

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)
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

(1) 畜水産食品中の残留農薬の実態把握

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

平成 18～20 年度の 3 年間で、東京(国立医薬品食品衛生研究所)及び愛知(愛知県衛生研究所)において、延べ 399 農薬(分析対象化合物として)を対象に、市販の牛肉、豚肉、羊肉、鶏肉、脂肪、肝臓、鶏卵、鵜卵、牛乳、蜂蜜及び魚介類(魚類、貝類、甲殻類)など合計 233 検体の畜水産食品中の残留農薬実態調査を行った。調査を実施した 233 検体のうち 88 検体から 50 種類、延べ 296 農薬が tr～44 ng/g(中央値= 2 ng/g)検出された。検出頻度の高い農薬は DDT 類[49 検体、tr～44 ng/g(中央値= 4 ng/g)]、BHC 類[17 検体、1～3 ng/g(中央値= 2 ng/g)]、インプロチオラン[13 検体、tr～9 ng/g(中央値= 3 ng/g)]、エンドスルファン類[13 検体、tr～6 ng/g(中央値= 4 ng/g)]及びオキサジアゾン[10 検体、tr～4 ng/g(中央値= 2 ng/g)]などであった。畜産食品と魚介類(魚類)については、DDT 類、BHC 類、エンドスルファン類、クロルデン類などが共通して検出された。魚介類(貝類)のうち、しじみからは殺虫剤や殺菌剤など約 30 種類の農薬が検出され、1 検体から 10 種類以上の多数の農薬が検出された検体も見られた。しじみから検出された農薬は、周辺地域での農薬の使用実態が反映されているものと推測された。畜水産食品から検出された農薬は、主に環境中あるいは飼料を経由した生物濃縮により蓄積されたものと考えられる。しかし、しじみのように周辺環境の影響を受け、多種類の農薬が検出される食品もあるため、畜水産食品中の農薬の残留実態把握のために、更に継続的な調査とデータの蓄積が必要と思われる。

研究協力者

上野英二 愛知県衛生研究所衛生化学部医薬食品研究室 主任研究員

A. 研究目的

食品に残留する農薬等に関するポジティブリスト制度の導入により、農産物と同様に畜水産食品に対しても約 300 農薬の基準値が設定された。ポジティブリスト制度の導入以前は、限られた農薬に暫定的に基準値が設定されているのみであったため、畜水産食品中の残留農薬については調査実績も少なく、実態の概要を把握するには至っていない。食の安全を確保するためには、畜水産食品についても残留農薬のより適切なリスク管理を行う必要があり、そのためには畜水産食品中の残留農薬の実態を把握することが必須である。そこで、畜水産食品中の残留農薬の実態を把握することを目的として、厚生労働省よ

り通知された GC/MS による一斉分析法を基本の分析法として、牛、豚、鶏の筋肉、脂肪、肝臓、鶏卵、牛乳、蜂蜜及び魚介類等の市販の畜水産食品中の残留農薬の実態調査を平成 18 年度から 3 年次に分けて東京(国立医薬品食品衛生研究所)及び愛知(愛知県衛生研究所)の 2 地域で実施した。平成 18 年度は東京と愛知において、平成 19 年度及び 20 年度は愛知においてそれぞれ実施した。本研究は愛知県衛生研究所衛生化学部医薬食品研究室 上野英二主任研究員の協力により実施した。

B. 研究方法

1. 試料

試料は、東京都または愛知県内の小売店で購入した市販の畜水産食品を使用した。表 1 に実態調査を行った食品の一覧を示した。

2. 分析方法

厚生労働省より通知された GC/MS による一斉分析法を基本の分析法として一部変更した方法を用いて、国立医薬品食品衛生研究所では GC-MS (EI) を用いて、愛知県衛生研究所では GC-MS (EI)、GC-MS (NCI)、デュアルカラム GC-NPD/FPD、デュアルカラム GC- μ ECD 及び LC-MS/MS を用いて測定した。分析対象農薬を担当機関及び実施年度ごとにまとめて表 2 に示した。

C. 研究結果及び考察

表 1 に実態調査を行った食品の一覧を示したが、平成 18 年度は東京及び愛知でそれぞれ 51 検体及び 60 検体、平成 19 年度及び平成 20 年度は愛知でそれぞれ 60 検体及び 62 検体、3 年間の合計で 233 検体の畜水産食品について残留農薬実態調査を行った。また、分析対象農薬を表 2 に示したが、平成 18 年度は東京及び愛知でそれぞれ 275 農薬(分析対象化合物として)及び 208 農薬、平成 19 年度及び平成 20 年度は愛知で 282 農薬及び 302 農薬について調査を実施した。各農薬の検出限界 (LOD、S/N=3) 及び定量限界 (LOQ、S/N=10) を求め、LOD 未満を不検出とし、LOD 以上 LOQ 未満を痕跡量 (tr) とした。

残留農薬実態調査を実施した 233 検体のうち 88 検体からいずれかの農薬が検出された(表 1)。また、表 3 に平成 18~20 年度に東京及び愛知で実施した畜水産食品中の残留農薬実態調査結果をまとめて示したが、全体で 50 種類(分析対象化合物として)、延べ 296 農薬が、tr~44 ng/g(中央値= 2 ng/g) 検出された。検出頻度の高い農薬は DDT 類[49 検体、tr~44 ng/g(中央値= 4 ng/g)]で、かじきなどの大型魚や内湾産のぼら、このしろから比較的高濃度に検出された。DDT 類のうち最も検出頻度が高かったのは *p,p'*-DDT の代謝物である *p,p'*-DDE[42 検体、tr~24 ng/g(中央値= 3 ng/g)]であった。次いで、BHC 類[17 検体、1~3 ng/g(中央値= 2 ng/g)]が牛肉、鶏肉、魚介類(魚)等から検出された。検出された BHC 類は大部分が γ -BHC[16 検体、1~2 ng/g(中央値= 1 ng/g)]であった。このほか、イソプロチオラン[13 検体、tr~9 ng/g(中央値= 3 ng/g)]、エンドスルファン類[13

検体、tr~6 ng/g(中央値= 4 ng/g)]、オキサジアゾン[10 検体、tr~4 ng/g(中央値= 2 ng/g)]の順に検出頻度が高かった。

畜産食品と魚類については、

DDT 類、BHC 類、エンドスルファン類、クロルデン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。一方、しじみからは、殺虫剤や殺菌剤などの農薬が約 30 種類(tr~14 ng/g) 検出され、1 検体から 10 種類以上の多数の農薬が検出された検体も見られた。しじみは、河口付近の淡水と海水の混ざった汽水域の砂泥地に生息し、農薬等が拡散する前に取り込まれるため、比較的生物濃縮されにくい農薬等も蓄積されやすいものと推測された。しじみから検出された農薬は、環境を經由して蓄積されたものと考えられることから、周辺地域での農薬の使用実態が反映されているものと推測される。

D. 結論

平成 18~20 年度の 3 年間で延べ 399 農薬(分析対象化合物として)について、合計 233 検体の畜水産食品中の残留農薬実態調査を行った。その結果、畜水産食品のうち畜産食品と魚介類(魚類)については、DDT 類、BHC 類、エンドスルファン類、クロルデン類などが共通して検出された。一方、しじみから検出された農薬は、周辺地域での農薬の使用実態が反映されているものと推測された。

畜水産食品から検出された農薬は、主に環境中あるいは飼料を經由した生物濃縮により蓄積されたものと考えられる。しかし、しじみのように周辺環境の影響を受け、多種類の農薬が検出される食品もあるため、畜水産食品中の農薬の残留実態把握のために、更に継続的な調査とデータの蓄積が必要と思われる。

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) 多成分分析法による畜水産食品中の農薬残留実態調査 NCIモード GC/MS および GC- μ ECD による分析: 上野英二、椛島由佳、大島晴美、大野 勉
日本食品衛生学会第 94 回学術講演会、2007.10.27
静岡

2) 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

3) 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

4) 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.

5) マイクロ電子捕獲型検出器付ガスクロマトグラフィーによる食品中の多成分残留農薬分析法の検討: 上野英二、椛島由佳、大島晴美、大野 勉
愛知県衛生研究所報, 58: 19-27, 2008

H. 知的財産権の出願・登録状況

なし

表1 実態調査実施状況

食 品		検出数/検体数										
		国 産				輸 入				国産	輸入	計
		東京	愛知			東京	愛知					
		H18	H18	H19	H20	H18	H18	H19	H20			
筋肉	牛		7/13	0/6	2/4	3/3	1/5	0/2	2/4	9/23	6/14	15/37
	豚	3/5	4/5	4/5	0/10	0/1	1/2		1/7	11/25	2/10	13/35
	鶏	2/3	0/2	2/2	0/1				1/1	4/8	1/1	5/9
	羊								1 1		1/1	1/1
脂肪	牛		0/1			1/1				0/1	1/1	1/2
	豚	2/2								2/2		2/2
	鶏	1/1								1/1		1/1
肝臓	牛		0/1			2/3				0/1	2/3	2/4
	豚	1/3	0/1							1/4		1/4
	鶏	0/2		1/1						1/3		1/3
内臓	豚(舌)		0/1							0/1		0/1
	豚(心臓)		0/1							0/1		0/1
	鶏(心臓)			0/1						0/1		0/1
卵	鶏	0/8	0/1	0/5	0/4					0/18		0/18
	鶉			0/2	0/2					0/4		0/4
牛乳		0/8	3/14	2/6	0/4					5/32		5/32
蜂蜜						0/7					0/7	0/7
魚介類	魚類	1/2	4/5	11/14	5/5	0/2	1/2	4/7	1/5	21/26	6/16	27/42
	貝類		0/2	5/6	4/8		2/2		2/2	9/16	4/4	13/20
	甲殻類						0/2	0/3	1/4		1/9	1/9
計		10/34	18/47	25/48	11/38	6/17	5/13	4/12	9/24	64/167	24/66	88/233

表2 分析対象農薬

No.	農薬名	実施地域及び年度			
		東京 H18	愛知 H18	愛知 H19	愛知 H20
1	1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4-エチルフェニル)エタン	○			
2	2,6-ジイソプロピルナフタレン	○			
3	<i>o,p'</i> -DDD		○	○	○
4	<i>p,p'</i> -DDD	○	○	○	○
5	<i>p,p'</i> -DDE	○	○	○	○
6	<i>o,p'</i> -DDT	○	○	○	○
7	<i>p,p'</i> -DDT	○	○	○	○
8	EPN	○	○	○	○
9	EPTC	○	○	○	○
10	HCB(ヘキサクロロベンゼン)	○	○	○	○
11	α -BHC	○	○	○	○
12	β -BHC	○	○	○	○
13	γ -BHC(リンデン)	○	○	○	○
14	δ -BHC	○	○	○	○
15	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	○			
16	XMC		○	○	○
17	アクリナトリン	○	○	○	○
18	アザメチホス	○			
19	アジンホスエチル	○	○	○	○
20	アジンホスメチル	○	○	○	○
21	アセタミプリド	○		○	○
22	アセトクロル			○	○
23	アセフェート	○		○	○
24	アゾキシストロビン	○	○	○	○
25	アミノカルブ			○	○
26	アトラジン	○			
27	アミトラス	○			
28	アミトラス代謝物	○			
29	アメリン	○			
30	アラクロール	○	○	○	○
31	アラマイト	○			
32	アルジカルブ	○	○	○	○
33	アルジカルブスルホキシド			○	○
34	アルジカルブスルホン(アルドキシカルブ)	○		○	○
35	アルドリン	○	○	○	○
36	デルドリン	○	○	○	○
37	アレスリン	○			
38	ピオアレスリン	○			
39	イソキサチオン	○	○	○	○
40	イソフェンホス	○	○	○	○
41	イソフェンホスオキソン	○	○	○	○
42	イソプロカルブ	○	○	○	○
43	イソプロチオラン	○	○	○	○
44	イプロジオン	○	○	○	○
45	イプロジオン代謝物	○		○	○
46	イプロベンホス		○	○	○
47	イマザリル	○	○	○	○
48	イミダクロプリド			○	○
49	イミベコナゾール	○		○	○
50	2,4-ジクロロアニリン	○			
51	イミベコナゾール脱ベンジル体	○			
52	インドキサカルブ			○	○
53	ウニコナゾール		○	○	
54	ウニコナゾールP			○	
55	エスプロカルブ	○	○	○	○
56	エチオフェンカルブ	○	○	○	○
57	エチオフェンカルブスルホキシド			○	○
58	エチオフェンカルブスルホン			○	○
59	エチオン	○	○	○	○
60	エディフェンホス	○	○	○	○
61	エトキサゾール	○	○	○	○
62	エトフェンブロックス	○	○	○	○
63	エトメセート	○			
64	エトプロホス	○	○	○	○
65	エトリジアゾール	○	○	○	○
66	エトリムホス	○	○	○	○
67	エボキシコナゾール	○			
68	α -エンドスルファン	○	○	○	○
69	β -エンドスルファン	○	○	○	○
70	エンドスルファンスルフェート	○	○	○	○
71	エンドリン	○	○	○	○
72	オキサジアゾン	○	○	○	○
73	オキサベトリニル	○			
74	オキシフルオルフェン	○			
75	オキサジキシル		○	○	○
76	オキサミル		○	○	○
77	オメトエート	○		○	○
78	オルトフェニルフェノール	○			
79	カズサホス	○	○	○	○
80	カフェンストール		○	○	○
81	カブタホール		○	○	○
82	カルバリル	○	○	○	○
83	カルフェントラゾンエチル	○			
84	カルボキシシ	○			
85	カルボスルファン	○			
86	カルプロバミド			○	○
87	カルベンダジム			○	○
88	カルボフェノチオン		○	○	○
89	カルボフラン	○	○	○	○
90	キシリルカルブ		○	○	○
91	キナルホス	○	○	○	○
92	キノメチオネート		○	○	○
93	キャブタン		○	○	○
94	キノキシフェン	○			
95	キントゼン	○	○	○	○
96	クマホス	○	○	○	○
97	クミルロン			○	○
98	クレンキシムメチル	○	○	○	○
99	クルタルジメチル	○			
100	クロチアニジン				○
101	クロフェンテジン			○	○
102	クロマフェノジド			○	○
103	クルタルジメチル		○	○	○
104	<i>trans</i> -クルルデン	○	○	○	○
105	<i>cis</i> -クルルデン	○	○	○	○
106	<i>trans</i> -ノナクロル		○	○	○
107	<i>cis</i> -ノナクロル		○	○	○
108	オキシクルルデン	○	○	○	○
109	クルロニトロフェン		○	○	○
110	クルロピリホス	○	○	○	○
111	クルロピリホスメチル	○	○	○	○
112	クルロフェナピル	○	○	○	○
113	クルロフェンソン	○			
114	(E)-クルロフェンペンホス	○	○	○	○
115	(Z)-クルロフェンペンホス	○			
116	クルロフルアズロン			○	○
117	クルロプロファミ	○			
118	クルロプロファミ	○	○	○	○
119	クルロタロニル		○	○	○
120	クルロベンシド	○			
121	クロロネブ	○			
122	クロロベンジレート	○	○	○	○
123	シアナジン		○	○	○
124	シアノフェンホス		○	○	○
125	シアノホス	○	○	○	○
126	ジアリホス		○	○	○
127	ジエトフェンカルブ	○	○	○	○
128	ジオキサベンゾホス(サリチオン)	○	○	○	○
129	ジクロシメット			○	○
130	ジクロフェンチオン		○	○	○
131	ジクロフルアニド	○	○	○	○
132	ジクロホップメチル	○			
133	シクロプロトリン				○
134	ジクロラン	○	○	○	○

表2 分析対象農薬(続き)

No.	農薬名	実施地域及び年度				No.	農薬名	実施地域及び年度			
		東京 H18	愛知 H18	愛知 H19	愛知 H20			東京 H18	愛知 H18	愛知 H19	愛知 H20
135	ジクロロボス	○	○	○	○	202	テルブホススルホキシド			○	○
136	ジコホール	○	○	○	○	203	テルブホススルホン			○	○
137	ジスルホトン	○			○	204	トリアジメノール	○	○	○	○
138	ジスルホトンスルホキシド ¹⁾				○	205	トリアジメホン	○	○	○	○
139	ジスルホトンスルホン	○			○	206	トリアジン		○	○	○
140	ジスルホトンオキソン(デメトン-S)				○	207	トリアゾホス	○	○	○	○
141	シハロリン	○	○	○	○	208	トリクラミド		○	○	○
142	シハロホップブチル		○	○	○	209	トリクロロホン		○	○	○
143	ジフェニル	○				210	トリアレート	○			
144	ジフェニルアミン	○				211	トリシクラゾール	○	○	○	○
145	ジフェノナゾール	○	○	○	○	212	トリコナゾール	○			
146	ジブチルサクシネート	○				213	トリブホス	○			
147	シフルトリン	○	○	○	○	214	トリフルミノール	○		○	○
148	ジフルフェニカン	○	○	○	○	215	トリフルミノール代謝物	○		○	○
149	ジフルベンズロン			○	○	216	トリフルラリン	○	○	○	○
150	シプロコナゾール	○	○	○	○	217	トリフロキシストロピン	○		○	○
151	シプロジニル			○	○	218	トリホリン			○	○
152	シペルメトリン	○	○	○	○	219	トルクロホスメチル	○	○	○	○
153	シマジシ	○				220	トルフェンピラド		○	○	○
154	ジメチピン	○				221	ナレド			○	○
155	ジメタメリン		○	○	○	222	ニテンピラム			○	○
156	ジメチルピンホス	○	○	○	○	223	ニトラピリン	○			
157	ジメテナミド		○	○	○	224	ノバルロン			○	○
158	ジメトエート	○	○	○	○	225	ノルフルラゾン	○			
159	ジメトモルフ			○	○	226	バーバン	○			
160	シメトリン				○	227	バクプロトラゾール	○	○	○	○
161	シモキシニル			○	○	228	バミドチオン	○		○	○
162	シラフルオフェン	○	○	○	○	229	バミドチオンスルホキシド			○	○
163	スピノシンA			○	○	230	バミドチオンスルホン			○	○
164	スピノシンD			○	○	231	バラチオン	○	○	○	○
165	スルプロホス		○	○	○	232	バラチオンメチル	○	○	○	○
166	スルプロホススルホキシド		○	○	○	233	ハルフェンプロックス	○	○	○	○
167	スルホテップ		○	○	○	234	ビオレステトリン	○			
168	スピロキサミン	○				235	ピリナフェン	○			
169	スピロジクロフェン	○				236	ピタルグノール	○	○	○	○
170	スピロメフェン	○				237	ピフェナゼート			○	○
171	ターバシル		○	○	○	238	ピフェノックス			○	○
172	ダイアジノン	○	○	○	○	239	ピフェントリン	○	○	○	○
173	ダイアレート	○				240	ピベロホス		○	○	○
174	チアクロプリド	○		○	○	241	ピラクロホス		○	○	○
175	チアクロプリド アミド			○	○	242	ピラノキシフェン		○	○	○
176	チアベンダゾール	○		○	○	243	ピペロニルプロトキシド	○			
177	チアメキサム			○	○	244	ピラクロストロピン(分解物)	○			
178	チオシクラム			○	○	245	ピラクロホス	○			
179	チオファネートメチル			○	○	246	ピラゾホス	○	○	○	○
180	チオベンカルブ	○	○	○	○	247	ピリダフェンチオン	○	○	○	○
181	チオメトン	○	○	○	○	248	ピリダベン	○	○	○	○
182	チフルザミド		○	○	○	249	ピリダリル			○	○
183	テクナゼン	○				250	(E)-ピリフェノックス	○		○	○
184	テトラクロロピンホス	○	○	○	○	251	(Z)-ピリフェノックス	○			
185	テトラコナゾール	○	○	○	○	252	ピリプチカルブ		○	○	○
186	テトラジホン		○	○	○	253	ピリプロキシフェン	○	○	○	○
187	テトラメトリン			○	○	254	ピリミカープ	○		○	○
188	テニクロール	○	○	○	○	255	ピリミジフェン	○		○	○
189	テブコナゾール	○	○	○	○	256	ピリミノバクメチル		○	○	○
190	テブフェノジド			○	○	257	ピリミホスメチル	○	○	○	○
191	テブチウロン(分解物)	○				258	ピリメタニル	○		○	○
192	テブフェンピラド	○	○	○	○	259	シネリン I	○			
193	テフルトリン	○	○	○	○	260	シネリン II	○			
194	テフルベンズロン			○	○	261	ジキスモリン I	○			
195	デメトン-S-メチル			○	○	262	ジキスモリン II	○			
196	デメトン-S-メチルスルホキシド ²⁾			○	○	263	ピレトリン I	○			
197	デメトン-S-メチルスルホン			○	○	264	ピレトリン II	○			
198	デルタメトリン	○	○	○	○	265	ピロキロン		○	○	○
199	トラロメトリン	○	○	○	○	266	ピンクゾリン	○	○	○	○
200	テルブトリン	○				267	ファミフール	○			
201	テルブホス	○	○	○	○	268	ファミキサドン	○		○	○

表2 分析対象農薬(続き)

No.	農薬名	実施地域及び年度				No.	農薬名	実施地域及び年度			
		東京	愛知	愛知	愛知			東京	愛知	愛知	愛知
		H18	H18	H19	H20			H18	H18	H19	H20
269	フィプロニル	○				335	プロメカルブ		○	○	○
270	フェナミホス	○		○	○	336	プロマトリン	○			
271	フェナミホス スルホキシド			○	○	337	プロモプロピレート	○	○	○	○
272	フェナミホス スルホン			○	○	338	プロモホスエチル	○	○	○	○
273	フェナリモル	○	○	○	○	339	プロモホスメチル		○	○	○
274	フェニトロチオン	○	○	○	○	340	ヘキサコナゾール		○	○	○
275	フェノキサプロップエチル	○				341	ヘキサジノン	○			
276	フェトリン	○				342	ヘキサフルムロン			○	○
277	フェノキシカルブ		○	○	○	343	ペナラキシル	○			○
278	フェノチオカルブ		○	○	○	344	ペノミル			○	○
279	フェノプロカルブ	○	○	○	○	345	ヘプタクロル	○	○	○	○
280	フェリムゾン		○	○	○	346	ヘプタクロルエポキシド	○	○	○	○
281	フェンアミド	○				347	ペルマトリン	○	○	○	○
282	フェンクロルホス	○				348	ペンコナゾール	○	○	○	○
283	フェンスルホチオン	○	○	○	○	349	ペンタクロン			○	○
284	フェンチオン	○	○	○	○	350	ペンシルフロシメチル				○
285	フェントエート	○	○	○	○	351	ペンダイオカルブ	○	○	○	○
286	フェンバレレート	○	○	○	○	352	ペンタクロロフェノール	○	○	○	○
287	フェンピロキシメート			○	○	353	ペンディメタリン	○	○	○	○
288	エスフェンバレレート	○				354	ペンフラカルブ	○			
289	フェンプロナゾール	○				355	ペンフルラリン	○			
290	フェンプロナゾールラクトン体A	○				356	ペンフレセート	○			○
291	フェンプロナゾールラクトン体B	○				357	ホキシム			○	○
292	フェンプロバトリン	○	○	○	○	358	ホザロン	○	○	○	○
293	フサライド		○	○	○	359	ボスカリド	○	○	○	○
294	フェンプロピモルブ	○				360	ホスチアゼート	○	○	○	○
295	ブタミホス	○	○	○	○	361	ホスファミド		○	○	○
296	ブチレート	○	○	○	○	362	(E)-ホスファミド	○			
297	ブフェンカルブ		○	○	○	363	(Z)-ホスファミド	○			
298	ブプロフェジシ	○	○	○	○	364	ホスメット	○	○	○	○
299	ブラメピル		○	○	○	365	ホルクロルフェニエロン			○	○
300	フルアジナム			○	○	366	ホルバット		○	○	○
301	フルアジホップキブチル				○	367	ホルモチオン		○	○	○
302	ブラチオカルブ	○				368	ホレート	○	○	○	○
303	ブラムプロップメチル	○				369	ホレートスルホキシド				○
304	フルキシコナゾール	○				370	ホレートスルホン				○
305	フルジオキシニル	○	○	○	○	371	マイルレックス		○	○	○
306	フルシトリネート	○	○	○	○	372	マラオキジン	○			
307	フルシタゾール	○	○	○	○	373	マラチオン	○	○	○	○
308	フルトラニル	○	○	○	○	374	ミクロプロタニル	○	○	○	○
309	フルトリアホル	○				375	メカルバム		○	○	○
310	フルバリネート	○	○	○	○	376	メゾミル			○	○
311	フルフェナセツ	○				377	メタクリホス	○			
312	フルフェノクスロン			○	○	378	メタミドホス	○		○	○
313	フルミオキサジシ	○				379	メフェノキサム	○			
314	フルミクロラックベンチル	○				380	メトラキシル	○	○	○	○
315	フルマトリン	○				381	メチオカルブ	○	○	○	○
316	フルリド	○				382	メチダチオン	○	○	○	○
317	ブレチラクロール	○	○	○	○	383	メキシシクロール	○	○	○	○
318	ブクロラズ	○				384	メトレン	○			
319	プロシミド	○	○	○	○	385	メミノストロピン			○	○
320	プロチオホス	○	○	○	○	386	メトラクロール	○	○	○	○
321	プロバキサホップ	○				387	S-メトラクロール	○			
322	プロバクロー	○				388	メトリブジン	○		○	○
323	プロバニル	○	○	○	○	389	メバニピリム				○
324	プロバホス		○	○	○	390	メピンホス	○	○	○	○
325	プロバモカルブ	○	○	○	○	391	メフェナセツ	○	○	○	○
326	プロバルギット	○	○	○	○	392	メフェンビルジエチル	○			
327	プロビコナゾール	○	○	○	○	393	メプロニル	○	○	○	○
328	プロビザミド	○	○	○	○	394	モノクロトホス	○		○	○
329	プロファム	○				395	リニューロン		○	○	○
330	プロフェノホス	○	○	○	○	396	ルフェニエロン			○	○
331	プロベナゾール		○	○	○	397	レスマトリン	○			
332	プロベタンホス	○				398	レナシル	○	○	○	○
333	プロボキシル	○	○	○	○	399	レプトホス		○	○	○
334	プロマシル	○					合計	275	208	282	302

*1 オキシジスルホトン, *2 オキシデメトンメチル

表3 畜水産食品中残留農薬実態調査結果(平成18~20年度)

農薬名	検出数			検出値 (ng/g)					主な食品
	国産	輸入	合計	最小値	25%値	中央値	75%値	最大値	
DDT類	36	13	49	tr	2	4	6	44	
<i>p,p'</i> -DDE	32	10	42	tr	1	3	5	24	魚介類(魚類: さけ、このしろ、まぐろ、かじき、ぼら)、 牛肉、豚肉、魚介類(貝類: しじみ、ほたて、あさり)、 鶏肉、牛(肝臓)、豚(脂肪)
<i>p,p'</i> -DDT	23	7	30	tr	1	1	4	8	
<i>p,p'</i> -DDD	13	5	18	tr	1	1	3	7	
<i>o,p'</i> -DDT	3	2	5	tr	2	2	4	6	
<i>o,p'</i> -DDD	1	1	2	1	1	2	2	2	
BHC類	12	5	17	1	1	2	2	3	
γ-BHC	12	4	16	1	1	1	2	2	
δ-BHC	2	1	3	1	1	1	1	2	
β-BHC	1	1	2	1	1	1	1	1	
α-BHC	0	1	1	2	2	2	2	2	
インプロチオラン	11	2	13	tr	1	3	7	9	魚介類(貝類: しじみ)、牛肉
エンドスルファン類	8	5	13	tr	4	4	6	6	魚介類(魚類: さけ、あゆ)、牛乳、牛肉、 魚介類(貝類: しじみ)
エンドスルファンスルフェート	8	5	13	tr	4	4	4	4	
α-エンドスルファン	1	5	6	tr	2	2	2	2	
β-エンドスルファン	1	4	5	tr	tr	tr	tr	tr	
オキサジアゾン	7	3	10	tr	2	2	4	4	魚介類(貝類: しじみ、はまぐり)
エトフェンプロックス	8	0	8	tr	2	3	3	5	魚介類(貝類: しじみ)、魚介類(魚類: このしろ)
ジフェニルアミン	6	2	8	tr	4	5	6	7	豚肉
ダイアジノン	7	1	8	1	3	5	9	14	魚介類(貝類: しじみ)
フルフェノクスロン	7	0	7	tr	1	1	1	1	魚介類(貝類: しじみ)、魚介類(魚類: このしろ)
プロチオホス	7	0	7	1	1	2	3	6	魚介類(貝類: しじみ)
クロルデン類	6	0	6	2	3	3	4	5	魚介類(魚類: このしろ、ぼら)、牛肉、豚肉
<i>cis</i> -クロルデン	6	0	6	1	2	2	2	2	
<i>trans</i> -ノナクロル	6	0	6	1	1	2	2	2	
<i>cis</i> -ノナクロル	5	0	5	tr	1	1	1	1	
<i>trans</i> -クロルデン	3	0	3	tr	tr	tr	tr	tr	
フルトラニル	6	0	6	tr	1	2	2	2	魚介類(貝類: しじみ)
ピロキロン	6	0	6	tr	2	2	2	2	魚介類(貝類: しじみ)
イソキサチオン	5	0	5	tr	tr	tr	tr	tr	魚介類(貝類: しじみ)
イプロベンホス	5	0	5	tr	1	1	1	1	魚介類(貝類: しじみ)
クロルフェナピル	5	0	5	tr	tr	tr	tr	tr	魚介類(貝類: しじみ)
フェニトロチオン	5	0	5	tr	1	1	1	1	魚介類(貝類: しじみ)
その他(21化合物)	34	6	40	tr	1	2	3	8	魚介類(貝類: しじみ)、牛肉、豚肉
合計 50農薬	236	60	296	tr	1	2	4	44	

tr: trace (LOD ≤ tr < LOQ).

II. 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

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、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を生じることから、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)添加については、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砕物あるいはポリトロン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

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、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. 添加回収試験用混合標準溶液

標準品の濃度が 1 mg/L になるようにメタノールで用時調製した。また、測定感度が低かった農薬は適宜濃度を変更した。検討対象農薬を表 1 に示した。

2. 装置及び条件

LC-MS/MS 装置は、検討対象食品により下記の装置を用いた。LC 条件は同じ条件を用い、MS 条件は各装置に最適な条件を用いた。

①鶏卵及び牛乳での検討

LC: Prominence シリーズ(島津製作所製)

MS: API4000 Q TRAP (Applied Biosystems 社製)

②牛筋肉及び牛肝臓での検討

LC: Alliance 2695 (Waters 社製)

MS: 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

3. 試験溶液調製法

3-1. 抽出

検体 10.0 g を採り、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、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。

3-2. 精製

3-1. 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°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。

4. 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。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 (脂肪の場合は 0.5 mL) を加えて溶解して調製した。

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 Exp.1~Exp.4 の添加回収試験を実施した。操作①~④は、B. 研究方法 3-1. 抽出の項に示した。

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

用いた PSA カラムからの溶出条件では、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。クレトジムなど 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等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。そのため、両画分に溶出される農薬については、基準値への適合を判定する目的で本法を適用することは適当でないと考えられる。チフェンスルフロン、ピリデート及びエテホンについては、用いた条件では PSA カラムから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 には PSA 精製の第 1 画分のブランク試料の試験溶液でマトリックス STD を調製した時の結果を、表 4 には PSA 精製の第 2 画分のブランク試料の試験溶液でマトリックス STD を調製した時の結果を示した。

用いた溶出条件では、脂肪酸等は PSA カラムに保持され第 1 画分に溶出される試料マトリックスは比較的少ないのに対して、第 2 画分へは PSA カラムに保持されていた試料マトリックスの多くが溶出される。そのため、第 1 画分に溶出する農薬では、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のに対し、第 2 画分に溶出する農薬では、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。

また、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。しかし、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、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った。

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 の結果を比較した。実験 Exp.1～Exp.4 の添加回収試験の結果は、表 5 (第 1 画分の結果)及び表 6(第 2 画分の結果)に、分析対象化合物が溶出する画分ごとにまとめて示した。

鶏卵、牛乳、牛筋肉及び牛肝臓を用いた検討では、いずれも Exp.1 及び Exp.2 で回収率に特に差は認められなかった。ホモジナイズ抽出にポリトロンのような高速ホモジナイザーを使用した場合には、セライトの粉砕物あるいはポリトロンの刃の研磨物により、抽出液が灰色となった。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、むしろポリト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った。そのため、Exp.3 及び Exp.4 は、ホモジナイズ抽出時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った Exp.4 における pH を比較したところ、鶏卵では pH 8.6～8.7、牛乳では pH 4.7～5.0、牛筋肉では pH 4.5～4.8 及び牛肝臓では pH 5.0 であり大きな差は見られなかった。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った。抽出時の pH を酸性に保つためにはより高濃度の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 5 及び表 6)を比較した。

鶏卵、牛乳、牛筋肉及び牛肝臓いずれの食品においても、用いた条件では一部の農薬を除き農薬の回収率に対する塩酸添加の影響は特に見られなかった。

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、イマザピックや 2,4-D などのカルボキシル基を有する酸性農薬についても、塩酸添加の効果は見られなかった。この原因としては、用いた条件では塩酸濃度が不十分のため、塩酸を添加しても抽出時の 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る。

キザロホップエチルなど一部の農薬では、牛肝臓で低回収率となったが、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、今回用いた塩酸添加条件では、いずれも回収率の改善は認められず、酵素失活を目的とした場合についても、より高濃度の酸を用いて検討する必要があると思われる。

以上の結果から、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 5 及び表 6)を比較した。

4-クロルフェノキシ酢酸やイマザピックなどカルボキシル基を有する酸性農薬などの一部の農薬で、塩酸添加による回収率の改善がみられた。改善の程度は、牛乳、牛筋肉及び牛肝臓に比較して鶏卵で大きい傾向が見られた。塩析後の水層の pH を Exp.4 と Exp.3 とで比較すると、牛乳、牛筋肉及び牛肝臓では、それぞれ pH 5.0→4.0、pH 4.8→4.0 及び pH 5.0→3.6 と pH が 0.8~1.4 低下したのに対して、鶏卵では pH 8.7→5.4 と pH が 3.3 低下し、他の食品より pH の低下が大きかった。加えて、牛乳、牛筋肉及び牛肝臓の場合は、塩酸無添加でも塩析後の水層は弱酸性であったのに対して、鶏卵の場合は弱塩基性であったため検討した他の食品よりも酸性農薬が有機層に移行しにくい条件であった。そのため、鶏卵では塩酸添加の効果が他の食品よりも大きく現れたものと思われる。

以上の検討から、塩析による水層分離の際に水層を酸性にすることは、酸性農薬の回収率を改善するためには有効と思われるが、その効果は食品の pH に依存するため、食品の種類によらず安定した結果を得るためには適切な酸濃度を検討する必要がある。

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クスも溶出される。そのため、食品マトリ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) ホモジナイズ抽出時のセライト添加については、回収率に対する影響や操作性の向上などはみられなかったことから、抽出時にセライトを添加する必要性は認められなかった。むしろ、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、セライトの粉碎物あるいはポリロンの刃の研磨物が生成し、ポリロンの刃も損傷することから、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る。
- 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る。

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	クロルスルフロ
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	シクラニド	シクラニド
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	アゾキシストロビン	アゾキシストロビン	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	ジメエート	ジメエート
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	73	ジメモルフ(E)	ジメモルフ
17	アルジカルブ	アルジカルブ	74	ジメモルフ(Z)	ジメモルフ
18	アルドキシカルブ	アルドキシカルブ	75	シモキサニル	シモキサニル
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	76	シロマジン	シロマジン
20	イソキサフルトール	イソキサフルトール	77	スピノシン A	スピノサド
21	イプロジオン	イプロジオン	78	スピノシン D	
22	N-(3,5-ジクロロフェニル)-3-イソプロピル-2,4-ジオキシイミダゾリジン-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	79	スピロジクロフェン	スピロジクロフェン
24	イマザビル	イマザビル	80	スピロメシフェン	スピロメシフェン
25	イマザモックス	イマザモックスアンモニウム塩	81	スルホスルフロ	スルホスルフロ
26	イマゼタビル	イマゼタビルアンモニウム塩	82	セトキシジム(異性体1)	セトキシジム
27	イミダクロプリド	イミダクロプリド	83	セトキシジム(異性体2)	
28	インドキサカルブ	インドキサカルブ	84	チアクロプリド	チアクロプリド
29	エタメツルフロメチル	エタメツルフロメチル	85	チアベンダゾール	チアベンダゾール
30	エトキシキン	エトキシキン	86	チアメキサム	チアメキサム
31	エトキシスルフロ	エトキシスルフロ	87	チジアズロン	チジアズロン
32	エマメクチン安息香酸塩B1a	エマメクチン安息香酸塩	88	チフェンスルフロ	チフェンスルフロ
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	89	テトラコナゾール
42	オキシデメトメチル	オキシデメトメチル	90	テブチウロン	テブチウロン
43	オメエート	オメエート	91	テブフェノジド	テブフェノジド
44	カルバリル	カルバリル	92	テバラキシジム(異性体1)	テバラキシジム
45	カルベタミド	カルベタミド	93	テバラキシジム(異性体2)	
46	カルベンダジム	カルベンダジム	94	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]	
47	チオファネートメチル	チオファネートメチル	95	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]	
48	3-ヒドロキシカルボフラン	カルボフラン	96	テフルベンズロン	テフルベンズロン
49	キザロホップエチル	キザロホップエチル	97	トリアスルフロ	トリアスルフロ
50	キザロホップ-P-テフリル		98	トリクロピル	トリクロピル
51	キンクロラック	キンクロラック	99	トリクロルホン	トリクロルホン
52	クレトジム(異性体1)	クレトジム	100	トリフルミゾール	トリフルミゾール
53	クレトジム(異性体2)				
54	クレトジムスルホン(異性体1)	クレトジム	101	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
55	クレトジムスルホン(異性体2)				
56	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	トリフルムロン	トリフルムロン
57	クロジナホップ酸	クロジナホップ酸	103	トリフロキシスルフロ	トリフロキシスルフロ
58	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	トリベヌロンメチル	トリベヌロンメチル
59	クロチアニジン	クロチアニジン	105	トリホリン(異性体1)	トリホリン
60	クロフエンセツト	クロフエンセツト	106	トリホリン(異性体2)	
61	クロフエンテジン	クロフエンテジン	107	ナフタロホス	ナフタロホス
62	クロリダゾン	クロリダゾン	108	ノバルロン	ノバルロン
			109	ノルフルラゾン	ノルフルラゾン
			110	バルベンダゾール	バルベンダゾール
			111	ハロキシホップ	ハロキシホップ
			112	ハロスルフロメチル	ハロスルフロメチル
			113	ピクロラム	ピクロラム
			114	ピノキサデン	ピノキサデン
			115	ピメロジン	ピメロジン
			116	ピリチオバクナトリウム塩	ピリチオバクナトリウム塩
			117	ピリデート	ピリデート
				ピリデートヒドロキシ体	
				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	ベンタゾン	ベンタゾン
121	フェンアミドン	フェンアミドン	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(フェンアミドン代謝物:MPID)		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)	フェンヘキサミド	157	メコプロップ	メコプロップ
125	フェンヘキサミド		158	メソルフロンメチル	メソルフロンメチル
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	161	メトラキシル	メトラキシル
	ブトロキシジム(異性体2)		162	メキシフェノジド	メキシフェノジド
129	フラチオカルブ	フラチオカルブ	163	メスラム	メスラム
130	プリミスルフロンメチル	プリミスルフロンメチル	164	メスルフロンメチル	メスルフロンメチル
131	フルアジホップ	フルアジホップ	165	メトリブジン	メトリブジン
132	フルアジホップブチル		166	メトリブジン脱アミノ体(メトリブジンDA)	
133	フルアズロン	フルアズロン	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)	
134	フルトリアホール(異性体1)	フルトリアホール	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)	
	フルトリアホール(異性体2)		169	メビンホス(E)	メビンホス
135	フルミオキサジン	フルミオキサジン	170	メビンホス(Z)	メビンホス
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	171	モノリニユロン	モノリニユロン
137	フルメツラム	フルメツラム	172	リニユロン	リニユロン
138	フルメトリン	フルメトリン	173	ルフエヌロン	ルフエヌロン
139	フルロキシビル	フルロキシビル	174	ワルフアリン	ワルフアリン
140	プロクロラズ	プロクロラズ	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
141	2,4,6-トリクロロフェノール				
142	プロスルフロン	プロスルフロン		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)	
143	プロデジアコウム	プロデジアコウム	176	2,4,5-T	2,4,5-T
144	プロバクロール	プロバクロール	177	カブタホール	カブタホール
145	プロボキシカルバゾン	プロボキシカルバゾン	178	エテホン	エテホン
146	プロボキシル	プロボキシル	179	カルボスルファン	カルボスルファン
147	プロマシル	プロマシル			
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
鶏卵	8.6	8.6	5.4	8.7
牛乳	4.7	4.7	4.0	5.0
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 PSA精製第1画分における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)															
		第1画分															
		鶏卵				牛乳				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		
第1画分に溶出する農薬																	
4	EPTC	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	1.1	1.1	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9	
7	アザメチホス	0.8	0.9	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	0.7	0.9	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9	0.8	
9	アセタミプリド	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.1	
10	アセフェート	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	0.8	0.9	0.9	
11	アゾキシストロビン	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	1.0	0.9	
12	アベルメクチンB1a	1.2	1.1	1.0	1.1	1.1	1.0	1.0	1.0	0.9	0.8	0.9	0.8	0.9	1.0	1.0	
13	アベルメクチンB1b	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.2	1.2	1.1	1.1	0.8	0.9	1.0	1.1	0.8	1.0	
14	アベルメクチン8,9-Z異性体B1a	1.2	1.1	1.1	1.0	1.2	1.1	1.1	1.0	1.0	0.8	1.1	1.0	0.9	0.9	1.0	
15	アミトラス	0.8	0.9	0.9	0.8	1.0	1.0	0.5	0.5	0.8	0.8	0.9	0.8	0.8	1.0	0.9	
16	アミトラス代謝物	0.9	1.0	1.0	1.0	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	
17	アルジカルブ	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	
18	アルドキシカルブ	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	
20	イソキサフルトール	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.1	
21	イブロジオン	0.7	0.8	0.9	0.8	0.9	0.8	0.8	0.4	0.9	0.8	0.6	0.7	0.5	0.9	0.8	
22	イブロジオン代謝物	1.5	1.4	1.4	1.1	1.1	1.2	1.5	1.6	1.0	0.9	1.4	1.3	1.5	1.2	1.1	
27	イミダクロプリド	1.1	1.0	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.1	1.0	1.0	1.0	
28	インドキサカルブ	0.9	1.1	1.0	1.0	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.1	1.0	
30	エトキシキン	1.0	1.1	0.9	1.0	1.0	0.9	0.8	0.8	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	
32	エマメクチン安息香酸塩B1a	0.7	0.8	0.8	0.7	0.5	0.6	0.8	0.7	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	
33	エマメクチン安息香酸塩B1b	0.8	0.8	0.9	0.9	0.8	0.7	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	
34	エマメクチンN-メチルホルミルアミノB1a	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.9	0.8	1.0	0.9	0.9	1.0	0.8	
35	エマメクチンN-メチルホルミルアミノB1b	0.6	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.8	1.1	0.8	0.8	0.9	0.9	1.1	
36	エマメクチン安息香酸塩B1a 8,9-Z異性体	0.7	0.8	0.8	0.8	0.9	1.0	0.9	0.8	0.9	0.8	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	
37	エマメクチンアミノ体B1a	0.7	0.7	0.9	0.8	0.7	0.7	0.9	0.8	1.0	1.0	1.1	1.0	1.0	0.9	1.0	
38	エマメクチンアミノ体B1b	1.0	0.9	1.1	1.0	1.0	1.0	1.2	1.1	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.1	0.9	
39	エマメクチンホルミルアミノ体B1a	0.9	1.0	0.9	0.8	0.9	0.9	1.0	0.7	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	
40	エマメクチンホルミルアミノ体B1b	0.9	0.8	0.7	0.8	0.5	0.4	0.8	0.7	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	0.8	
41	オキサミル	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	
42	オキシデメトンメチル	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	
43	オメトエート	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.2	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	
44	カルバリル	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	1.1	1.1	1.2	
45	カルベタミド	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.1	1.0	1.0	1.1	
46	カルベンダジム	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	
47	チオファネートメチル	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	
48	3-ヒドロキシカルボフラン	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	
49	キサロホップエチル	1.1	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9	
50	キサロホップ-P-テフリル	1.1	0.9	0.8	0.8	0.7	0.8	0.8	0.7	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	0.9	1.1	
54	クロキントセトメキシル	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	
56	クロジナホッププロバルギル	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	0.9	
57	クロチアエジジ	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	
59	クロフェンテジ	1.0	1.0	1.0	1.1	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	
60	クロリダゾン	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	1.1	1.0	1.1	
62	クロルフルアズロン	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	
63	クロクサロン	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	1.0	1.0	
64	ジウロン	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.1	1.0	0.9	
67	ジノテフラン	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	
69	ジフルベンズロン	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	1.0	
70	シプロジニル	1.0	1.0	1.0	1.0	0.8	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	
71	ジメチピ	1.1	1.2	1.0	1.1	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	1.0	1.0	1.0	
72	ジメトエート	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	
73	ジメトホルプ(E)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	
74	ジメトホルプ(Z)	0.9	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	1.0	
75	シモキサニル	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.1	
77	スピノシン A	0.7	0.7	0.8	0.8	0.8	0.8	0.7	0.7	0.7	0.7	0.9	0.9	0.8	0.9	0.8	
78	スピノシン D	0.8	0.8	0.9	0.9	0.7	0.8	0.8	0.8	0.7	0.6	0.8	0.9	0.7	0.8	0.9	
79	スピロジクロフェン	0.8	0.9	0.9	0.8	0.7	0.8	0.8	0.8	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	
80	スピロメシフェン	1.0	1.1	1.1	1.0	1.0	1.1	1.0	1.0	0.8	0.7	0.8	0.8	1.1	1.0	0.9	
83	チアクロプリド	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.1	
84	チアベンダゾール	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	0.9	1.0	1.0	1.0	1.1	1.1	
86	チアメキサム	1.0	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	
89	テトラコナゾール	1.0	1.0	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	
90	テブチウロン	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	
91	テブフェノジド	1.0	0.9	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	
93	DMP	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.1	1.1	
94	OH-DMP	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	
95	テフルベンズロン	1.0	1.2	1.1	1.0	0.8	0.9	0.9	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	
98	トリクロルホン	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	1.1	1.1	
99	トリフルミゾール	0.9	0.8	0.7	0.6	0.5	0.6	0.7	0.5	0.8	0.8	0.9	1.0	1.0	0.8	0.9	
100	トリフルミゾール代謝物	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	1.0	1.0	
101	トリフルムロン	1.0	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	
104	トリホリン(異性体1及び2)	1.0	1.0	1.1	1.0	1.0	1.2	1.0	1.1	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	1.0	
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	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	
106	ノバルロン	1.0	1.0	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.7	0.8	0.8	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	
107	ノルフルラゾン	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.1	1.0	0.9	
108	ノルベンダゾール	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	
112	ビノキサデン	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.1	
118	フェキササプロップエチル	1.1	1.0	0.9	0.8	0.8	0.9	0.9	0.8	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	0.9	
121	フェンアミド	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	
122	MPID	1.1	1.0	0.9	1.0	1.0	1.1	1.1	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.1	1.1	
123	フェンピロキシメート(E)	0.9	0.9	0.9	0.9	0.7	0.8	0.8	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	
124	フェンピロキシメート(Z)	0.8	0.8	0.8	0.8	0.9	0.9	0.9	0.7	0.8	0.8	0.8	1.0	1.0	0.9	1.0	
126	フェンメデアム	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	
127	ブタフェナシル	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	
129	フラチオカルブ	1.0	1.0	1.0	1.0</												

表3 PSA 精製第1画分における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)															
		第1画分															
		鶏卵				牛乳				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
第1画分に溶出する農薬																	
132	フルアジホップブチル	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	0.9
133	フルアズロン	0.8	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0
134	フルトリアール(異性体1及び2)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.1	1.2
135	フルミオキサジン	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.1	1.1	0.9	1.0	0.9
136	フルミクロラクベンチル	1.1	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	0.8
138	フルメトリン	1.1	0.7	0.7	0.7	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.8	0.9	1.0	0.9
140	プロクロラズ	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	1.0
144	プロバクロール	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	1.0	0.9	1.0
146	プロボキスル	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.1	1.1	1.1	1.1
147	プロマシル	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	1.0	1.1
149	ヘキサジノン	1.0	1.0	1.0	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
150	ヘキサチアゾクス	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	0.8	0.8	0.8	0.9	1.0	1.0	1.1	1.1	1.0
152	ペンダイオカルブ	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.1	1.1	1.1
154	ペンフラカルブ	0.9	0.9	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9
155	ホキシム	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.1	1.0	1.0	1.1	1.2
156	ボスカリド	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
159	チオジカルブ	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	1.2	1.2
160	メタグリホス	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	1.0	1.0	1.1	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0
161	メタラキシル	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	1.0	1.0	1.1
162	メトキシフェノジド	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.1
165	メトリブジン	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
169	メビンホス(E)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.1	1.1
170	メビンホス(Z)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	1.1	1.0	1.2	1.2
171	モノリニロン	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.1	1.1	1.1
172	リニロン	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
173	ルフェヌロン	1.0	1.1	1.0	1.0	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	0.9	1.1	1.0
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及び2)	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9
177	カプタホール	1.0	1.9	1.1	1.0	1.0	1.0	1.7	0.9	-	-	-	-	-	-	-	-
179	カルボスルフェン	-	-	-	-	-	-	-	-	0.6	0.5	0.9	0.9	0.7	0.9	0.7	0.9
第2画分に溶出する農薬																	
1	2,4-D	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.1	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.1	1.1
2	2,4-DB	1.1	1.0	0.9	0.8	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.1
3	4-CPA	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	1.0	1.1	1.0
5	MCPA	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.1	1.0	1.1	1.1
6	MCPB	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	1.1	1.2
8	アシフルオルフェン	1.0	1.1	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	0.9	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0
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	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
23	イマザピック	1.0	0.9	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
24	イマザピル	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9
25	イマザモックス	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
26	イマゼタピル	1.0	1.0	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1
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	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1
31	エトキシスルフロメチル	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	1.0	1.1	1.1
51	キンクロラク	1.0	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.1	1.1	1.1
55	クロジナホップ酸	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.1	1.2	1.1
58	クロフエンゼット	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.1	1.1
61	クロルスルフロメチル	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.1
65	シクラニド	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.2	1.1
66	ジノセブ	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.1
68	ジノテルブ	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0
81	スルホスルフロメチル	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	0.9	1.0	1.1	1.0	1.0	1.0	1.1
87	チジアズロン	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	1.0	1.1	1.1
96	トリアスルフロメチル	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
97	トリクロピル	1.0	1.1	1.0	1.0	0.9	1.0	1.1	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.1	1.0	1.0	1.1
102	トリフロキシスルフロメチルナトリウム塩	0.9	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	1.1
103	トリベスロンメチル	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	1.1	0.7	0.8	1.0	1.0	1.1	1.2	1.1	1.1	1.1	1.1
109	ハロキシホップ	1.0	1.0	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
110	ハロスルフロメチル	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	1.1	1.1
111	ピクロラム	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.8	0.9	0.9	0.7	0.7	0.8	0.8
114	ピリチオパクナトリウム塩	1.1	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	1.1	1.1
116	ピリデートヒドロキシ体	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.2	1.1	1.1	1.1
117	ピンドン	1.1	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.1	1.0	1.0	1.0
119	フェノキサプロップ	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.1	1.0	1.1
130	プリミスルフロメチル	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.2	1.1
131	フルアジホップ	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	1.0	1.1	1.0
137	フルメツラム	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1
139	フルロキシピル	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.1	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	1.1
141	2,4,6-トリクロロフェノール	1.1	1.2	1.1	1.2	1.0	1.0	1.2	0.9	1.0	1.1	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.1
142	プロスルフロメチル	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	1.1	1.1
143	プロディファウコム	1.0	0.9	0.8	0.6	0.5	0.8	0.8	0.5	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	0.9
145	プロボキシカルバゾン	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0			

表3 PSA 精製第1画分における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)															
		第1画分															
		鶏卵				牛乳				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		
第1画分及び第2画分に溶出する農薬																	
52	クレトジム(異性体1及び2)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	0.8	0.9	1.0	0.9	0.9	1.0	1.1	
53	クレトジムスルホン(異性体1及び2)	1.0	1.0	0.7	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.1	
76	シロマジン	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	
82	セトキシジム(異性体1及び2)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.1	1.1	1.1	
85	5-ヒドロキシチアベンダゾール	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.1	1.1	1.1	
92	テブプロキシジム(異性体1及び2)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.1	1.1	
113	ビメトロジン	0.9	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	
120	CDHB	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.1	1.1	1.0	1.0	
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	1.0	1.0	1.0	
128	ブトロキシジム(異性体1及び2)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	1.0	1.0	0.9	
167	マトリブジンDK	1.1	1.1	1.0	1.0	1.0	1.0	0.5	0.4	1.1	0.8	1.0	1.1	0.9	1.0	1.1	
168	マトリブジンDADK	1.1	1.0	1.0	1.1	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	
不明																	
88	チフェンスルフロン	0.9	1.0	0.7	0.8	0.9	0.8	0.8	0.8	0.9	0.9	0.8	0.9	0.8	0.8	0.9	0.8
115	ピリデート	0.8	0.8	0.8	0.8	0.9	0.9	0.9	0.6	0.7	0.7	0.7	0.8	0.6	0.9	0.7	0.9
178	エテホン	-	-	-	-	-	-	-	-	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.8	0.9	0.9

- 溶媒STD不検出

表 4 PSA 精製第 2 画分における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)															
		第2画分															
		鶏卵				牛乳				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
第1画分に溶出する農薬																	
4	EPTC	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
7	アザメチホス	1.0	1.0	1.1	0.9	1.0	1.1	1.0	1.0	1.1	1.1	-	-	0.0	0.0	-	-
9	アセタミプリド	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0
10	アセフェート	1.0	0.9	0.8	0.7	0.9	0.9	0.8	0.9	0.8	0.7	0.6	0.7	0.7	0.7	0.6	0.7
11	アゾキシストロビン	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0
12	アベルメクチンB1a	0.7	0.5	0.4	0.4	0.9	1.1	1.0	0.9	1.1	1.0	1.0	0.9	0.7	0.7	0.8	0.9
13	アベルメクチンB1b	1.0	0.6	0.5	0.5	1.0	1.0	1.0	1.0	0.6	0.9	0.7	0.9	1.0	1.3	0.7	0.9
14	アベルメクチン8,9-Z異性体B1a	1.1	1.0	0.6	0.6	1.2	1.3	1.3	1.5	1.0	1.0	0.8	0.9	0.7	0.7	0.9	0.9
15	アミトラス	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.6	0.6	0.4	0.4	0.7	0.7
16	アミトラス代謝物	1.0	1.0	1.5	1.3	1.1	1.3	1.2	1.4	1.3	1.2	1.7	1.7	1.3	1.3	1.5	1.5
17	アルジカルブ	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	1.0	1.0
18	アルドキシカルブ	1.0	0.9	0.9	0.8	0.9	0.8	0.8	0.9	0.8	0.8	0.4	0.4	0.7	0.6	0.5	0.5
20	イソキサフルトール	0.9	0.9	0.8	0.8	0.6	0.8	0.9	0.8	0.9	0.9	0.0	0.0	0.0	0.0	-	0.0
21	イブロジオン	1.0	0.9	1.1	1.0	1.2	1.5	1.0	1.5	1.5	1.4	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
22	イブロジオン代謝物	0.7	0.9	0.7	0.6	0.7	0.7	0.8	0.8	0.8	0.7	1.3	1.5	1.7	1.7	1.3	1.3
27	イミダクロプリド	0.9	0.9	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.7	0.7	0.8	0.8	0.9	0.9	0.8	0.9
28	インドキサカルブ	1.0	1.1	1.0	0.9	1.1	1.3	1.3	1.3	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9
30	エトキシキン	0.8	0.5	0.2	0.6	0.8	0.0	0.2	0.5	0.1	0.9	1.0	0.8	0.9	0.9	0.9	1.0
32	エマメクチン安息香酸塩B1a	0.9	0.7	0.7	0.7	0.6	1.0	0.9	1.0	0.8	0.9	0.9	1.0	1.1	1.1	1.0	1.1
33	エマメクチン安息香酸塩B1b	1.0	0.9	0.9	0.9	0.7	1.0	0.9	1.0	0.7	0.9	0.9	0.9	1.1	1.0	1.0	1.0
34	エマメクチンN-メチルホルミルアミノB1a	0.5	0.3	0.2	0.2	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.6	0.7	0.8	0.9
35	エマメクチンN-メチルホルミルアミノB1b	0.4	0.4	0.3	0.3	0.9	1.0	0.8	1.0	0.9	1.0	0.9	1.0	0.6	0.6	0.9	0.9
36	エマメクチン安息香酸塩B1a 8,9-Z異性体	1.0	0.6	0.5	0.5	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.1	1.1	1.2	1.3	1.3	1.2
37	エマメクチンアミノ体B1a	1.0	0.7	0.7	0.8	0.8	1.1	1.1	1.3	1.1	1.1	1.2	1.2	1.6	1.7	1.5	1.5
38	エマメクチンアミノ体B1b	1.4	1.4	1.5	1.5	1.1	1.7	1.5	1.7	1.0	1.2	1.0	1.0	1.3	1.5	1.3	1.2
39	エマメクチンホルミルアミノ体B1a	0.6	0.5	0.4	0.4	0.7	1.1	1.0	1.4	1.0	1.1	0.8	0.9	0.8	0.7	0.7	0.7
40	エマメクチンホルミルアミノ体B1b	0.5	0.6	0.7	0.6	0.6	1.0	0.9	1.2	0.8	0.9	0.9	0.9	0.7	1.2	0.7	0.8
41	オキサミル	0.9	0.9	0.9	0.8	0.9	0.8	0.9	0.9	1.0	1.0	0.4	0.4	0.7	0.6	0.5	0.5
42	オキシデメトメチル	1.0	0.9	0.9	0.8	0.8	0.9	0.8	0.9	1.0	1.0	0.4	0.3	0.7	0.6	0.5	0.6
43	オムトエート	1.0	1.0	1.0	0.9	0.8	0.8	0.8	0.9	0.9	0.9	0.1	0.1	0.4	0.3	0.2	0.3
44	カルバリル	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	0.3	0.2	0.6	0.5	0.4	0.5
45	カルベタミド	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0
46	カルベンダジム	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9	1.1	1.0	1.0	1.1	1.1	1.1
47	チオファネートメチル	0.9	1.0	0.9	0.8	0.8	0.9	0.9	1.0	0.9	0.9	0.0	0.0	0.1	0.1	0.0	0.0
48	3-ヒドロキシカルボフラン	0.9	1.0	0.9	0.8	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	0.4	0.3	0.7	0.6	0.5	0.6
49	キザロホップエチル	1.1	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	0.8	0.9	0.4	0.3	0.6	0.6	0.4	0.5
50	キザロホップ-R-チアリル	0.9	0.9	0.6	0.8	0.7	0.8	0.7	0.6	0.8	0.9	0.0	0.0	0.2	0.1	0.1	0.1
54	クロキントセトメキシル	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	0.2	0.1	0.4	0.4	0.2	0.3
56	クロジナホッププロパルギル	1.0	1.1	1.1	1.0	0.9	1.0	0.9	1.1	0.9	1.0	-	-	0.0	0.0	0.0	-
57	クロチアエジン	0.9	0.9	0.8	0.8	0.7	0.7	0.7	0.7	0.6	0.7	0.7	0.8	0.8	0.8	0.8	0.9
59	クロフェンテジン	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	0.8	0.9	0.5	0.5	0.8	0.7	0.7	0.7
60	クロリダノン	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9
62	クロルフルアズロン	0.9	0.7	0.6	0.5	0.9	1.0	1.0	1.0	0.8	0.9	0.6	0.5	0.7	0.6	0.6	0.7
63	クロロクスロン	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	0.8	0.8	0.7	0.8
64	ジウロン	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0
67	ジノテフラン	1.0	1.0	0.8	0.7	0.8	0.7	0.8	0.9	1.1	1.1	0.7	0.8	0.9	0.9	0.7	0.7
69	ジフルベンスロン	1.0	1.0	0.9	0.8	0.8	1.0	0.9	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	0.8	0.9
70	シプロジニル	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
71	ジメチピル	0.9	0.8	1.0	0.9	0.8	0.9	1.0	0.9	0.8	0.7	0.5	0.6	0.9	0.8	0.9	1.1
72	ジメトエート	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9
73	ジメトモルブ(E)	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
74	ジメトモルブ(Z)	1.1	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0
75	シモキサニル	1.0	0.9	1.0	0.8	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
77	スピノシン A	0.8	0.7	0.5	0.5	1.0	1.1	1.0	1.1	0.9	0.9	1.0	1.0	1.2	1.1	1.1	1.1
78	スピノシン D	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	0.8	0.7	0.8	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9
79	スピロジクロフェン	0.6	0.6	0.4	0.4	0.3	0.4	0.5	0.5	0.5	0.5	0.1	0.1	0.2	0.1	0.1	0.1
80	スピロメシフェン	1.0	1.0	0.9	0.8	0.7	1.1	0.9	0.9	0.7	0.9	0.1	0.1	0.2	0.1	0.1	0.1
83	チアクロプリド	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9
84	チアベンダゾール	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
86	チアトキサム	1.0	1.0	0.9	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.7	0.7	0.8	0.9	0.7	0.7
89	テトラコナゾール	1.0	0.9	0.9	0.8	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9
90	テブチウロン	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9
91	テブフェナジド	0.8	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0
93	DMP	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	0.8	1.0	1.1	0.9	1.0
94	OH-DMP	1.0	0.9	0.9	0.8	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9	0.8	1.0	1.1	0.9	1.0
95	テフルベンスロン	1.1	0.9	1.2	0.7	0.8	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	0.4	0.4	0.6	0.6	0.6	0.6
98	トリクロルホン	1.0	0.9	0.9	0.8	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	0.9	-	-	0.0	0.0	-	-
99	トリフルミゾール	0.8	0.7	0.5	0.7	0.4	0.6	0.5	0.4	0.7	0.9	-	-	0.0	0.0	-	0.0
100	トリフルミゾール代謝物	1.0	0.9	0.9	0.9	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0
101	トリフルムロン	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	0.7	0.6	0.8	0.8	0.8	0.8
104	トリホリン(異性体1及び2)	0.9	1.0	1.1	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	0.9	0.9	0.8	1.0	1.0	0.9	0.9
105	ナフタロホス	0.9	1.0	0.9	0.8	0.6	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9	-	-	0.0	0.0	-	-
106	ノバルロン	1.0	0.9	0.8	0.8	0.7	0.7	0.8	0.7	0.9	1.0	0.7	0.6	0.8	0.8	0.7	0.8
107	ナルフルラゾン	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9
108	バルベンダゾール	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	0.8	0.8	0.8	0.9
112	ビノキサデン	0.4	0.5	0.3	0.3	0.0	0.1	0.3	0.2	0.3	0.3	-	-	0.0	0.0	-	-
118	フェニキサプロップエチル	1.0	1.0	0.9	0.9	0.8	0.9	0.9	0.9	0.8	0.9	0.1	0.0	0.3	0.2	0.1	0.2
121	フェンアミドン	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	0.9	1.0	0.9	0.	

表4 PSA精製第2画分における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)															
		第2画分												牛肝臓			
		鶏卵				牛乳				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		
第1画分に溶出する農薬																	
132	フルアジホップブチル	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	0.5	0.5	0.7	0.7	0.6	0.6
133	フルアズロン	1.0	1.0	0.8	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	0.8	0.6	0.8	0.8	0.8	0.8
134	フルトリアホール(異性体1及び2)	0.9	1.0	0.9	0.8	0.9	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9	0.8	0.8	0.9	0.9	0.8	0.8
135	フルミノキサジン	1.0	1.0	0.9	0.8	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	0.7	0.7	1.0	1.0	1.0	0.9
136	フルミクロラックベンチル	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
138	フルメトリン	1.3	1.2	0.8	0.8	1.3	1.5	1.9	1.6	0.8	0.9	-	-	0.0	0.0	-	-
140	ブロクロラズ	1.1	1.1	1.0	1.0	1.0	1.1	1.1	1.1	0.9	0.9	0.5	0.5	0.8	0.7	0.7	0.7
144	プロバクロール	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.1	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.1	1.1	1.1
146	プロボキシル	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.1	0.9	0.8	1.0	1.0	1.0	1.0
147	プロマシル	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
149	ヘキサジン	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9	0.8	0.8	0.8	0.8	0.9
150	ヘキシチアゾクス	1.0	1.0	0.9	0.8	0.9	1.0	0.9	1.0	0.9	1.0	0.0	0.0	0.2	0.2	0.1	0.2
152	ペンダイオカルブ	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	0.0	0.0	0.2	0.2	0.1	0.2
154	ペンフラカルブ	0.7	0.7	0.5	0.6	0.1	0.4	0.5	0.3	0.4	0.8	0.4	0.8	0.9	0.9	0.7	0.8
155	ホキシム	1.0	1.1	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.1	1.0	0.9	0.2	0.2	0.6	0.5	0.4	0.4
156	ボスカリド	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
159	チオジカルブ	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
160	メタクリホス	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.1	1.2	1.0	1.0
161	メタラキシル	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
162	メトキシフェンジド	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	1.0	0.9	1.0
165	メトリブジン	0.9	0.9	0.9	0.8	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9
169	メビンホス(B)	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.8	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9
170	メビンホス(C)	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	0.9	0.8
171	モノリニロン	1.0	1.0	1.0	0.8	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
172	リニロン	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.1	1.1	1.1
173	ルフェヌロン	1.1	0.9	1.1	0.7	0.9	0.9	0.8	1.0	0.8	0.9	0.5	0.5	0.7	0.7	0.6	0.6
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及び2)	1.1	1.0	1.0	0.8	1.0	1.0	1.1	1.1	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	0.9
177	カブタホール	0.2	0.2	0.2	0.1	0.1	0.2	0.2	0.2	-	-	-	-	0.0	0.0	-	-
179	カルボスルファン	-	-	-	-	-	-	-	-	0.2	0.5	0.7	0.7	0.6	0.6	0.6	0.6
第2画分に溶出する農薬																	
1	2,4-D	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	1.0	0.9	0.9
2	2,4-DB	1.0	0.8	1.1	0.8	0.9	1.0	1.0	1.2	0.9	0.9	0.8	0.7	1.0	0.9	1.0	1.1
3	4-CPA	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9
5	MCPA	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.1	0.9	0.9	0.9	0.9	0.8	0.9	0.9	0.9
6	MCPB	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	0.8	0.8	0.9
8	アシフルオルフェン	1.0	1.0	0.9	0.8	1.0	1.1	1.0	1.0	0.7	0.8	0.9	0.8	0.8	0.9	1.0	1.0
19	イオドスルフロンメチルナトリウム塩	0.9	1.0	0.9	0.8	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9
23	イマザピック	0.9	0.9	0.8	0.8	0.6	0.7	0.7	0.7	0.7	0.8	0.6	0.7	0.8	0.9	0.7	0.8
24	イマザピル	0.9	0.8	1.1	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.5	0.7	0.6	0.6	0.5	0.7
25	イマザモックス	0.8	0.8	0.8	0.7	0.7	0.8	0.8	0.8	0.7	0.7	0.6	0.7	0.8	0.8	0.7	0.7
26	イマゼタピル	0.9	0.9	0.9	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9	0.8	0.8	0.8	0.8	1.0	1.0	0.9	0.9
29	エタメツルフロンメチル	0.9	1.0	0.9	0.8	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9
31	エトキシスルフロン	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
51	キンクロラック	0.9	0.9	0.8	0.8	0.7	0.8	0.8	0.8	0.7	0.7	0.6	0.7	0.8	0.8	0.7	0.8
55	クロジナホップ酸	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	0.9	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0
58	クロフェンセット	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	0.9	1.0	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.9
61	クロルスルフロン	0.9	1.0	0.9	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.9	0.9	0.8	0.8
65	シクラニド	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	1.0	1.0	0.9
66	ジノセブ	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	0.9	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9
68	ジノテルブ	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9
81	スルホスルフロン	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	0.8	0.9	0.9	0.9	1.0
87	チジアスロン	1.0	1.0	0.9	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	0.9
96	トリアスルフロン	1.0	1.0	0.9	0.8	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9
97	トリクロピル	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	0.9	1.1	0.7	0.9	0.9	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9
102	トリフロキシスルフロンナトリウム塩	0.9	1.0	0.9	0.8	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0
103	トリベスロンメチル	0.9	0.9	0.8	0.8	0.8	0.8	0.5	0.6	0.7	0.6	1.6	1.6	1.4	1.5	1.5	1.5
109	ハロキシホップ	1.0	1.0	1.0	0.8	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9
110	ハロスルフロンメチル	1.0	1.0	0.9	0.8	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0
111	ビクロラム	1.0	0.9	0.8	0.8	0.8	0.9	0.8	0.8	0.5	0.5	0.3	0.4	0.3	0.3	0.2	0.3
114	ビリチオバックナトリウム塩	0.9	0.9	0.9	0.8	0.9	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9
116	ビリチートヒドロキシ体	1.0	1.0	1.1	0.9	1.2	1.1	0.9	1.1	1.0	1.0	1.1	1.1	1.1	1.2	1.1	1.2
117	ビンドン	1.0	0.9	1.0	0.9	0.8	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.8	0.8
119	フェノキサプロップ	1.0	1.0	0.9	0.8	0.8	0.9	0.8	0.9	0.9	1.0	0.4	0.3	0.7	0.7	0.6	0.6
130	ブリミスルフロンメチル	0.9	0.9	0.9	0.7	0.8	0.9	0.7	0.8	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
131	フルアジホップ	1.0	1.0	0.9	0.8	0.9	0.9	0.8	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9
137	フルメツラム	0.9	0.9	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.9	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.7	0.7
139	フルロキシピル	0.9	0.9	0.8	0.7	0.7	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.7	0.8	0.8	0.9	0.8	0.8
141	2,4,6-トリクロロフェノール	1.0	0.9	1.0	0.8	1.0	1.0	0.9	1.0	0.8	0.8	0.9	0.7	1.1	0.9	1.0	1.1
142	プロスルフロン	1.0	1.0	0.9	0.8	0.9	0.9	0.8	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
143	プロデアコウム	0.8	0.7	0.5	0.7	0.6	0.7	0.6	0.5	0.8	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	0.8	0.9
145	プロボキシカルバゾン	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9
148	プロモキシニル	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	1.0	1.0	0.9	0.8	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9
151	ペンスルフロンメチル	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	1.0	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
153	ペンタン	1.0	0.9	1.0	1.0	0.8	0.9	1.0	0.9	0.9	0.9	0.8	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0
157	メコプロップ	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0
158	メソスルフロンメチル	1.0	0.9	0.9	0.8	0.8	0.9	0.8	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.0	0.9	1.0	1.0
163	メスラム	0.9	1.0	1.0	0.9	1.0	1.1	1.1	1.1	0.9	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	0.9	0.9
164	メスルフロンメチル	0.9	1.0	0.8	0.8	0.8	0.9	0.9	0.9	0.8							