

〔報 文〕

LC-MS/MSを用いた農産物中の残留農薬一斉試験法の 妥当性評価について（第2報）

石川県保健環境センター 健康・食品安全科学部

水口 竜人・小澤 祐子・由田 洋一
新家 薫子・砺波 和子

〔和文要旨〕

食品中に残留する農薬等の規格基準への適合を判定する試験法については、平成25年12月13日以降、妥当性の確認が必須となった。この試験法のうち既報において、198農薬206成分の妥当性評価を実施し、玄米で173成分、ほうれんそうで171成分、キャベツで171成分、ばれいしょで164成分、トマトで172成分およびオレンジで179成分について妥当性が確認できたところである。

今回、第2報として、既報で一部農産物で妥当性の確認がとれなかった21農薬24成分および新規にLC-MS/MSで測定可能と考えられる37農薬42成分の58農薬66成分を対象物質として妥当性評価を実施した。その結果、66成分中、玄米で43成分、ほうれんそうで44成分、キャベツで42成分、ばれいしょで42成分、トマトで42成分およびオレンジで48成分について妥当性が確認できた。また、6農産物すべてに適合したものが34成分、5農産物が2成分、4農産物が6成分、3農産物が3成分であり、既報と同様に、選択性の向上や感度の上昇が確認され、一律基準値濃度（0.01ppm）の判定が可能となり、既報と併用することにより迅速高感度分析の対象農薬数が拡大した。

キーワード：LC-MS/MS, 残留農薬, 農産物, 一斉試験法, 妥当性評価

1 はじめに

「食品、添加物等の規格基準」¹⁾（以下「規格基準」という。）の適合を判定する試験法について、保健環境センター（以下「当所」という。）ではこれまで、規格基準に規定された試験法（以下「告示試験法」という。）および「食品中に残留する農薬、飼料添加物または動物用医薬品の成分である物質の試験法について」²⁾（以下「通知試験法」という。）に準拠して、試験法を確立し、それに基づいた検査実施標準作業書（以下「SOP」という。）を整備してきた。

しかし、平成19年に「食品中に残留する農薬等に関

する試験法の妥当性評価ガイドラインについて」³⁾、平成22年に「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインの一部改正について」⁴⁾（以下「ガイドライン」という。）が通知され、平成25年12月13日以降、規格基準への適合判定を行うには、妥当性の確認が必須とされた。平成25年度に新たに液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計（以下「LC-MS/MS」という。）を導入し、第1報⁵⁾として198農薬206成分の一斉試験法を確立し、妥当性評価を実施した。その結果、玄米で173成分、ほうれんそうで171成分、キャベツで171成分、ばれいしょで164成分、トマトで172成分、オレンジで179成分について妥当性を確認したところで

Validation of Simultaneous Determination Method of the Pesticide Residues in Agricultural Products by Using an LC-MS/MS (Part 2) by MIZUGUCHI Tatsuhito, OZAWA Yuko, YOSHIDA Youichi, KAORU Araie and TONAMI Kazuko (Health and Food Safety Department, Ishikawa Prefectural Institute of Public Health and Environmental Science)

Key words : LC-MS/MS, Pesticide Residues, Agricultural Products ,Simultaneous Determination, Validation

ある。

今回、第2報として新たな成分及び既報で不適合であった58農薬66成分について妥当性評価を行ったのでその結果を報告する。

2 材料と方法

2.1 試料

既報と同様に、代表農産物としてガイドラインに例示されている①玄米（穀類）、②ほうれんそう（葉緑素を多く含むもの）、③キャベツ（イオウ化合物を含むもの）、④ばれいしょ（でんぷんを多く含むもの）、⑤トマト（その他）および⑥オレンジ（果実）の6種類の農産物を選定した。

2.2 評価対象農薬および成分

評価対象農薬は、既報ですべてまたは一部適合しなかったもののうち21農薬24成分を、従来からのSOPで、炎光光度検出器付ガスクロマトグラフ（以下「GC-FPD」という。）、アルカリ熱イオン化検出器付ガスクロマトグラフ（以下「GC-FTD」という。）、電子捕獲検出器付ガスクロマトグラフ（以下「GC-ECD」という。）、ガスクロマトグラフ質量分析計（以下「GC-MS」という。）および液体クロマトグラフ質量分析計（以下「LC-MS」という。）で測定していた33農薬36成分ならびに新規にLC-MS/MSで測定可能と考えられる4農薬6成分の合計58農薬66成分とした。（表1）

表1 評価対象農薬および成分の選定

No.	農薬名	成分名	通知試験法 ^{*1)}		当所SOP ^{*5)}
			農産物一斉試験法 LCMS I ^{*2)}	農産物 GC-MS ^{*3)} 個別 ^{*4)}	
1	EPN	EPN	○	○	① (GC-FPD)
2	アクリナトリン	アクリナトリン	○	○	①① (GC-MS)
3	アジンホスメチル	アジンホスメチル	○	○	新規
4	アバメクチン	アバメクチンB1			妥当性不可
5	アラクロール	アラクロール	○	○	① (GC-FTD)
6	イソキサジフェンエチル	イソキサジフェンエチル	○	○	新規
7	イソフェンホス	イソフェンホス	○	○	4農産物適合
8	イソフェンホス	イソフェンホスオキソン	○	○	4農産物適合
9	イマザリル	イマザリル	○	○	3農産物適合
10	イミベンコナゾール	イミベンコナゾール	○	○	新規
11	イミベンコナゾール	イミベンコナゾールベンジル体	○	○	新規
12	イミベンコナゾール	2,4-ジクロロアニリン	○	○	新規
13	エディフェンホス	エディフェンホス	○	○	① (GC-MS)
14	エトベンザニド	エトベンザニド	○	○	3農産物適合
15	オキシフルオフェン	オキシフルオフェン	○	○	①① (GC-MS)
16	オメトエート	オメトエート	○	○	2農産物適合
17	クロゾリネート	クロゾリネート	○	○	2農産物適合
18	クロメブロップ	クロメブロップ	○	○	2農産物適合
19	クロラントラリニプロール	クロラントラリニプロール		○	新規
20	クロルピリホス	クロルピリホス	○	○	①① (GC-MS)
21	クロルフェンソ	クロルフェンソ	○	○	5農産物適合
22	クロルフェンビンホス	α-クロルフェンビンホス	○	○	① (GC-FPD)
23	クロルフェンビンホス	β-クロルフェンビンホス	○	○	① (GC-FPD)
24	クロルプロファム	クロルプロファム	○	○	①① (GC-MS)
25	シアゾファמיד	シアゾファמיד	○	○	5農産物適合
26	ジクロシメット	ジクロシメット	○	○	①① (GC-MS)
27	ジクロメジン	ジクロメジン	○	○	2農産物適合
28	ジスルホトン	ジスルホトン	○	○	新規
29	シメコナゾール	シメコナゾール	○	○	① (LC-MS)
30	ダイアジノン	ダイアジノン	○	○	①① (GC-MS)
31	チオジカルブ及びメソミル	チオジカルブ		○	3農産物適合
32	チオジカルブ及びメソミル	メソミル	○	○	4農産物適合
33	テトラクロルピリホス	テトラクロルピリホス	○	○	2農産物適合
34	テルブトリン	テルブトリン	○	○	①① (GC-MS)
35	テルブホス	テルブホス	○	○	① (GC-FPD)
36	トリアレート	トリアレート	○	○	妥当性不可
37	トリクラミド	トリクラミド	○	○	4農産物適合

No.	農薬名	成分名	通知試験法 ^{*1)}		当所SOP ^{*5)}
			農産物一斉試験法 LCMS I ^{*2)}	農産物 GC-MS ^{*3)} 個別 ^{*4)}	
38	トリフルミゾール	トリフルミゾール	○	○	3農産物適合
39	トリフルミゾール	トリフルミゾール代謝物	○	○	6農産物適合
40	2-(1-ナフチル)アセタミド	2-(1-ナフチル)アセタミド		○	①① (GC-MS)
41	ピラフェノックス	ピラフェノックス	○	○	① (GC-ECD)
42	ピラゾホス	ピラゾホス	○	○	①① (GC-MS)
43	ピラゾリネート	ピラゾリネート	○	○	2農産物適合
44	ピリダベン	ピリダベン	○	○	4農産物適合
45	ピリダリル	ピリダリル	○	○	4農産物適合
46	ピリフェノックス	(E)-ピリフェノックス	○	○	① (GC-ECD)
47	ピリフェノックス	(Z)-ピリフェノックス	○	○	① (GC-ECD)
48	ピリミジフェン	ピリミジフェン	○	○	2農産物適合
49	ピリミノバックメチル	ピリミノバックメチル	○	○	①① (GC-MS)
50	フィプロニル	フィプロニル	○	○	①① (GC-MS)
51	フェナリモル	フェナリモル	○	○	2農産物適合
52	フェンスルホチオン	フェンスルホチオン	○	○	① (GC-FPD)
53	フェンチオン	フェンチオン	○	○	①① (GC-MS)
54	フェンピロキシメート	フェンピロキシメート	○	○	①① (LC-MS)
55	フェンプロバトリン	フェンプロバトリン	○	○	①① (GC-MS)
56	フェンプロピモルフ	フェンプロピモルフ	○	○	①① (GC-MS)
57	フルシラゾール	フルシラゾール	○	○	① (GC-FTD)
58	フルバリネート	フルバリネート	○	○	① (GC-ECD)
59	フルミオキサジン	フルミオキサジン	○	○	① (GC-FTD)
60	フルリドン	フルリドン	○	○	①① (GC-MS)
61	プロバルギット	プロバルギット	○	○	①① (GC-MS)
62	ベルメトリン	cis-ベルメトリン	○	○	①① (GC-MS)
63	ベルメトリン	trans-ベルメトリン	○	○	①① (GC-MS)
64	ボスカリド	ボスカリド	○	○	①① (LC-MS)
65	メカルバム	メカルバム	○	○	①① (GC-MS)
66	ルフェスロン	ルフェスロン	○	○	1農産物適合

- *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」に規定する試験法
- *2) 通知試験法 第2章 一斉試験法 LC/MSによる農薬等の一斉試験法 I (農産物)
- *3) 通知試験法 第2章 GC/MSによる農薬等の一斉試験法 (農産物)
- *4) 通知試験法 第3章 個別試験法
- *5) 新規は、今回新たに検討したもので、適合数は、既報で評価した際の適合農産物数を示す。また、○数字は、当所SOP番号を示す。なお、()内は測定に使用した機器を示す。(GC-FPD: 炎光光度検出器付ガスクロマトグラフ, GC-FTD: アルカリ熱イオン化検出器付ガスクロマトグラフ, GC-ECD: 電子捕獲検出器付ガスクロマトグラフ, GC-MS: ガスクロマトグラフ質量分析計, LC-MS: 液体クロマトグラフ質量分析計を示す。)

2.3 試薬等

各農薬成分の標準品は、Sigma-Aldrich Co.LLC、関東化学(株)、林純薬工業(株)、和光純薬工業(株)のものを用いた。アセトン、塩化ナトリウム、n-ヘキサン、無水硫酸ナトリウムは残留農薬試験・PCB試験用（関東化学(株)製）を、トルエンは残留農薬・PCB試験用（和光純薬工業(株)製）を、ジエチレングリコール（以下「DEG」という。）、リン酸水素ナトリウム、リン酸二水素ナトリウム、ギ酸アンモニウムは試薬特級を、ギ酸およびメタノールはLC-MS用を用いた。アセトニトリルは、抽出操作には残留農薬試験・PCB試験用を、標準溶液調製および移動相にはLC-MS用を用いた。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムは、Mega Bond Elut C18 (1g/6mL)（アジレント・テクノロジー(株)製）を、グラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムは、Mega Bond Elut GC/NH₂ (500mg/500mg/6mL)（アジレント・テクノロジー(株)製）を用いた。

メンブランフィルターは、Agilent Captiva Premium Syringe Filters RC 0.2μm、径15mm（アジレント・テクノロジー(株)製）を用いた。

2.4 標準溶液の調製

(1) 標準原液の調製

標準品10.0mgをアセトニトリルまたはアセトンに溶解し、50mLとした（200μg/mL）。

表 2 評価対象農薬の測定条件

No.	農薬名	成分名	保持時間 の目安 ²⁾ (min)	極性	測定条件 ¹⁾					
					プレカースーイオン		プロダクトイオン			
					m/z	Frag. (V) ³⁾	定量イオン		定性イオン	
		m/z	CE(V) ⁴⁾	m/z	CE(V)	m/z	CE(V)			
1	EPN	EPN	23.4	ポジティブ	324.0	120	296.0	10	157	24
2	アクリナトリン	アクリナトリン	28.5	ポジティブ	559.2	120	208.1	8	181	40
3	アジンホスメチル	アジンホスメチル	17.3	ポジティブ	318.0	80	261.0	0	-	-
4	アバメクチン	アバメクチン B1	27.6	ポジティブ	890.5	160	305.1	20	567.3	8
5	アラクロール	アラクロール	19.8	ポジティブ	270.1	100	238.1	8	162.1	15
6	イソキサジフェンエチル	イソキサジフェンエチル	21.2	ポジティブ	296.1	100	232.0	12	204.1	24
7	イソフェンホス	イソフェンホス	23.5	ポジティブ	346.0	120	245.0	6	217	20
8	イソフェンホス	イソフェンホスオキソン	17.4	ポジティブ	330.2	180	200.9	20	229	4
9	イマザリル	イマザリル	13.2	ポジティブ	297.1	140	158.9	20	-	-
10	イミベンコナゾール	イミベンコナゾール	23.3	ポジティブ	411.0	120	125.0	32	394.1	4
11	イミベンコナゾール	イミベンコナゾール脱ベンジル体	11.5	ポジティブ	271.0	140	70.2	25	173.9	25
12	イミベンコナゾール	2,4-ジクロロアニリン	23.6	ポジティブ	162.0	170	132.0	17	131.1	25
13	エディフェンホス	エディフェンホス	20.5	ポジティブ	311.0	120	283.0	8	111	20
14	エトベンザニド	エトベンザニド	21.8	ポジティブ	340.1	100	149.0	20	179	12
15	オキシフルオフェン	オキシフルオフェン	24.8	ポジティブ	362.0	112	316.0	10	237	24
16	オメトエート	オメトエート	2.5	ポジティブ	214.0	100	183.0	4	109	28
17	クロゾリネート	クロゾリネート	20.7	ポジティブ	332.0	80	228.9	5	200.9	13
18	クロメブロップ	クロメブロップ	23.8	ポジティブ	324.1	100	120.0	24	-	-
19	クロラントラリニプロール	クロラントラリニプロール	16.5	ポジティブ	482.0	110	450.8	17	283.9	9
20	クロルピリホス	クロルピリホス	25.5	ポジティブ	350.0	120	198.0	16	120	28
21	クロルフェンソン	クロルフェンソン	14.1	ポジティブ	303.0	110	70.2	17	-	-
22	クロルフェンビンホス	α -クロルフェンビンホス	21.4	ポジティブ	359.0	104	155.1	8	170	40
23	クロルフェンビンホス	β -クロルフェンビンホス	21.4	ポジティブ	359.0	104	155.1	8	170	40
24	クロルプロファミン	クロルプロファミン	18.8	ポジティブ	214.1	80	172.0	0	154	12
25	シアゾファミド	シアゾファミド	20.9	ポジティブ	325.1	80	107.9	8	261	8
26	ジクロシメット	ジクロシメット	20.3	ポジティブ	313.1	120	172.9	12	137	28
27	ジクロメジン	ジクロメジン	16.1	ポジティブ	255.0	160	80.0	32	-	-
28	ジスルホトン	ジスルホトン	23.1	ポジティブ	275.0	80	89.2	9	197	9
29	シメコナゾール	シメコナゾール	6.4	ポジティブ	294.2	128	133.9	24	70	16
30	ダイアジノン	ダイアジノン	20.1	ポジティブ	305.1	120	221.0	8	141	24
31	チオジカルブ及びメソミル	チオジカルブ	13.1	ポジティブ	355.1	80	88.0	12	-	-
32	チオジカルブ及びメソミル	メソミル	5.2	ポジティブ	163.1	80	88.0	4	-	-
33	テトラクロルビンホス	テトラクロルビンホス	20.6	ポジティブ	364.9	100	126.9	12	203.9	40
34	テルブトリン	テルブトリン	18.0	ポジティブ	242.1	140	158.0	20	200	16
35	テルブホス	テルブホス	27.8	ポジティブ	289.0	120	57.0	20	103	0
36	トリアレート	トリアレート	26.3	ポジティブ	304.0	100	86.0	12	43.1	24
37	トリクラミド	トリクラミド	21.8	ポジティブ	340.0	110	149.0	21	121	25
38	トリフルミゾール	トリフルミゾール	21.6	ポジティブ	346.1	104	73.1	12	43.1	24
39	トリフルミゾール	トリフルミゾール代謝物	10.8	ポジティブ	295.1	130	73.1	17	55.2	25
40	2-(1-ナフチル)アセタミド	2-(1-ナフチル)アセタミド	10.6	ポジティブ	186.1	80	141.0	16	115	40
41	ピフェノックス	ピフェノックス	23.0	ポジティブ	359.0	80	309.9	4	342	0
42	ピラゾホス	ピラゾホス	22.0	ポジティブ	374.1	140	222.1	20	238	20
43	ピラゾリネート	ピラゾリネート	22.6	ポジティブ	439.0	140	91.0	36	172.9	16
44	ピリダベン	ピリダベン	27.6	ポジティブ	365.2	100	147.1	24	-	-
45	ピリダリル	ピリダリル	30.8	ポジティブ	490.0	140	109.0	25	204	17
46	ピリフェノックス	(E)-ピリフェノックス	16.9	ポジティブ	295.0	140	93.0	20	66.1	40.0
47	ピリフェノックス	(Z)-ピリフェノックス	16.9	ポジティブ	295.0	140	93.0	20	66.1	40.0
48	ピリミジフェン	ピリミジフェン	22.9	ポジティブ	378.2	160	184.0	20	150.1	40
49	ピリミノバックメチル	ピリミノバックメチル	17.3	ポジティブ	362.1	120	330.1	8	174	20
50	フィプロニル	フィプロニル	21.0	ポジティブ	454.0	100	368.0	20	437	15
51	フェナリモル	フェナリモル	17.6	ポジティブ	331.0	180	268.0	20	81	36
52	フェンスルホチオン	フェンスルホチオン	15.2	ポジティブ	309.0	140	281.0	8	157	24
53	フェンチオン	フェンチオン	21.5	ポジティブ	279.0	128	169.0	12	247	6
54	フェンピロキシメート	フェンピロキシメート	26.0	ポジティブ	422.2	140	366.1	12	138	32
55	フェンプロバトリン	フェンプロバトリン	27.2	ポジティブ	350.2	100	125.1	12	97.1	28
56	フェンプロビモルブ	フェンプロビモルブ	15.9	ポジティブ	304.3	160	147.1	28	57.1	32
57	フルシラゾール	フルシラゾール	19.1	ポジティブ	316.1	180	247.0	16	165	28
58	フルバリネート	フルバリネート	29.0	ポジティブ	503.1	80	181.0	28	208	4
59	フルミオキサジン	フルミオキサジン	17.5	ポジティブ	355.0	120	327.0	12	299	28
60	フルリドン	フルリドン	17.1	ポジティブ	330.1	180	309.0	40	310	28
61	プロバルギット	プロバルギット	26.5	ポジティブ	368.2	100	231.1	4	57.1	20
62	ベルメトリン	cis-ベルメトリン	28.7	ポジティブ	408.1	100	183.1	20	355.2	4
63	ベルメトリン	tarans-ベルメトリン	28.9	ポジティブ	408.1	100	183.1	20	355.2	4
64	ボスカリド	ボスカリド	18.5	ポジティブ	343.0	140	307.0	16	-	-
65	メカルバム	メカルバム	20.7	ポジティブ	330.1	120	227.0	0	199	10
66	ルフェエスロン	ルフェエスロン	24.6	ポジティブ	511.0	120	158.0	16	-	-

* 1) 測定条件は、Muss Hunter Optimize (自動最適化ソフト)により最適化した条件を採用した。
* 2) 保持時間については、得られた最適化条件下で、Dynamic MRM (保持時間、測定範囲を自動設定)により設定した。
* 3) Frag(V)は、フラグメンター電圧(V)を示す。
* 4) CE(V)は、コリジョンエネルギー(V)を示す。

一の添加試料を1日1回(2併行)、5日間実施する枝分かれ実験計画により行った。

(2) 真度の確認及び精度評価

添加回収試験は、ガイドラインの規定により、一斉試験法の場合、一律基準値濃度(0.01mg/kg:0.01ppm)および各農薬の基準値に近い一定濃度とされていることから、既報と同様に一律基準値濃度の5倍相当を基準値濃度(0.05mg/kg:0.05ppm)として設定し、これらの2濃度で実施した。細切均一化した農産物を秤量し、2・4(2)で調製した一律基準値添加用標準溶液または基準値添加用標準溶液を玄米では0.5mL、野菜および果実では1mLを添加し、30分間放置後、2・6に従い試験溶液を調製し真度を求めた。真度の判定にあたっては、検液中の夾雑物(マトリックス)の影響で、イオン化の抑制や促進により真度の大幅な増減が見られたことから、算出にあたってはブランク試料溶液に添加濃度の2倍相当(50ng/mLまたは10ng/mL)の標準溶液を添加し、2倍希釈相当としたマトリックス添加標準溶液により真度を補正して求めた。

3 結果および考察

3・1 検量線および定量限界

2・7検量線の直線性、選択性および定量限界の確認結果を表3に示す。2・7に基づき検量線の R^2 (寄与率)を確認したところ、クロゾリネート、ジクロメジン、テルブホス、ピフェノックス、ピラゾリネートおよびメカルパムが6農産物すべてで目標値である $R^2 \geq 0.99$ を満たすことができなかった。また、EPN、アクリナトリン、イソキサジフェンエチル、オキシフルオフェン、ジクロシメットおよびフルバリネートの6化合物が玄米およびオレンジで $R^2 < 0.99$ であり、検量線の直線性の確認が困難であった。

定量限界は、オキシフルオフェンが $S/N=10$ における定量限界値が検液濃度5.3ng/mL(検体濃度:0.011ppm)、ジクロメジンが検液濃度5.2ng/mL(検体濃度:0.011ppm)となり、一律基準値濃度でもある試験法の目標とする定量限界値0.01ppmを満たすことができなかった。

また、テトラクロルビンホス等19成分については、 $S/N=10$ における定量限界値が3.7ng/mLから0.5ng/mLと十分な感度が得られなかったものの、目標とする定量限界検液濃度5ng/mLは満たしていた。それ以外の成分は、その1/10である0.5ng/mLより高感度な応答を示し、64成分が目標とする0.01ppmを十分満たした。

3・2 妥当性評価試験

(1) 選択性

5ng/mLの測定用標準溶液のピーク面積に対して、ブランク試料を用い、対象成分と同一保持時間にピークが

存在するか、存在した場合は、標準溶液のピーク面積の1/3未満であるか評価した。

その結果、テルブホスがオレンジ、ばれいしょを除く4農産物で、オキシフルオフェン、ジクロメジンおよびピフェノックスが玄米、ほうれんそう、キャベツの3農産物で、ジクロシメットおよびフルバリネートが玄米で、プロパルギットおよびメカルパムがトマトで、イマザリルがオレンジで一律基準値濃度に相当するピークの1/3以上であったため、評価から除外することとした。

(2) 真度および精度

検量線の直線性、定量限界および選択性の項目が適合したものについて、真度および精度を評価した。今回の添加回収試験では添加量を一律基準値濃度(0.01ppm)および基準値濃度(0.05ppm)としたため、ガイドラインの規定により真度は70~120%、併行精度(RSD%)は基準値濃度では15%未満、一律基準値濃度では25%未満となる。また、室内精度(RSD%)は基準値濃度では20%未満、一律基準値濃度では30%未満となる。

結果は表4に示すとおりであった。真度が一律基準値添加、基準値添加のいずれかが70%を下回ったものは、玄米8成分、ほうれんそう9成分、キャベツ13成分、ばれいしょ13成分、トマト11成分、オレンジ3成分であった。また、120%を超えたものは、玄米で α -クロルフェンビンホス、メソミルが、ほうれんそうで α -、 β -クロルフェンビンホス、メソミルおよびテトラクロルビンホスが、キャベツで α -クロルフェンビンホス、テトラクロルビンホスが、ばれいしょでイソフェンホスオキソン、フィプロニルが、トマトでイソフェンホスオキソン、 α -、 β -クロルフェンビンホス、テトラクロルビンホスおよびフルミオキサジンが、オレンジでテトラクロルビンホスが120%を超えた。なお、玄米およびほうれんそうのチオジカルブおよびメソミルについては、抽出・精製操作中にチオジカルブが分解してメソミルに変換したことが原因と考えられた。また、精度については、真度が目標値を満たしたもののうち、ほうれんそうではアバメクチンB1およびジクロシメットが、キャベツでジクロシメットおよびチオジカルブが、ばれいしょでジクロシメットおよびダイアジノンが、オレンジでフルミオキサジンが目標値を満たさなかった。

農産物ごとに適合数をみると、表5に示すとおり、6農産物すべて適合したものがアジンホスメチル等34成分、5農産物が2成分、4農産物が6成分、3農産物以下が11成分、すべての農産物で不適合であったのが、アクリナトリン、アバメクチンB1、イソキサジフェンエチル、オキシフルオフェン、オメトエート、クロゾリネート、ジクロシメット、ジクロメジン、テルブホス、ピフェノックス、ピラゾリネート、フルバリネートおよ

表3 検量線の直線性, 選択性および定量限界の確認

成分名	玄米		ほうれんそう		キャベツ		ばれいしょ		トマト		オレンジ		S/N=10にお ける定量限界 (ng/mL)
	検量線 R ²	選択性	検量線 R ²	選択性	検量線 R ²	選択性	検量線 R ²	選択性	検量線 R ²	選択性	検量線 R ²	選択性	
EPN	0.984	○	0.994	○	0.994	○	0.994	○	0.994	○	0.984	○	0.7
アクリナトリン	0.987	○	0.992	○	0.992	○	0.992	○	0.992	○	0.987	○	1.9
アジンホスメチル	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
アバメクチンB1	0.998	○	0.995	○	0.995	○	0.995	○	0.995	○	0.998	○	2.1
アラクロール	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
イソキサジフェンエチル	0.950	○	0.993	○	0.993	○	0.993	○	0.993	○	0.950	○	<0.5
イソフェンホス	0.998	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.998	○	0.7
イソフェンホスオキソン	0.998	○	0.997	○	0.997	○	0.997	○	0.997	○	0.998	○	2.0
イマザリル	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	×	<0.5
イミベンコナゾール	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
イミベンコナゾール脱ベンジル体	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
2,4-ジクロロアニリン	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
エディフェンホス	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
エトベンザニド	0.996	○	0.997	○	0.997	○	0.997	○	0.997	○	0.996	○	0.5
オキシフルオフェン	0.988	×	0.993	×	0.993	×	0.993	○	0.993	○	0.988	○	5.3
オメエート	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
クロゾリネート	0.865	○	0.975	○	0.975	○	0.975	○	0.975	○	0.865	○	<0.5
クロメブロップ	0.998	○	0.997	○	0.997	○	0.997	○	0.997	○	0.998	○	0.8
クロラントラリニブロール	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
クロルピリホス	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
クロルフェンソフ	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
α-クロルフェンピホス	0.998	○	0.998	○	0.998	○	0.998	○	0.998	○	0.998	○	<0.5
β-クロルフェンピホス	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
クロルプロファミ	0.997	○	0.995	○	0.995	○	0.995	○	0.995	○	0.997	○	2.8
シアゾファミド	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
ジクロシメット	0.989	×	0.996	○	0.996	○	0.996	○	0.996	○	0.989	○	<0.5
ジクロメジン	0.983	×	0.988	×	0.988	×	0.988	○	0.988	○	0.983	○	5.2
ジスルホトン	0.995	○	0.993	○	0.993	○	0.993	○	0.993	○	0.995	○	<0.5
シメコナゾール	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	1.1
ダイアジノン	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
チオジカルブ	0.998	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.998	○	<0.5
メソミル	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
テトラクロルピホス	0.997	○	0.995	○	0.995	○	0.995	○	0.995	○	0.997	○	3.7
テルブトリン	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
テルブホス	0.433	×	0.158	×	0.158	×	0.158	○	0.158	×	0.433	○	<0.5
トリアレート	0.998	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.998	○	2.0
トリクラミド	0.998	○	0.996	○	0.996	○	0.996	○	0.996	○	0.998	○	0.6
トリフルミゾール	0.997	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.997	○	<0.5
トリフルミゾール代謝物	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
2-(1-ナフチル)アセタミド	0.998	○	0.998	○	0.998	○	0.998	○	0.998	○	0.998	○	<0.5
ピフェノックス	0.927	×	0.911	×	0.911	×	0.911	○	0.911	○	0.927	○	<0.5
ピラゾホス	0.998	○	0.997	○	0.997	○	0.997	○	0.997	○	0.998	○	<0.5
ピラゾリネート	0.880	○	0.989	○	0.989	○	0.989	○	0.989	○	0.880	○	<0.5
ピリダベン	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
ピリダリル	0.998	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.998	○	<0.5
(E)-ピリフェノックス	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
(Z)-ピリフェノックス	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
ピリミジフェン	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
ピリミノバクメチル	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
フィプロニル	0.990	○	0.992	○	0.992	○	0.992	○	0.992	○	0.990	○	2.2
フェナリモル	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
フェンスルホチオン	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
フェンチオン	0.996	○	0.997	○	0.997	○	0.997	○	0.997	○	0.996	○	0.6
フェンピロキシメート	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
フェンプロバトリン	0.998	○	0.998	○	0.998	○	0.998	○	0.998	○	0.998	○	0.9
フェンプロビモルブ	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
フルシラゾール	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
フルバリネート	0.940	×	0.996	○	0.996	○	0.996	○	0.996	○	0.940	○	<0.5
フルミオキサジン	0.998	○	0.992	○	0.992	○	0.992	○	0.992	○	0.998	○	2.2
フルリドン	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
プロバルギット	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	×	0.999	○	<0.5
cis-ベルメトリン	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.7
tarans-ベルメトリン	0.991	○	0.993	○	0.993	○	0.993	○	0.993	○	0.991	○	0.9
ボスカリド	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	0.999	○	<0.5
メカルバム	0.863	○	0.970	○	0.970	○	0.970	○	0.970	×	0.863	○	<0.5
ルフェズロン	0.999	○	0.997	○	0.997	○	0.997	○	0.997	○	0.999	○	0.9

※1) S/N=10における定量限界 (ng/mL) とは, 標準溶液10ng/mL (検体濃度:0.01ppm) または1ng/mL (検体濃度:0.001ppm) 注入時のS/N比から, S/N=10における定量限界値を求めたもの。5ng/mL以下が適合となる。

※2) 検量線の寄与率 (R²) については, 一律基準値濃度添加または基準値濃度添加時の検量線の寄与率の低い方の値を示した。

※3) 選択性欄中の「○」は, 一律基準値濃度である5ng/mLの標準溶液のピーク面積に対して試料 (ブランク) 溶液のピーク面積が1/3未満であったものを示す。

表 4-1 農産物・添加濃度別妥当性評価結果

No.	成分名	女 米									ほうれんそう								
		検量線 定量限界 選択性	一律基準添加 (0.01ppm)			基準値添加 (0.05ppm)			評価 結果	検量線 定量限界 選択性	一律基準添加 (0.01ppm)			基準値添加 (0.05ppm)			評価 結果		
			真度	併行 精度	室内 精度	真度	併行 精度	室内 精度			真度	併行 精度	室内 精度	真度	併行 精度	室内 精度			
		54	70-120%	<25%	<30%	70-120%	<15%	<20%	43	59	70-120%	<25%	<30%	70-120%	<15%	<20%	44		
1	EPN	×	-	-	-	-	-	-	×	○	96.4%	17.7%	15.7%	95.6%	2.5%	4.3%	○		
2	アクリナトリン	×	-	-	-	-	-	-	×	○	44.3%	30.3%	24.6%	22.9%	25.5%	35.6%	×		
3	アジンホスメチル	○	100.2%	5.9%	5.7%	108.2%	3.2%	4.4%	○	○	107.5%	10.7%	10.6%	96.8%	1.9%	2.5%	○		
4	アバメクチンB1	○	37.9%	33.8%	29.5%	62.9%	13.7%	22.6%	×	○	80.3%	8.7%	20.0%	95.1%	19.4%	15.1%	×		
5	アラクロール	○	100.4%	5.2%	4.7%	105.2%	4.4%	5.3%	○	○	96.2%	10.5%	8.7%	98.5%	1.7%	3.1%	○		
6	イソキサジフェンエチル	×	-	-	-	-	-	-	×	○	15.4%	38.9%	40.3%	4.2%	45.9%	72.1%	×		
7	イソフェンホス	○	110.0%	18.1%	14.7%	114.6%	5.9%	6.1%	○	○	94.8%	13.4%	10.1%	103.4%	4.5%	4.3%	○		
8	イソフェンホスオキソン	○	93.1%	22.6%	17.8%	105.4%	4.5%	7.9%	○	○	75.6%	11.7%	13.9%	92.9%	3.6%	6.9%	○		
9	イマザリル	○	92.1%	5.3%	5.8%	100.4%	4.2%	5.0%	○	○	50.3%	15.5%	11.8%	56.7%	4.0%	13.3%	×		
10	イミベンコナゾール	○	97.8%	6.9%	7.1%	98.0%	5.1%	5.1%	○	○	94.3%	7.5%	6.7%	94.1%	2.3%	2.9%	○		
11	イミベンコナゾール脱ベンジル体	○	99.9%	7.7%	5.8%	102.6%	5.0%	5.6%	○	○	95.7%	8.6%	8.1%	97.0%	3.1%	3.3%	○		
12	2,4-ジクロロアニリン	○	101.8%	8.4%	7.9%	107.0%	4.7%	4.8%	○	○	93.5%	11.7%	10.0%	100.5%	2.8%	3.3%	○		
13	エディフェンホス	○	90.7%	6.0%	5.4%	90.8%	4.9%	4.4%	○	○	90.2%	8.7%	8.3%	86.6%	3.1%	3.9%	○		
14	エトベンザニド	○	20.3%	13.5%	22.1%	25.5%	22.7%	19.5%	×	○	95.1%	11.9%	9.2%	99.7%	2.0%	2.2%	○		
15	オキシフルオフェン	×	-	-	-	-	-	-	×	×	-	-	-	-	-	-	×		
16	オモトエート	○	58.0%	5.1%	4.6%	60.0%	4.5%	5.4%	×	○	58.4%	10.6%	10.4%	57.6%	2.8%	3.7%	×		
17	クロゾリネート	×	-	-	-	-	-	-	×	×	-	-	-	-	-	-	×		
18	クロメブロップ	○	110.8%	19.7%	20.5%	104.2%	4.2%	4.3%	○	○	108.7%	12.2%	12.4%	101.4%	3.2%	3.5%	○		
19	クロラントラニプロール	○	98.0%	4.8%	6.3%	105.5%	4.4%	5.8%	○	○	99.4%	8.2%	6.9%	101.5%	2.8%	2.6%	○		
20	クロルピリホス	○	91.5%	5.0%	5.5%	106.5%	4.0%	4.5%	○	○	93.3%	11.7%	10.6%	98.8%	2.8%	2.4%	○		
21	クロルフェンソ	○	98.9%	6.8%	6.4%	106.3%	4.7%	4.9%	○	○	100.2%	8.9%	7.4%	102.4%	1.4%	1.4%	○		
22	α-クロルフェンビンホス	○	120.9%	5.9%	5.6%	105.6%	4.2%	4.9%	×	○	121.8%	8.8%	8.3%	98.3%	1.6%	2.0%	×		
23	β-クロルフェンビンホス	○	116.7%	6.5%	6.4%	104.6%	4.7%	5.6%	○	○	120.1%	8.9%	7.8%	99.8%	1.4%	2.0%	×		
24	クロルプロファム	○	100.5%	14.5%	17.1%	103.0%	6.8%	9.3%	○	○	89.1%	18.8%	15.3%	106.4%	4.0%	4.3%	○		
25	シアゾファミド	○	73.4%	3.6%	9.9%	72.3%	5.0%	5.2%	○	○	72.8%	6.9%	7.2%	66.7%	3.3%	5.7%	×		
26	ジクロシメット	×	-	-	-	-	-	-	×	○	92.3%	27.1%	35.4%	94.0%	15.6%	17.2%	×		
27	ジクロメジン	×	-	-	-	-	-	-	×	×	-	-	-	-	-	-	×		
28	ジスルホトン	○	74.3%	10.8%	13.8%	91.3%	5.4%	5.4%	○	○	50.3%	5.8%	13.3%	61.2%	5.8%	16.1%	×		
29	シメコナゾール	○	92.6%	3.8%	9.2%	96.2%	4.5%	5.8%	○	○	96.7%	6.9%	8.9%	97.6%	3.2%	3.5%	○		
30	ダイアジノン	○	97.2%	7.2%	6.8%	98.8%	3.8%	4.7%	○	○	87.6%	7.3%	6.9%	89.7%	2.3%	3.5%	○		
31	チオジカルブ	○	-	-	-	-	-	-	×	○	47.3%	8.5%	24.5%	60.2%	7.6%	18.5%	×		
32	メソミル	○	168.4%	4.7%	7.1%	169.4%	3.3%	8.8%	×	○	127.8%	10.2%	11.8%	121.2%	3.1%	5.9%	×		
33	テトラクルビンホス	○	117.9%	14.4%	11.4%	113.5%	3.9%	9.6%	○	○	178.0%	40.1%	35.4%	93.1%	6.1%	7.9%	×		
34	テルブトリン	○	99.7%	7.2%	6.4%	104.9%	3.8%	4.5%	○	○	97.6%	8.7%	8.2%	99.1%	2.2%	3.2%	○		
35	テルブホス	×	-	-	-	-	-	-	×	×	-	-	-	-	-	-	×		
36	トリアレート	○	92.2%	6.7%	11.7%	93.4%	4.0%	4.7%	○	○	97.0%	14.6%	13.3%	98.5%	2.5%	3.0%	○		
37	トリクラミド	○	19.0%	20.5%	27.3%	24.6%	20.4%	20.1%	×	○	106.4%	9.9%	7.5%	98.1%	3.8%	4.3%	○		
38	トリフルミゾール	○	69.9%	5.1%	7.3%	62.2%	8.8%	8.6%	×	○	66.7%	10.0%	9.2%	54.9%	7.0%	10.3%	×		
39	トリフルミゾール代謝物	○	100.1%	6.7%	5.9%	105.2%	3.9%	5.2%	○	○	99.6%	8.3%	7.7%	98.4%	1.7%	3.2%	○		
40	2-(1-ナフチル)アセタミド	○	95.4%	6.7%	6.3%	101.9%	4.1%	4.7%	○	○	96.4%	9.2%	8.1%	98.6%	1.8%	2.5%	○		
41	ピフェノックス	×	-	-	-	-	-	-	×	×	-	-	-	-	-	-	×		
42	ピラゾホス	○	100.0%	7.7%	6.7%	102.8%	5.6%	5.0%	○	○	101.5%	11.5%	10.6%	96.7%	2.7%	3.5%	○		
43	ピラゾリネート	×	-	-	-	-	-	-	×	×	-	-	-	-	-	-	×		
44	ピリダベン	○	94.3%	6.6%	5.6%	99.1%	3.6%	3.0%	○	○	96.9%	7.7%	8.6%	99.9%	1.3%	2.3%	○		
45	ピリダリル	○	20.9%	31.4%	46.0%	27.1%	34.5%	27.7%	×	○	105.0%	12.0%	9.1%	98.0%	3.7%	4.3%	○		
46	(E)-ピリフェノックス	○	97.7%	6.7%	6.2%	103.7%	3.8%	4.9%	○	○	87.5%	8.1%	7.5%	90.6%	2.3%	3.1%	○		
47	(Z)-ピリフェノックス	○	98.7%	7.3%	6.5%	103.7%	4.5%	5.3%	○	○	85.8%	9.0%	7.9%	89.9%	2.3%	3.0%	○		
48	ピリミジフェン	○	19.6%	21.7%	41.8%	30.9%	15.3%	16.9%	×	○	99.2%	9.5%	8.2%	99.3%	1.6%	2.1%	○		
49	ピリミノバックメチル	○	99.7%	6.7%	5.9%	105.3%	4.4%	4.6%	○	○	99.8%	9.2%	8.2%	99.5%	1.7%	2.6%	○		
50	フィプロニル	○	94.8%	12.5%	11.1%	97.2%	10.6%	9.5%	○	○	87.2%	22.2%	21.8%	100.7%	8.4%	9.0%	○		
51	フェナリモル	○	104.4%	8.4%	8.4%	103.1%	6.6%	5.6%	○	○	105.4%	14.5%	12.6%	98.5%	3.6%	3.9%	○		
52	フェンスルホチオン	○	100.4%	6.0%	5.8%	103.9%	3.9%	5.4%	○	○	97.6%	9.7%	9.3%	101.5%	1.5%	2.7%	○		
53	フェンチオン	○	69.0%	8.7%	25.3%	99.5%	7.6%	7.4%	×	○	71.8%	12.2%	14.3%	94.6%	4.5%	6.6%	○		
54	フェンピロキシメート	○	101.0%	6.3%	5.8%	105.4%	3.4%	4.6%	○	○	99.6%	8.9%	7.8%	99.4%	1.8%	2.5%	○		
55	フェンプロバトリン	○	98.1%	4.2%	7.0%	96.3%	3.7%	4.7%	○	○	108.1%	13.4%	14.4%	97.8%	3.2%	8.8%	○		
56	フェンプロビモルブ	○	94.8%	6.2%	6.2%	99.9%	4.6%	4.6%	○	○	98.9%	8.7%	8.2%	99.4%	1.4%	2.7%	○		
57	フルシラゾール	○	101.5%	6.3%	5.7%	107.5%	4.0%	4.3%	○	○	98.2%	8.5%	8.0%	102.5%	2.4%	2.1%	○		
58	フルバリネート	×	-	-	-	-	-	-	×	○	13.8%	37.9%	37.3%	3.4%	41.1%	70.1%	×		
59	フルミオキサジン	○	93.5%	21.9%	17.4%	107.3%	7.1%	9.3%	○	○	100.8%	15.3%	16.2%	105.3%	8.2%	6.5%	○		
60	フルリドン	○	98.3%	6.7%	6.5%	104.9%	4.2%	4.7%	○	○	98.4%	8.7%	8.0%	101.1%	1.3%	2.0%	○		
61	プロバルギット	○	95.6%	7.2%	6.5%	100.0%	4.9%	4.5%	○	○	94.5%	9.8%	8.7%	92.2%	2.1%	3.2%	○		
62	cis-ベルメトリン	○	90.1%	8.9%	9.1%	92.7%	4.6%	5.6%	○	○	91.3%	10.9%	10.3%	93.4%	1.5%	6.0%	○		
63	tarans-ベルメトリン	○	84.0%	24.8%	19.7%	91.2%	11.1%	8.0%	○	○	95.4%	10.3%	16.8%	98.7%	2.8%	3.6%	○		
64	ボスカリド	○	100.3%	6.6%	6.3%	105.8%	4.4%	5.0%	○	○	100.1%	8.3%	6.9%	101.2%	1.9%	1.8%	○		
65	メカルバム	×	-	-	-	-	-	-	×	×	-	-	-	-	-	-	×		
66	ルフェヌロン	○	96.4%	15.8%	13.9%	102.7%	4.2%	4.9%	○	○	96.8%	14.5%	16.0%	96.1%	3.4%	5.1%	○		

検量線・定量限界・選択性欄：「○」はすべて適合したもので、「×」は各項目で不適合が確認されたもの。
 真度、併行精度および室内精度については、検量線・定量限界・選択性のいずれかの項目が不適合の場合は、「-」とした。
 真度欄：真度の値 数値 70%を下回ったもの（不適合）、数値 120%を超えたもの（不適合）、検量線・定量限界・選択性が不適合の場合は「-」とした。
 併行精度欄：一律基準値添加の場合、25%未満で適合、25%を超える場合は不適合、基準値添加の場合、15%未満で適合、15%を超える場合は不適合。
 室内精度欄：一律基準値添加の場合、30%未満で適合、30%を超える場合は不適合、基準値添加の場合、20%未満で適合、20%を超える場合は不適合。
 評価結果欄：「○」評価項目すべて適合、「×」評価項目のうち不適合項目があったもの。目標値に適合した化合物数は評価結果欄に記載。

表 4-2 農産物・添加濃度別妥当性評価結果

No.	成分名	キャベツ									ばれいしょ								
		検量線 定量限界 選択性	一律基準添加 (0.01ppm)			基準値添加 (0.05ppm)			評価 結果	検量線 定量限界 選択性	一律基準添加 (0.01ppm)			基準値添加 (0.05ppm)			評価 結果		
			真度	併行 精度	室内 精度	真度	併行 精度	室内 精度			真度	併行 精度	室内 精度	真度	併行 精度	室内 精度			
		59	70-120%	<25%	<30%	70-120%	<15%	<20%	42	59	70-120%	<25%	<30%	70-120%	<15%	<20%	42		
1	EPN	○	98.7%	12.5%	12.2%	95.5%	3.1%	6.8%	○	○	95.9%	11.4%	12.6%	94.1%	13.0%	10.5%	○		
2	アクリナトリン	○	34.2%	28.0%	29.0%	29.4%	7.3%	19.1%	×	○	43.1%	24.5%	27.6%	103.9%	31.4%	27.7%	×		
3	アジンホスメチル	○	107.1%	6.1%	7.5%	103.9%	3.3%	5.0%	○	○	94.8%	7.9%	7.3%	87.7%	8.7%	10.1%	○		
4	アバメクチンB1	○	32.9%	60.9%	51.7%	59.1%	5.1%	10.0%	×	○	35.4%	20.2%	36.5%	96.4%	13.0%	18.6%	×		
5	アラクロール	○	96.1%	4.8%	6.1%	99.9%	2.6%	4.9%	○	○	96.8%	7.5%	6.4%	87.8%	11.5%	11.3%	○		
6	イソキサジフェンエチル	○	15.4%	27.5%	32.3%	6.3%	33.6%	45.1%	×	○	15.6%	23.0%	25.9%	109.1%	49.7%	53.2%	×		
7	イソフェンホス	○	89.3%	7.9%	10.8%	102.6%	5.8%	6.0%	○	○	86.9%	8.8%	8.6%	88.8%	12.2%	12.1%	○		
8	イソフェンホスオキソン	○	113.9%	11.0%	13.5%	99.9%	6.5%	9.0%	○	○	145.1%	15.8%	15.5%	81.9%	10.1%	15.0%	×		
9	イマザリル	○	59.3%	4.3%	9.9%	64.5%	4.1%	7.1%	×	○	89.2%	6.5%	6.1%	89.6%	11.5%	11.0%	○		
10	イミベンコナゾール	○	92.6%	5.4%	7.1%	96.2%	2.4%	4.7%	○	○	96.3%	6.3%	6.3%	88.8%	10.8%	11.1%	○		
11	イミベンコナゾール脱ベンジル体	○	93.6%	4.4%	6.0%	98.6%	2.8%	4.7%	○	○	93.9%	6.2%	5.1%	90.8%	11.7%	10.3%	○		
12	2,4-ジクロロアニリン	○	99.7%	4.3%	4.3%	98.3%	3.0%	4.6%	○	○	95.2%	7.1%	6.2%	89.1%	12.1%	11.1%	○		
13	エディフェンホス	○	88.0%	4.0%	5.5%	89.6%	1.7%	4.8%	○	○	89.3%	7.1%	6.0%	88.8%	10.7%	10.8%	○		
14	エトベンザニド	○	40.5%	24.6%	25.1%	55.3%	12.3%	14.8%	×	○	49.9%	17.5%	26.9%	78.3%	26.1%	25.0%	×		
15	オキシフルオフェン	×	-	-	-	-	-	-	×	×	-	-	-	-	-	-	×		
16	オモトエート	○	57.2%	3.3%	4.8%	58.9%	1.5%	4.5%	×	○	58.0%	5.3%	4.2%	90.9%	8.3%	8.5%	×		
17	クロゾリネート	×	-	-	-	-	-	-	×	×	-	-	-	-	-	-	×		
18	クロメブロップ	○	97.1%	2.9%	6.5%	100.3%	4.0%	5.0%	○	○	94.6%	18.2%	21.2%	90.5%	9.7%	9.3%	○		
19	クロラントラニプロール	○	93.4%	6.8%	8.1%	100.6%	3.1%	5.4%	○	○	103.3%	3.4%	6.9%	90.5%	9.4%	9.3%	○		
20	クロルピリホス	○	94.5%	6.1%	12.0%	99.6%	3.7%	5.1%	○	○	100.7%	8.2%	6.6%	89.8%	11.0%	10.2%	○		
21	クロルフェンソ	○	100.4%	3.5%	4.6%	103.5%	1.6%	3.9%	○	○	100.5%	5.2%	5.9%	90.7%	10.6%	9.6%	○		
22	α-クロルフェンビンホス	○	121.7%	5.0%	5.9%	101.8%	2.3%	4.1%	×	○	119.7%	7.1%	5.6%	90.4%	10.4%	9.6%	○		
23	β-クロルフェンビンホス	○	118.1%	4.3%	6.1%	100.3%	2.3%	3.9%	○	○	118.6%	5.6%	5.9%	89.9%	10.6%	10.0%	○		
24	クロルプロファム	○	89.1%	18.2%	14.8%	108.6%	4.8%	7.5%	○	○	80.9%	6.5%	15.1%	89.7%	10.5%	9.9%	○		
25	シアゾファミド	○	74.4%	4.5%	9.3%	69.0%	3.6%	5.7%	×	○	71.0%	9.9%	11.2%	92.4%	12.8%	10.9%	○		
26	ジクロシメット	○	73.0%	26.0%	40.3%	116.1%	26.4%	22.8%	×	○	78.2%	29.7%	31.8%	90.7%	10.4%	9.5%	×		
27	ジクロメジン	×	-	-	-	-	-	-	×	×	-	-	-	-	-	-	×		
28	ジスルホトン	○	36.5%	22.6%	32.9%	54.2%	19.5%	26.2%	×	○	26.1%	23.5%	72.2%	82.2%	42.8%	66.5%	×		
29	シメコナゾール	○	89.9%	5.3%	10.0%	95.3%	2.9%	4.7%	○	○	97.7%	6.3%	4.6%	88.7%	10.8%	11.0%	○		
30	ダイアジノン	○	77.7%	5.7%	4.5%	88.9%	5.1%	5.2%	○	○	78.0%	7.2%	13.9%	79.6%	13.1%	31.7%	×		
31	チオジカルブ	○	75.0%	25.7%	25.1%	77.9%	6.8%	6.4%	×	○	88.7%	10.1%	8.6%	90.0%	9.5%	9.8%	○		
32	メソミル	○	111.2%	17.8%	16.4%	111.4%	6.3%	7.8%	○	○	95.4%	2.7%	4.4%	89.5%	10.9%	10.2%	○		
33	テトラクルビンホス	○	136.4%	11.7%	14.6%	106.4%	6.8%	7.8%	×	○	0.0%	-	-	90.1%	10.2%	9.7%	×		
34	テルブトリン	○	98.0%	4.6%	5.6%	99.5%	2.5%	4.4%	○	○	95.0%	5.4%	4.4%	89.6%	10.0%	9.8%	○		
35	テルブホス	×	-	-	-	-	-	-	×	×	-	-	-	-	-	-	×		
36	トリアレート	○	84.9%	13.5%	11.7%	92.5%	4.6%	7.3%	○	○	92.1%	9.6%	11.9%	87.9%	12.1%	12.4%	○		
37	トリクラミド	○	40.7%	28.2%	28.4%	57.9%	18.7%	18.0%	×	○	44.8%	19.8%	25.2%	77.2%	28.0%	26.3%	×		
38	トリフルミゾール	○	49.3%	10.5%	12.1%	48.6%	3.9%	7.3%	×	○	67.3%	8.3%	7.5%	89.2%	11.0%	13.2%	×		
39	トリフルミゾール代謝物	○	108.4%	7.6%	9.8%	109.5%	3.1%	7.1%	○	○	90.4%	7.6%	6.2%	89.8%	10.6%	10.1%	○		
40	2-(1-ナフチル)アセタミド	○	97.0%	4.1%	5.5%	99.0%	2.1%	4.4%	○	○	97.1%	5.8%	5.3%	90.6%	10.3%	9.5%	○		
41	ピフェノックス	×	-	-	-	-	-	-	×	×	-	-	-	-	-	-	×		
42	ピラゾホス	○	92.6%	4.4%	5.2%	98.2%	3.3%	5.3%	○	○	98.0%	7.0%	8.6%	87.1%	12.0%	11.9%	○		
43	ピラゾリネート	×	-	-	-	-	-	-	×	×	-	-	-	-	-	-	×		
44	ピリダベン	○	93.8%	4.0%	4.0%	98.7%	1.2%	4.1%	○	○	95.5%	4.7%	4.0%	90.7%	9.9%	9.3%	○		
45	ピリダリル	○	42.6%	25.0%	33.3%	58.1%	19.0%	18.5%	×	○	47.8%	32.2%	31.4%	78.4%	23.1%	26.0%	×		
46	(E)-ピリフェノックス	○	88.8%	3.9%	5.9%	92.8%	3.2%	4.6%	○	○	81.2%	9.0%	8.0%	89.2%	12.3%	11.3%	○		
47	(Z)-ピリフェノックス	○	86.1%	3.9%	5.0%	92.7%	3.4%	4.4%	○	○	79.1%	9.5%	8.1%	89.5%	12.1%	11.1%	○		
48	ピリミジフェン	○	60.3%	15.4%	17.9%	80.0%	6.1%	6.1%	×	○	6.0%	31.3%	72.1%	86.2%	37.7%	40.6%	×		
49	ピリミノバックメチル	○	96.9%	4.4%	5.9%	99.7%	2.0%	4.1%	○	○	96.6%	5.9%	4.6%	89.2%	11.2%	10.6%	○		
50	フィプロニル	○	100.5%	11.5%	17.6%	94.4%	9.8%	8.0%	○	○	165.1%	18.6%	23.5%	90.0%	14.6%	13.2%	×		
51	フェナリモル	○	98.2%	8.5%	9.1%	100.7%	4.9%	4.8%	○	○	101.2%	6.3%	8.0%	92.1%	9.1%	9.2%	○		
52	フェンスルホチオン	○	101.0%	4.3%	6.1%	103.7%	2.8%	5.3%	○	○	97.9%	6.2%	4.9%	88.0%	11.5%	11.2%	○		
53	フェンチオン	○	77.9%	12.4%	14.3%	89.5%	6.2%	5.0%	○	○	0.0%	-	-	79.3%	13.0%	35.2%	×		
54	フェンピロキシメート	○	97.7%	5.0%	6.2%	100.5%	2.7%	4.5%	○	○	100.6%	5.6%	5.3%	89.8%	11.1%	10.1%	○		
55	フェンプロバトリン	○	89.6%	9.6%	10.1%	114.8%	7.3%	11.6%	○	○	93.9%	8.0%	6.9%	91.3%	12.4%	11.4%	○		
56	フェンプロビモルブ	○	97.2%	4.8%	6.6%	99.6%	2.1%	4.5%	○	○	93.1%	6.7%	6.0%	89.1%	10.4%	10.2%	○		
57	フルシラゾール	○	87.9%	4.0%	6.6%	94.6%	3.5%	5.0%	○	○	99.6%	7.8%	6.9%	89.1%	11.2%	10.5%	○		
58	フルバリネート	○	13.8%	27.5%	26.5%	5.9%	24.9%	35.6%	×	○	14.8%	33.3%	28.1%	108.5%	48.2%	54.7%	×		
59	フルミオキサジン	○	110.9%	10.4%	14.9%	102.8%	5.3%	9.1%	○	○	116.3%	21.1%	17.5%	102.0%	11.9%	8.5%	○		
60	フルリドン	○	98.5%	4.7%	6.1%	100.6%	2.2%	4.3%	○	○	94.9%	6.1%	5.0%	89.4%	10.6%	10.4%	○		
61	プロバルギット	○	93.9%	5.0%	6.0%	94.9%	2.2%	4.3%	○	○	95.6%	5.7%	4.8%	90.2%	10.7%	10.2%	○		
62	cis-ベルメトリン	○	95.4%	6.1%	6.8%	97.4%	4.2%	7.1%	○	○	82.3%	8.3%	10.2%	92.5%	10.4%	8.9%	○		
63	tarans-ベルメトリン	○	94.8%	10.8%	14.8%	97.6%	4.6%	6.0%	○	○	105.6%	6.8%	10.8%	90.3%	6.9%	9.0%	○		
64	ボスカリド	○	98.4%	5.9%	5.4%	100.4%	2.5%	4.9%	○	○	101.2%	5.8%	5.6%	88.9%	11.2%	10.6%	○		
65	メカルバム	×	-	-	-	-	-	-	×	×	-	-	-	-	-	-	×		
66	ルフェヌロン	○	91.7%	8.0%	8.8%	102.2%	5.7%	6.1%	○	○	93.9%	10.7%	16.6%	90.3%	12.2%	11.1%	○		

検量線・定量限界・選択性欄：「○」はすべて適合したもの、「×」は各項目で不適合が確認されたもの。
 真度、併行精度および室内精度については、検量線・定量限界・選択性のいずれかの項目が不適合の場合は、「-」とした。
 真度欄：真度の値 数値 70%を下回ったもの（不適合）、数値 120%を超えたもの（不適合）、検量線・定量限界・選択性が不適合の場合は「-」とした。
 併行精度欄：一律基準値添加の場合、25%未満で適合、25%を超える場合は不適合、基準値添加の場合、15%未満で適合、15%を超える場合は不適合。
 室内精度欄：一律基準値添加の場合、30%未満で適合、30%を超える場合は不適合、基準値添加の場合、20%未満で適合、20%を超える場合は不適合。
 評価結果欄：「○」評価項目すべて適合、「×」評価項目のうち不適合項目があったもの。目標値に適合した化合物数は評価結果欄に記載。

表 4-3 農産物・添加濃度別妥当性評価結果

No.	成分名	トマト							オレンジ								
		検量線 定量限界 選択性	一律基準添加 (0.01ppm)			基準値添加 (0.05ppm)			評価 結果	検量線 定量限界 選択性	一律基準添加 (0.01ppm)			基準値添加 (0.05ppm)			評価 結果
			真度	併行 精度	室内 精度	真度	併行 精度	室内 精度			真度	併行 精度	室内 精度	真度	併行 精度	室内 精度	
		59	70-120%	<25%	<30%	70-120%	<15%	<20%	42	53	70-120%	<25%	<30%	70-120%	<15%	<20%	48
1	EPN	○	89.8%	11.8%	10.9%	101.8%	7.0%	5.3%	○	×	-	-	-	-	-	-	×
2	アクリナトリン	○	58.5%	19.6%	14.2%	29.1%	22.4%	29.8%	×	×	-	-	-	-	-	-	×
3	アジンホスメチル	○	108.2%	9.5%	9.5%	105.4%	1.3%	3.5%	○	○	98.2%	8.2%	8.1%	102.9%	3.9%	3.9%	○
4	アバメクチンB1	○	52.3%	19.4%	52.3%	62.2%	5.4%	22.7%	×	○	64.9%	21.6%	23.7%	80.1%	8.6%	12.0%	×
5	アラクロール	○	97.7%	5.3%	6.8%	105.3%	2.4%	2.5%	○	○	93.4%	6.4%	5.6%	100.5%	2.4%	3.5%	○
6	イソキサジフェンエチル	○	13.4%	13.4%	26.3%	4.1%	51.1%	61.0%	×	×	-	-	-	-	-	-	×
7	イソフェンホス	○	118.1%	1.9%	8.9%	97.1%	3.2%	3.7%	○	○	93.8%	7.5%	7.8%	98.3%	3.2%	4.7%	○
8	イソフェンホスオキソン	○	134.7%	6.1%	12.3%	108.0%	6.9%	6.0%	×	○	70.9%	24.7%	26.4%	98.0%	6.8%	7.7%	○
9	イマザリル	○	92.5%	4.1%	4.7%	97.4%	1.8%	3.8%	○	×	-	-	-	-	-	-	×
10	イミベンコナゾール	○	97.3%	4.7%	5.1%	100.2%	2.3%	3.1%	○	○	93.1%	6.2%	5.3%	98.0%	1.7%	3.5%	○
11	イミベンコナゾール脱ベンジル体	○	95.0%	1.5%	3.0%	102.8%	1.4%	2.4%	○	○	93.4%	7.9%	6.5%	99.3%	2.1%	3.6%	○
12	2,4-ジクロロアニリン	○	106.2%	6.7%	5.3%	104.7%	2.7%	2.4%	○	○	93.0%	4.9%	7.6%	102.3%	3.7%	5.0%	○
13	エディフェンホス	○	93.0%	4.4%	5.4%	91.5%	2.7%	2.9%	○	○	90.3%	5.7%	5.4%	92.8%	1.9%	3.5%	○
14	エトベンザニド	○	27.4%	11.7%	40.0%	30.2%	13.8%	18.3%	×	○	94.8%	11.7%	10.5%	93.4%	1.8%	4.7%	○
15	オキシフルオフェン	×	-	-	-	-	-	-	×	×	-	-	-	-	-	-	×
16	オメトエート	○	57.0%	3.8%	4.7%	59.3%	3.0%	3.6%	×	○	57.4%	5.1%	4.7%	61.6%	2.4%	3.4%	×
17	クロゾリネート	×	-	-	-	-	-	-	×	×	-	-	-	-	-	-	×
18	クロメブロップ	○	111.4%	4.7%	7.6%	101.4%	2.2%	2.6%	○	○	94.6%	10.8%	10.0%	102.8%	1.9%	3.3%	○
19	クロラントラニプロール	○	102.5%	3.8%	3.6%	105.2%	3.0%	2.4%	○	○	97.1%	4.3%	5.5%	103.2%	3.0%	4.0%	○
20	クロルピリホス	○	103.9%	5.2%	8.3%	103.2%	1.8%	2.5%	○	○	97.8%	4.3%	7.1%	104.5%	3.4%	5.1%	○
21	クロルフェンソ	○	102.1%	3.4%	5.2%	104.1%	2.9%	3.0%	○	○	95.0%	4.8%	6.5%	101.1%	2.3%	3.1%	○
22	α-クロルフェンビンホス	○	125.3%	2.2%	4.9%	105.6%	2.1%	2.6%	×	○	118.8%	3.7%	4.6%	101.9%	2.6%	3.4%	○
23	β-クロルフェンビンホス	○	125.8%	3.7%	4.6%	105.7%	2.6%	2.5%	×	○	115.4%	5.2%	4.5%	100.9%	1.9%	3.4%	○
24	クロルプロファム	○	86.6%	15.2%	12.5%	105.7%	3.4%	3.2%	○	○	94.4%	12.0%	11.4%	104.4%	7.0%	6.7%	○
25	シアゾファミド	○	75.0%	7.7%	5.9%	75.3%	2.7%	4.9%	○	○	68.7%	3.8%	6.0%	72.5%	3.1%	4.8%	×
26	ジクロシメット	○	103.4%	41.1%	38.7%	171.4%	38.6%	29.5%	×	×	-	-	-	-	-	-	×
27	ジクロメジン	×	-	-	-	-	-	-	×	×	-	-	-	-	-	-	×
28	ジスルホトン	○	68.3%	8.1%	16.5%	84.1%	2.6%	4.0%	×	○	85.2%	3.6%	5.4%	95.4%	2.7%	4.5%	○
29	シメコナゾール	○	90.6%	6.5%	7.5%	93.1%	2.4%	3.5%	○	○	85.0%	5.0%	7.5%	94.1%	5.4%	4.5%	○
30	ダイアジノン	○	94.4%	4.4%	5.2%	102.7%	1.5%	2.4%	○	○	97.2%	4.5%	4.5%	100.4%	2.2%	4.4%	○
31	チオジカルブ	○	90.6%	8.1%	6.6%	93.7%	2.8%	4.0%	○	○	91.4%	5.0%	4.2%	94.7%	1.4%	2.8%	○
32	メソミル	○	98.0%	4.5%	6.1%	104.5%	1.5%	2.0%	○	○	94.8%	6.2%	6.1%	100.5%	2.3%	3.3%	○
33	テトラクルビンホス	○	188.9%	26.4%	25.3%	112.0%	5.7%	4.8%	×	○	197.5%	14.1%	10.6%	104.0%	5.3%	5.0%	×
34	テルブトリン	○	101.5%	3.8%	4.4%	105.1%	1.6%	2.5%	○	○	98.8%	4.0%	3.8%	101.4%	1.7%	2.7%	○
35	テルブホス	×	-	-	-	-	-	-	×	×	-	-	-	-	-	-	×
36	トリアレート	○	111.1%	5.7%	9.1%	103.2%	4.2%	3.4%	○	○	96.1%	8.3%	11.7%	98.7%	4.2%	3.6%	○
37	トリクラミド	○	25.0%	16.9%	43.7%	30.0%	13.1%	20.2%	×	○	90.4%	10.2%	8.7%	97.0%	3.4%	3.7%	○
38	トリフルミゾール	○	60.8%	2.5%	4.3%	54.4%	8.6%	10.9%	×	○	76.0%	6.1%	6.2%	75.4%	2.7%	5.9%	○
39	トリフルミゾール代謝物	○	100.2%	4.2%	4.9%	105.3%	2.1%	3.0%	○	○	92.9%	5.5%	5.3%	100.5%	2.4%	3.4%	○
40	2-(1-ナフチル)アセタミド	○	97.9%	3.7%	4.3%	103.7%	1.5%	1.9%	○	○	93.3%	5.6%	5.8%	98.4%	2.0%	3.3%	○
41	ピフェノックス	×	-	-	-	-	-	-	×	×	-	-	-	-	-	-	×
42	ピラゾホス	○	101.8%	6.6%	5.8%	104.3%	2.7%	3.6%	○	○	92.9%	5.4%	4.3%	98.5%	2.2%	3.6%	○
43	ピラゾリネート	×	-	-	-	-	-	-	×	×	-	-	-	-	-	-	×
44	ピリダベン	○	101.1%	4.3%	5.2%	104.7%	1.3%	2.9%	○	○	95.0%	5.6%	4.9%	101.2%	2.1%	2.6%	○
45	ピリダリル	○	27.6%	29.5%	47.3%	32.5%	27.0%	31.5%	×	○	90.4%	10.3%	8.8%	97.7%	4.3%	4.4%	○
46	(E)-ピリフェノックス	○	83.1%	3.4%	6.1%	91.3%	3.0%	3.9%	○	○	91.7%	5.6%	6.4%	98.1%	1.7%	3.6%	○
47	(Z)-ピリフェノックス	○	81.8%	2.8%	6.4%	89.6%	2.8%	4.5%	○	○	90.3%	6.1%	6.5%	97.6%	2.4%	4.2%	○
48	ピリミジフェン	○	56.4%	10.0%	26.0%	70.4%	5.5%	6.3%	×	○	91.3%	5.9%	5.7%	100.0%	2.2%	3.3%	○
49	ピリミノバックメチル	○	99.9%	4.1%	4.5%	104.8%	1.6%	2.4%	○	○	95.0%	6.1%	5.6%	100.6%	2.1%	3.2%	○
50	フィプロニル	○	116.3%	21.1%	18.3%	102.3%	4.7%	7.4%	○	○	113.3%	15.7%	18.8%	114.4%	9.9%	11.4%	○
51	フェナリモル	○	90.8%	11.4%	8.9%	99.7%	2.7%	2.8%	○	○	93.1%	18.9%	16.7%	107.5%	2.3%	4.0%	○
52	フェンスルホチオン	○	101.6%	3.4%	4.7%	107.2%	2.4%	2.6%	○	○	95.5%	6.3%	5.8%	101.3%	2.8%	3.7%	○
53	フェンチオン	○	90.1%	10.4%	10.1%	111.0%	2.5%	3.8%	○	○	85.6%	11.9%	14.0%	105.2%	4.1%	5.0%	○
54	フェンピロキシメート	○	102.4%	3.6%	4.4%	106.3%	1.9%	2.3%	○	○	96.1%	5.3%	5.1%	101.5%	2.0%	3.4%	○
55	フェンプロパトリン	○	100.8%	1.1%	0.8%	104.2%	5.4%	5.7%	○	○	87.1%	4.1%	8.5%	98.5%	2.1%	4.1%	○
56	フェンプロビモルブ	○	101.1%	3.6%	4.5%	105.5%	2.3%	2.4%	○	○	98.6%	4.0%	3.7%	101.8%	1.3%	2.2%	○
57	フルシラゾール	○	98.7%	4.3%	6.1%	101.8%	2.4%	3.2%	○	○	97.0%	7.2%	6.2%	103.6%	2.2%	4.5%	○
58	フルバリネート	○	17.0%	7.1%	18.1%	3.6%	39.7%	55.8%	×	×	-	-	-	-	-	-	×
59	フルミオキサジン	○	121.0%	19.0%	16.0%	111.5%	3.9%	5.5%	×	○	88.6%	98.1%	87.9%	94.6%	11.2%	11.4%	×
60	フルリドン	○	102.1%	3.6%	4.6%	104.9%	1.7%	2.4%	○	○	105.5%	2.9%	2.5%	103.5%	1.2%	1.3%	○
61	プロバルギット	○	100.1%	3.8%	4.5%	100.3%	1.5%	2.3%	○	○	93.2%	6.3%	5.7%	97.4%	2.4%	3.9%	○
62	cis-ベルメトリン	○	108.6%	3.2%	9.8%	100.8%	3.4%	5.6%	○	○	97.3%	9.5%	9.9%	100.3%	4.5%	3.3%	○
63	tarans-ベルメトリン	○	108.5%	9.9%	14.6%	98.1%	3.8%	3.4%	○	○	81.3%	10.6%	20.8%	98.3%	3.7%	4.0%	○
64	ボスカリド	○	100.3%	3.7%	3.5%	106.8%	2.5%	2.6%	○	○	98.2%	7.0%	7.1%	101.9%	4.7%	5.6%	○
65	メカルバム	×	-	-	-	-	-	-	×	×	-	-	-	-	-	-	×
66	ルフェヌロン	○	80.5%	7.7%	11.0%	107.8%	4.5%	5.7%	○	○	88.0%	12.8%	13.6%	106.4%	4.4%	5.4%	○

検量線・定量限界・選択性欄：「○」はすべて適合したもので、「×」は各項目で不適合が確認されたもの。
 真度、併行精度および室内精度については、検量線・定量限界・選択性のいずれかの項目が不適合の場合は、「-」とした。
 真度欄：真度の値 数値 70%を下回ったもの（不適合）、数値 120%を超えたもの（不適合）、検量線・定量限界・選択性が不適合の場合は「-」とした。
 併行精度欄：一律基準値添加の場合、25%未満で適合、25%を超える場合は不適合、基準値添加の場合、15%未満で適合、15%を超える場合は不適合。
 室内精度欄：一律基準値添加の場合、30%未満で適合、30%を超える場合は不適合、基準値添加の場合、20%未満で適合、20%を超える場合は不適合。
 評価結果欄：「○」評価項目すべて適合、「×」評価項目のうち不適合項目があったもの。目標値に適合した化合物数は評価結果欄に記載。

びメカルバムの13成分であった。

(3) 評価結果

表5に示すとおり、すべての目標値を満たしたものが

玄米で43成分、ほうれんそうで44成分、キャベツ

で42成分、ばれいしょで42成分、トマトで42成分、

オレンジで48成分であった。

表5 妥当性評価結果及び適合農産物数

成分名	穀類	野菜				果実	適合した農産物数	
		玄米	葉緑素	イオウ	でんぷん			その他
			ほうれんそう	キャベツ	ばれいしょ			
1 EPN	×	○	○	○	○	×	4	
2 アクリナトリン	×	×	×	×	×	×	0	
3 アジンホスメチル	○	○	○	○	○	○	6	
4 アバメクチンB1	×	×	×	×	×	×	0	
5 アラクロール	○	○	○	○	○	○	6	
6 イソキサジフェンエチル	×	×	×	×	×	×	0	
7 イソフェンホス	○	○	○	○	○	○	6	
8 イソフェンホスオキシソン	○	○	○	×	×	○	4	
9 イマザリル	○	×	×	○	○	×	3	
10 イミベンコナゾール	○	○	○	○	○	○	6	
11 イミベンコナゾール脱ベンジル体	○	○	○	○	○	○	6	
12 2,4-ジクロロアニリン	○	○	○	○	○	○	6	
13 エディフェンホス	○	○	○	○	○	○	6	
14 エトベンザニド	×	○	×	×	×	○	2	
15 オキシフルオフェン	×	×	×	×	×	×	0	
16 オメトエート	×	×	×	×	×	×	0	
17 クロゾリネート	×	×	×	×	×	×	0	
18 クロメブロップ	○	○	○	○	○	○	6	
19 クロラントラリニプロール	○	○	○	○	○	○	6	
20 クロルピリホス	○	○	○	○	○	○	6	
21 クロルフェンソン	○	○	○	○	○	○	6	
22 α-クロルフェンビンホス	×	×	×	○	×	○	2	
23 β-クロルフェンビンホス	○	×	○	○	×	○	4	
24 クロルプロファミ	○	○	○	○	○	○	6	
25 シアゾファミド	○	×	×	○	○	×	3	
26 ジクロシメット	×	×	×	×	×	×	0	
27 ジクロメジン	×	×	×	×	×	×	0	
28 ジスルホトン	○	×	×	×	×	○	2	
29 シメコナゾール	○	○	○	○	○	○	6	
30 ダイアジノン	○	○	○	×	○	○	5	
31 チオジカルブ	×	×	×	○	○	○	3	
32 メソミル	×	×	○	○	○	○	4	
33 テトラクルピンホス	○	×	×	×	×	×	1	
34 テルブトリン	○	○	○	○	○	○	6	
35 テルブホス	×	×	×	×	×	×	0	
36 トリアレート	○	○	○	○	○	○	6	
37 トリクラミド	×	○	×	×	×	○	2	
38 トリフルミゾール	×	×	×	×	×	○	1	
39 トリフルミゾール代謝物	○	○	○	○	○	○	6	
40 2-(1-ナフチル)アセタミド	○	○	○	○	○	○	6	
41 ビフェノックス	×	×	×	×	×	×	0	
42 ピラゾホス	○	○	○	○	○	○	6	
43 ピラゾリネート	×	×	×	×	×	×	0	
44 ピリダベン	○	○	○	○	○	○	6	
45 ピリダリル	×	○	×	×	×	○	2	
46 (E)-ピリフェノックス	○	○	○	○	○	○	6	
47 (Z)-ピリフェノックス	○	○	○	○	○	○	6	
48 ピリミジフェン	×	○	×	×	×	○	2	
49 ピリミノバックメチル	○	○	○	○	○	○	6	
50 フィプロニル	○	○	○	×	○	○	5	
51 フェナリモル	○	○	○	○	○	○	6	
52 フェンスルホチオン	○	○	○	○	○	○	6	

成分名	穀類	野菜				果実	適合した農産物数
		葉緑素 ほうれんそう	イオウ キャベツ	でんぷん ばれいしょ	その他 トマト		
53 フェンチオン	×	○	○	×	○	○	4
54 フェンピロキシメート	○	○	○	○	○	○	6
55 フェンプロパトリン	○	○	○	○	○	○	6
56 フェンプロピモルフ	○	○	○	○	○	○	6
57 フルシラゾール	○	○	○	○	○	○	6
58 フルバリネート	×	×	×	×	×	×	0
59 フルミオキサジン	○	○	○	○	×	×	4
60 フルリドン	○	○	○	○	○	○	6
61 プロバルギット	○	○	○	○	○	○	6
62 <i>cis</i> -ペルメトリン	○	○	○	○	○	○	6
63 <i>trans</i> -ペルメトリン	○	○	○	○	○	○	6
64 ポスカリド	○	○	○	○	○	○	6
65 メカルバム	×	×	×	×	×	×	0
66 ルフェスロン	○	○	○	○	○	○	6
適合数	43	44	42	42	42	48	

※：表中の「○」は適合、「×」は不適合を示す。

4 まとめ

- 今回の妥当性評価では、既報で不適合項目がみられた21農薬24成分、既存SOPからの移行32農薬35成分および新規対象として5農薬7成分の58農薬66成分について既報に準じてLC-MS/MSによる一斉試験法を検討した。
- 分析法の妥当性評価は、ガイドラインに基づき、1名が1日1回（2併行）、5日間の枝分かれ試験で、玄米、ほうれんそう、キャベツ、ばれいしょ、トマト、オレンジの6農産物を対象に一律基準値濃度および基準値濃度で添加回収試験を実施した。その結果、66成分中、玄米で43成分、ほうれんそうで44成分、キャベツで42成分、ばれいしょで42成分、トマトで42成分、オレンジで48成分について妥当性が確認できた。（表5）
- 成分別の適合状況は、6農産物すべてに適合したものが34成分、5農産物が2成分、4農産物が6成分、3農産物が3成分、2農産物に適合したものが6成分、1農産物に適合したものが2成分であった。
なお、アクリナトリン、アバメクチンB1、イソキサジフェンエチル、オキシフルオフェン、オメトエート、クロゾリネート、ジクロシメット、ジクロメジン、テルブホス、ピフェノックス、ピラゾリネート、フルバリネートおよびメカルバムの13成分については、すべての農産物で目標値に適合しなかった。
- 今回検討および妥当性を評価した試験方法は、既報と同様に選択性の向上や感度の上昇が得られ、これまでGC、GC-MSおよびLC-MSで対応不可能であった一律基準値濃度（0.01ppm）の判定が可能となるなど

高感度分析が可能となった。

- その結果、妥当性を評価した66成分については、3農産物以上適合した農薬および農産物群の組み合わせによりSOPを改正し、既報で報告した成分と併せ、今後の行政試験に適用することとしている。
- 今回、第2報として58農薬66成分について報告したが、今後、未検討の農薬および今回妥当性不適合であった農薬についても前処理法や精製法の変更等により分析法を改良し、妥当性評価を実施することとしている。

文 献

- 厚生省告示第370号：食品、添加物等の規格基準、昭和34年
- 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知：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、食安発第0124001号、平成17年1月24日
- 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知：食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインについて、食安発第1115001号、平成19年11月15日
- 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知：食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインの一部改正について、食安発1224第1号、平成22年12月24日
- 水口竜人、小澤祐子、由田洋一、新家薫子、砺波和子：LC-MS/MSを用いた農産物中の残留農薬一斉試験法の妥当性評価について（第1報）、石川県保健環境センター研究報告書、52,26-44（2015）