 0.9 | - | - | 0.0 | 0.0 | - | - | 1 |
| 99 | トリアルミゾール | 0.8 | 0.8 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.8 | 0.8 | 0.9 | 0.7 | 0.9 | - | - | 0.0 | 0.0 | - | 0.0 | 1 |
| 100 | トリアルミゾール代謝物 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1 |
| 101 | トリアルムロン | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.7 | 0.6 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 1 |
| 102 | トリアロキシスルアロンナトリウム塩 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 2 |
| 103 | トリベヌロンメチル | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.2 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 0.7 | 0.6 | 1.6 | 1.6 | 1.4 | 1.5 | 1.5 | 1.5 | 2 |
| 104 | トリホリン(異性体1+2) | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1 |
| 105 | ナフタロホス | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | - | - | 0.0 | 0.0 | - | - | 1 |
| 106 | ノバルロン | 0.8 | 0.8 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.7 | 0.6 | 0.8 | 0.8 | 0.7 | 0.8 | 1 |
| 107 | ノルフルラゾン | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1 |
| 108 | バルベンダゾール | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.9 | 1 |
| 109 | ハロキシホップ | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 2 |
| 110 | ハロスルアロンメチル | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 2 |
| 111 | ビクロラム | 0.9 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.7 | 0.7 | 0.8 | 0.8 | 0.5 | 0.5 | 0.3 | 0.4 | 0.3 | 0.3 | 0.2 | 0.3 | 2 |
| 112 | ピノキサデン | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.1 | 0.3 | 0.3 | - | - | 0.0 | 0.0 | - | - | 1 |
| 113 | ピメロジン | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 0.8 | 0.8 | 0.7 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.8 | 1+2 |
| 114 | ピリチオバックナトリウム塩 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 2 |
| 115 | ピリデート | 0.7 | 0.7 | 0.7 | 0.8 | 0.6 | 0.9 | 0.7 | 0.9 | 0.5 | 0.5 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | - | - | 不明 |
| 116 | ピリデートヒドロキシ体 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.2 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 1.2 | 1.1 | 1.2 | 2 |
| 117 | ピンドン | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.8 | 0.8 | 2 |
| 118 | フェノキサプロップエチル | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.9 | 0.1 | 0.0 | 0.3 | 0.2 | 0.1 | 0.2 | 1 |
| 119 | フェノキサプロップ | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 1.1 | 0.9 | 1.0 | 0.4 | 0.3 | 0.7 | 0.7 | 0.6 | 0.6 | 2 |
| 120 | CDHB | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1+2 |

表3 試料マトリックスの影響(続き)

| No. | 分析対象化合物 | 面積比(マトリックスSTD/溶媒STD) | | | | | | | | | | | | | | | | 溶出 画分 |
|-------|---|----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-----|-----|----------|
| | | 第1画分 | | | | | | | | 第2画分 | | | | | | | | |
| | | 牛筋肉 | | | | 牛肝臓 | | | | 牛筋肉 | | | | 牛肝臓 | | | | |
| Exp.1 | Exp.2 | Exp.3 | Exp.4 | Exp.1 | Exp.2 | Exp.3 | Exp.4 | Exp.1 | Exp.2 | Exp.3 | Exp.4 | Exp.1 | Exp.2 | Exp.3 | Exp.4 | | | |
| 121 | フェンアミドン | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1 |
| 122 | MPID | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1 |
| 123 | フェンピロキシメート(E) | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.7 | 0.7 | 0.7 | 0.7 | 0.6 | 0.6 | 0.6 | 0.6 | 1 |
| 124 | フェンピロキシメート(Z) | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.1 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.9 | 0.8 | 0.8 | 1 |
| 125 | フェンヘキサミド | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1+2 |
| 126 | フェンメチファム | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.0 | 0.0 | 0.1 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 1 |
| 127 | ブタフェナシル | 1.1 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.5 | 0.6 | 0.8 | 0.7 | 0.5 | 0.6 | 1 |
| 128 | プトロキシジム(異性体1+2) | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1+2 |
| 129 | フラチオカルブ | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.1 | 0.7 | 0.6 | 0.8 | 0.8 | 0.7 | 0.7 | 1 |
| 130 | プリミスルフロメチル | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.2 | 1.1 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 2 |
| 131 | フルアジホップ | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 2 |
| 132 | フルアジホップブチル | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.5 | 0.5 | 0.7 | 0.7 | 0.6 | 0.6 | 1 |
| 133 | フルアズロン | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.8 | 0.6 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 1 |
| 134 | フルトリアホル(異性体1+2) | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.2 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.8 | 1 |
| 135 | フルミオキサジン | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.7 | 0.7 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1 |
| 136 | フルミクロラックベンチル | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.9 | 1.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 1 |
| 137 | フルメツラム | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.7 | 0.7 | 2 |
| 138 | フルメリン | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.8 | 0.9 | - | - | 0.0 | 0.0 | - | - | 1 |
| 139 | フルロキシビル | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.1 | 0.8 | 0.8 | 0.7 | 0.8 | 0.8 | 0.9 | 0.8 | 0.8 | 2 |
| 140 | プロクロラズ | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.5 | 0.5 | 0.8 | 0.7 | 0.7 | 0.7 | 1 |
| 141 | 2,4,6-トリクロロフェノール | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.1 | 0.8 | 0.8 | 0.9 | 0.7 | 1.1 | 0.9 | 1.0 | 1.1 | 2 |
| 142 | プロスルフロ | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 2 |
| 143 | プロディファコウム | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.8 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.8 | 0.9 | 2 |
| 144 | プロバクロー | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 1 |
| 145 | プロボキシカルバゾン | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 2 |
| 146 | プロボキスル | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 1.1 | 0.9 | 0.8 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1 |
| 147 | プロマシル | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1 |
| 148 | プロモキシニル | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 0.9 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 2 |
| 149 | ヘキサジノン | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1 |
| 150 | ヘキシチアゾクス | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 1 |
| 151 | ベンスルフロメチル | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 2 |
| 152 | ベンダイオカルブ | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 0.0 | 0.0 | 0.2 | 0.2 | 0.1 | 0.2 | 1 |
| 153 | ベンタゾン | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.8 | 2 |
| 154 | ベンフラカルブ | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.4 | 0.8 | 0.4 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.7 | 0.8 | 1 |
| 155 | ホキシム | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.2 | 1.0 | 0.9 | 0.2 | 0.2 | 0.6 | 0.5 | 0.4 | 0.4 | 1 |
| 156 | ボスカリド | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1 |
| 157 | メオプロップ | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.1 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 2 |
| 158 | メソスルフロメチル | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 2 |
| 159 | チオジカルブ | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 1.2 | 1.0 | 1.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 1 |
| 160 | メタクリホス | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.1 | 1.2 | 1.0 | 1.0 | 1 |
| 161 | メタラキシル | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1 |
| 162 | メキシフェノジド | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1 |
| 163 | メスラム | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 2 |
| 164 | メスルフロメチル | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.8 | 0.7 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 2 |
| 165 | メトリブジン | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1 |
| 166 | メトリブジンDA | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 2 |
| 167 | メトリブジンDK | 1.1 | 0.8 | 1.0 | 1.1 | 0.9 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 6.4 | 2.2 | 1.3 | 1.2 | 1.2 | 1.2 | 1.0 | 1.0 | 1+2 |
| 168 | メトリブジンDADK | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1+2 |
| 169 | メビンホス(E) | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 0.8 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1 |
| 170 | メビンホス(Z) | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.1 | 1.0 | 1.2 | 1.2 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 1 |
| 171 | モノリニユロン | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1 |
| 172 | リニユロン | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.1 | 1 |
| 173 | ルフェスロン | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.1 | 1.0 | 0.8 | 0.9 | 0.5 | 0.5 | 0.7 | 0.7 | 0.6 | 0.6 | 1 |
| 174 | ワルファリン | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.1 | 1.1 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 2 |
| 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+2) | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.0 | 0.9 | 0.9 | 1 |
| 176 | 2,4,5-T | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.1 | 1.1 | 1.3 | 1.3 | 0.9 | 0.9 | 0.8 | 0.9 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 1.0 | 2 |
| 177 | カプタホル | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | 0.0 | 0.0 | - | - | 1 |
| 178 | エテホン | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 0.9 | 0.8 | 0.9 | 0.9 | 0.7 | 0.8 | 0.6 | 0.6 | 0.2 | 0.2 | 0.5 | 0.5 | 不明 |
| 179 | カルボスルファン | 0.6 | 0.5 | 0.9 | 0.9 | 0.7 | 0.9 | 0.7 | 0.9 | 0.2 | 0.5 | 0.7 | 0.7 | 0.6 | 0.6 | 0.6 | 0.6 | 1 |

--:溶媒STD不検出