

〔報 文〕

## GC-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

石川県保健環境センター 健康・食品安全科学部

小澤 祐子・竹田 正美・萩原 明香  
水口 竜人

### 〔和文要旨〕

食品、添加物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、当所で従来採用してきた126農薬149成分を対象としたガスクロマトグラフ・質量分析計（GC-MS）による一斉試験法について、試験法を一部改良し、新たに61農薬77成分を追加して187農薬226成分についての分析法を検討し、妥当性評価を実施した。

その結果、玄米で122成分、ほうれんそうで156成分、キャベツで149成分、ばれいしょで124成分、トマトで157成分およびオレンジで136成分の妥当性が確認できた。

キーワード：GC-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」<sup>1)</sup>（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」）および「食品に残留する農薬、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」<sup>2)</sup>（以下「通知試験法」という。）に準拠した試験法を確立<sup>3-5)</sup>し、検査実施標準作業書（以下「SOP」という。）を整備してきた。

このうち、揮発性の高い農薬については、ガスクロマトグラフ（以下「GC」という。）質量分析計（以下「GC-MS」という。）を用いたGC-MS一斉試験法、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。）および電子捕獲検出器付ガスクロマトグラフ（以下「GC-ECD」という。）を用いた系統

分析法によるSOPに基づき実施してきた。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」<sup>6)</sup>、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」<sup>7)</sup>（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なった。

今回、通知試験法を一部改良するとともに、新たに61農薬77成分を追加したGC-MSを用いた残留農薬一斉試験法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

代表農産物は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

---

Validation of Simultaneous Determination Method of the Pesticide Residues in Agricultural Products by Using an GC-MS by OZAWA Yuko, TAKEDA Masami, HAGIHARA Sayaka, MIZUGUCHI Tatsuhito (Health and Food Safety Department, Ishikawa Prefectural Institute of Public Health and Environmental Science)

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

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

評価対象農薬は当所で従来よりGC-MS一斉試験法で対象としている126農薬149成分に加え、他検出器（他SOP）で対象としている成分のうちGC-MSで測定可能と考えられる51農薬64成分および新規10農薬13成分の合計187農薬226成分とした。（表1）

## 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)製を用いた。アセトン、アセトニトリル、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は和光純薬工業(株)製の試薬特級を用いた。

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）、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。

## 2・4 標準溶液の調製

### (1) 標準原液の調製

標準品10.0mgをアセトンに溶解し、50mLとした（200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）。

なお、異性体を含む農薬については、異性体が個別に入手可能なものについては、個別に調製し、異性体混合物または操作中に異性体化するもの、GCの注入口等で分解するものについては異性体混合物として調製した。

### (2) 混合標準原液

2・4(1)で調製した標準原液を表1のとおり、22グループに区分し、各成分が20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ となるアセトン混合標準溶液を調製した。

### (3) マススペクトル確認用混合標準溶液

2・4(2)で調製した22グループについて、各成分が1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ になるアセトン溶液を調製した。

### (4) 添加用標準溶液

2・4(2)で調製した22グループについて、さらに既存のSOPの区分に合わせ、GC-MS測定及び新規成分をGC-MS対象（以下「GM」という。）および当所SOP一斉試験法で測定していたものをSOP-1対象（以下「S1」という。）の測定メソッド区分による2グループに分け、各成分が1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ になるアセトン溶液を調製し、それぞれ基準値添加用標準溶液とした。また、この基準値添加

用標準溶液を用いて0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ になるアセトン溶液を調製し、一律基準値添加用標準溶液とした。（表1）

### (5) 測定用標準溶液

測定用標準溶液は、基準値添加用標準溶液GMおよびS1を混合しアセトン/n-ヘキサン（1:1）に転溶し、適宜希釈して検量線用標準溶液およびマトリックス補正用標準溶液とした。

## 2・5 装置

### (1) ガスクロマトグラフ・質量分析計（GC-MS）

機器：Shimadzu GC-MS QP-2010 Plus

カラム：Agilent DB-5MS UI (30mm $\times$ 0.25mm, 膜厚0.25 $\mu\text{m}$ ) + ベントフリーアジャスター（フロンティア・ラボ(株)製）

カラム温度：50 $^{\circ}\text{C}$ （1min）- 25 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  - 125 $^{\circ}\text{C}$  - 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  - 300 $^{\circ}\text{C}$ （15min）

注入口温度：250 $^{\circ}\text{C}$

インターフェイス温度：250 $^{\circ}\text{C}$

キャリアーガス：ヘリウム（100kPa）

イオン化法：EI法

イオン化電圧：70eV

注入方式：スプリットレス（高圧注入）

注入量：2 $\mu\text{L}$

今回、分析法を改良するにあたり、カラムの迅速な交換を可能とするため、GC-MSの真空を開放せずにカラム交換可能なベントフリーアジャスターをGC-MSに装着した。

## 2・6 測定条件

測定条件については、2・4(3)で調製したマススペクトル確認用混合標準溶液をGC-MSに注入し、SCANモードで各成分のマススペクトルを採取し、通知法で示された測定イオン等を参考に、定量イオンおよび定性イオンとして各1イオンを選択し、併せて保持時間を決定し、SIMモードで測定した。保持時間の目安および定量、定性イオンを表1に示す。

なお、成分間の保持時間の重なりや測定イオンの妨害等を極小化するため、測定グループを2グループに分割した。機器の制限上、各成分を保持時間及びモニターイオンの重複を避けるため119成分をグループI、残りの107成分をグループIIとし、2グループに分けて測定した。（表1）

## 2・7 試験溶液の調製

野菜および果実は細切試料20gを、玄米は粉碎試料10gに水20mLを加えて15分間放置したものを既報<sup>5)</sup>に準拠し図1のとおり行った。精製にあたっては、一律基準値濃度の定量限界を確保するため、精製する抽出液量を通知法の2.5倍の50mL（検体10g相当）とし、最終検液量を通知法の2倍の2mL（玄米は1mL）とした。また、

表 1 評価対象農薬および成分一覧

No.	農薬名	成分名 <sup>*1</sup>	当 所 S O P 区分 <sup>*2</sup>	標準品の系列 <sup>*3</sup>		測 定 グループ <sup>*4</sup>	保持時間 の目安 (min)	測定条件	
				混 合 標準溶液	添 加 用 標準溶液			定 量	定性
1	BHC	$\alpha$ -BHC	ECD	S1-E-1	S1	II	11.52	219	181
2		$\beta$ -BHC	ECD	S1-E-1	S1	II	12.05	219	181
3		$\gamma$ -BHC	ECD	S1-E-1	S1	II	12.21	219	181
4		$\delta$ -BHC	ECD	S1-E-1	S1	II	12.79	219	181
5	DDT	<i>o,p'</i> -DDT	ECD	S1-E-2	S1	II	17.05	235	165
6		<i>p,p'</i> -DDD	ECD	S1-E-2	S1	I	16.25	246	318
7		<i>p,p'</i> -DDE	ECD	S1-E-2	S1	II	17.10	235	165
8		<i>p,p'</i> -DDT	ECD	S1-E-2	S1	II	17.76	235	165
9	EPN	EPN	FPD	S1-P-1	S1	I	18.66	157	185
10	アクリナトリン	アクリナトリン-1	○	GM-E-2	GM	II	19.55	181	208
11		アクリナトリン-2	○	GM-E-2	GM	II	19.72	181	208
12	アセタミプリド	アセタミプリド	FTD	S1-N-1	S1	I	18.60	152	126
13	アセフェート	アセフェート	FPD	GM-NEW-3	GM	I	8.48	136	94
14	アトラジン	アトラジン	○	GM-NEW-1	GM	II	11.98	200	215
15	アラクロール	アラクロール	FTD	S1-N-1	S1	I	13.49	160	188
16	アルドリン及びディルドリン	アルドリン	FTD	S1-E-1	S1	II	14.39	293	263
17		ディルドリン	FTD	S1-E-1	S1	I	16.38	263	277
18	アレスリン	アレスリン-1	FTD	GM-NEW-3	GM	I	15.07	123	136
19		アレスリン-2	FTD	GM-NEW-3	GM	I	15.19	123	136
20	イソキサジフェンエチル	イソキサジフェンエチル	○	GM-8-3	GM	II	17.44	204	294
21	イソキサチオン	イソキサチオン	○	GM-NEW-1	GM	I	16.60	177	313
22	イソフェンホス	イソフェンホス	○	GM-P-1	GM	I	15.08	121	185
23		イソフェンホスオキソン	○	GM-P-1	GM	I	14.44	229	201
24	イミベンコナゾール	イミベンコナゾール	新規	GM-NEW-2	GM	I	24.45	125	253
25		イミベンコナゾール脱ベンジル体	新規	GM-NEW-2	GM	I	16.46	235	83
26		2,4-ジクロロアニリン	新規	GM-NEW-2	GM	I	7.49	161	126
27	ウニコナゾールP	ウニコナゾールP	FTD	S1-N-1	S1	I	16.27	236	234
28	エスプロカルブ	エスプロカルブ	○	GM-N-3	GM	II	14.14	222	162
29	エタルフルラリン	エタルフルラリン	○	GM-8-1	GM	I	10.83	276	316
30	エディフェンホス	エディフェンホス	○	GM-P-2	GM	II	17.61	310	173
31	エトキサゾール	エトキサゾール	○	GM-N-1	GM	I	18.76	204	359
32	エトフェンプロックス	エトフェンプロックス	○	GM-NEW-3	GM	I	21.60	163	135
33	エトプロホス	エトプロホス	FPD	S1-P-1	S1	I	10.75	158	200
34	エトリジアゾール	エトリジアゾール	新規	GM-NEW-3	GM	I	8.72	211	183
35	エンドスルファン	$\alpha$ -エンドスルファン	○	GM-E-2	GM	II	15.87	241	195
36		$\beta$ -エンドスルファン	○	GM-E-2	GM	II	17.01	195	339
37	エンドリン	エンドリン	ECD	S1-E-2	S1	II	16.80	263	281
38	オキサジキシル	オキサジキシル	○	GM-8-3	GM	II	17.00	163	132
39	オキシフルオルフェン	オキシフルオルフェン	○	GM-8-3	GM	I	16.31	252	361
40	オメトエート	オメトエート	○	GM-8-3	GM	I	10.29	156	110
41	オリサストロピン	オリサストロピン	新規	GM-NEW-2	GM	I	18.80	205	132
42		オリサストロピン5Z異性体	新規	GM-NEW-3	GM	I	18.96	205	132
43	カズサホス	カズサホス	FPD	S1-P-1	S1	I	11.29	159	270
44	カフェンストール	カフェンストール	○	GM-N-2	GM	II	20.86	100	188
45	キナルホス	キナルホス	FPD	S1-P-1	S1	II	15.26	146	157
46	キノクラミン	キノクラミン	○	GM-NEW-1	GM	II	14.24	144	172
47	キノメチオネート	キノメチオネート	FTD	S1-N-3	S1	II	15.68	234	206
48	キントゼン	キントゼン	○	GM-NEW-2	GM	II	12.09	237	249
49	クレソキシムメチル	クレソキシムメチル	○	GM-N-2	GM	I	16.36	116	206
50	クロゾリネート	クロゾリネート	○	GM-8-1	GM	I	15.05	259	331
51	クロマゾン	クロマゾン	○	GM-NEW-2	GM	II	12.06	204	125
52	クロルピリホス	クロルピリホス	○	GM-P-1	GM	II	14.27	199	314
53	クロルフェナビル	クロルフェナビル	○	GM-E-2	GM	I	16.52	247	408
54	クロルフェンソン	クロルフェンソン	○	GM-8-1	GM	II	16.06	302	175
55	クロルブファム	クロルブファム	○	GM-8-1	GM	II	12.00	223	164
56	クロルプロファム	クロルプロファム	○	GM-N-2	GM	I	10.99	127	213
57	クロルベンシド	クロルベンシド	○	GM-8-1	GM	II	15.60	127	268
58	クロロベンジレート	クロロベンジレート	新規	GM-NEW-3	GM	II	16.87	251	253
59	シアナジン	シアナジン	○	GM-N-1	GM	II	14.35	240	198
60	シアノホス	シアノホス	○	GM-NEW-1	GM	II	12.27	243	125
61	ジエトフェンカルブ	ジエトフェンカルブ	○	GM-N-2	GM	II	14.29	267	225
62	ジオキサチオン	ジオキサチオン分解物	○	GM-8-1	GM	II	12.17	270	125
63	ジクロシメット	ジクロシメット-1	○	GM-N-1	GM	II	15.25	277	221
64		ジクロシメット-2	○	GM-N-1	GM	II	15.56	277	221
65	ジクロフェンチオン	ジクロフェンチオン	○	GM-8-1	GM	I	13.22	279	223
66	ジクロルボス	ジクロルボス	FPD	S1-P-1	S1	I	6.50	185	109
67	1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4-エチルフェニル)エタン	1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4-エチルフェニル)エタン	○	GM-8-5	GM	II	16.73	223	224
68	ジコホール	ジコホール分解物	ECD	S1-E-2	S1	I	14.62	139	250
69	ジスルホトン	ジスルホトン	新規	GM-P-2	GM	I	12.62	88	142
70	シハロトリン	シハロトリン-1	○	GM-E-1	GM	II	19.40	181	197
71		シハロトリン-2	○	GM-E-1	GM	II	19.58	181	197
72	シハロボップブチル	シハロボップブチル	FTD	S1-N-3	S1	II	19.47	256	229
73	ジフェノコナゾール	ジフェノコナゾール-1	FTD	S1-N-1	S1	I	22.76	323	265
74		ジフェノコナゾール-2	FTD	S1-N-1	S1	I	22.83	323	265
75	シフルトリン	シフルトリン-1	○	GM-E-1	GM	I	20.93	206	163
76		シフルトリン-2	○	GM-E-1	GM	I	21.03	206	226

No.	農薬名	成分名*1	当所 S O P 区分*2	標準品の系列*3		測定条件			
				混 合 標準溶液	添 加 用 標準溶液	測 定 グループ*4	保持時間 の目安 (min)	モニターイオン (m/z)	
								定量	定性
77		シフルトリン-3	○	GM-E-1	GM	I	21.09	206	226
78		シフルトリン-4	○	GM-E-1	GM	I	21.13	206	163
79	ジフルフェニカン	ジフルフェニカン	FTD	S1-N-1	S1	I	18.02	394	266
80	シプロコナゾール	シプロコナゾール	FTD	S1-N-2	S1	I	16.67	222	82
81	シベルメトリン	シベルメトリン-1	○	GM-E-2	GM	I	21.26	163	127
82		シベルメトリン-2	○	GM-E-2	GM	I	21.37	163	165
83		シベルメトリン-3	○	GM-E-2	GM	I	21.42	163	127
84		シベルメトリン-4	○	GM-E-2	GM	I	21.46	163	127
85	シマジン	シマジン	○	GM-NEW-1	GM	II	11.90	201	186
86	ジメタメトリン	ジメタメトリン	○	GM-NEW-2	GM	I	15.06	212	122
87	ジメチルビンホス	ジメチルビンホス	FPD	S1-P-2	S1	II	14.31	295	297
88	ジメテナミド	ジメテナミド	○	GM-N-2	GM	I	13.24	154	230
89	ジメトエート	ジメトエート	○	GM-P-1	GM	II	11.77	125	229
90	シメトリン	シメトリン	○	GM-N-3	GM	I	13.57	213	170
91	スピロジクロフェン	スピロジクロフェン	○	GM-8-5	GM	II	20.29	312	259
92	ゾキサミド	ゾキサミド	○	GM-8-5	GM	I	18.28	187	258
93		ゾキサミド分解物	○	GM-8-5	GM	I	15.37	242	187
94	ターバシル	ターバシル	FTD	S1-N-2	S1	I	12.63	117	160
95	ダイアジノン	ダイアジノン	○	GM-P-1	GM	II	12.36	179	304
96	チオベンカルブ	チオベンカルブ	○	GM-N-3	GM	II	14.32	100	257
97	チフルザミド	チフルザミド	○	GM-N-3	GM	I	16.23	194	166
98	テトラコナゾール	テトラコナゾール	FTD	S1-N-1	S1	I	14.47	336	171
99	テトラジホン	テトラジホン	新規	GM-NEW-1	GM	II	19.19	356	159
100	テニルクロール	テニルクロール	FTD	S1-N-2	S1	I	17.93	127	288
101	テブコナゾール	テブコナゾール	○	GM-N-1	GM	I	18.02	125	250
102	テブフェンピラド	テブフェンピラド	○	GM-N-2	GM	I	18.90	318	333
103	テフルトリン	テフルトリン	○	GM-E-1	GM	I	12.63	177	197
104	デルタメトリン	デルタメトリン	○	GM-E-2	GM	I	23.12	253	181
105	テルブトリン	テルブトリン	○	GM-8-5	GM	II	13.96	226	241
106	テルブホス	テルブホス	○	S1-P-1	S1	II	12.26	231	153
107	トリアジメノール	トリアジメノール-1	FTD	S1-N-3	S1	II	15.31	168	128
108		トリアジメノール-2	FTD	S1-N-3	S1	II	15.47	168	128
109	トリアジメホン	トリアジメホン	○	GM-NEW-1	GM	I	14.49	208	181
110	トリアゾホス	トリアゾホス	○	GM-P-1	GM	II	17.32	257	161
111	トリアレート	トリアレート	○	GM-NEW-2	GM	I	12.76	268	86
112	トリクロルホン (DEP)	トリクロルホン	FPD	S1-P-1	S1	I	8.81	109	79
113	トリシクラゾール	トリシクラゾール	○	GM-NEW-3	GM	I	16.26	189	162
114	トリフルラリン	トリフルラリン	○	GM-E-1	GM	I	11.00	306	264
115	トリフロキシストロピン	トリフロキシストロピン	新規	GM-NEW-2	GM	II	17.50	116	131
116	トルクロホスメチル	トルクロホスメチル	○	GM-P-1	GM	I	13.496	265	267
117	トルフェンピラド	トルフェンピラド	○	GM-N-1	GM	I	23.737	383	197
118	2-(1-ナフチル)アセタミド	2-(1-ナフチル)アセタミド	○	GM-8-3	GM	II	13.97	141	115
119	バクロブトラゾール	バクロブトラゾール	FTD	S1-N-2	S1	II	15.697	236	167
120	バラチオン	バラチオン	FPD	S1-P-1	S1	I	14.435	155	235
121	バラチオンメチル	バラチオンメチル	○	GM-P-2	GM	I	13.478	263	109
122	ハルフェンプロックス	ハルフェンプロックス	ECD	S1-E-1	S1	I	21.341	263	183
123	ピオレスメトリン	ピオレスメトリン	新規	GM-NEW-3	GM	I	18.169	171	143
124	ピコリナフェン	ピコリナフェン	○	GM-8-4	GM	I	18.684	238	376
125	ピテルタノール	ピテルタノール-1	○	GM-N-1	GM	II	20.358	170	168
126		ピテルタノール-2	○	GM-N-1	GM	II	20.471	170	168
127	ピフェノックス	ピフェノックス	ECD	S1-E-1	S1	I	18.96	341	310
128	ピフェントリン	ピフェントリン	○	GM-E-1	GM	I	18.596	181	166
129	ピベロニルブトキシド	ピベロニルブトキシド	○	GM-8-4	GM	I	18.124	176	149
130	ピベロホス	ピベロホス	○	GM-8-4	GM	I	18.686	320	140
131	ピラクロニル	ピラクロニル	新規	GM-NEW-3	GM	II	19.942	299	279
132	ピラクロホス	ピラクロホス	○	GM-P-1	GM	II	20.092	360	194
133	ピラゾホス	ピラゾホス	○	GM-8-5	GM	II	19.778	232	221
134	ピラフルフェンエチル	ピラフルフェンエチル	FTD	S1-N-1	S1	II	17.661	412	349
135	ピリダフェンチオン	ピリダフェンチオン	○	GM-8-5	GM	I	18.456	199	188
136	ピリダベン	ピリダベン	○	GM-N-2	GM	II	20.588	147	132
137	ピリダリル	ピリダリル	FTD	S1-N-1	S1	I	21.606	204	176
138	ピリフェノックス	(E)-ピリフェノックス	ECD	S1-E-1	S1	II	15.621	264	187
139		(Z)-ピリフェノックス	ECD	S1-E-1	S1	II	15.12	262	187
140	ピリブチカルブ	ピリブチカルブ	○	GM-N-3	GM	I	18.336	165	108
141	ピリアロキシフェン	ピリアロキシフェン	FTD	S1-N-1	S1	II	19.447	136	226
142	ピリミジフェン	ピリミジフェン	FTD	S1-N-1	S1	I	22.001	184	186
143	ピリミノバックメチル	(E)-ピリミノバックメチル	○	GM-N-2	GM	II	17.621	302	256
144		(Z)-ピリミノバックメチル	○	GM-N-2	GM	II	16.812	302	256
145	ピリミホスメチル	ピリミホスメチル	○	GM-P-1	GM	II	13.895	290	305
146	ピリメタニル	ピリメタニル	FTD	S1-N-2	S1	II	12.498	198	199
147	ピレトリン	ピレトリン I	ECD	S1-E-1	S1	II	17.329	123	105
148	ピロキロン	ピロキロン	○	GM-8-5	GM	II	12.425	130	173
149	フィプロニル	フィプロニル	○	GM-E-1	GM	I	14.978	367	369
150	フェナリモル	フェナリモル	○	GM-N-1	GM	II	19.843	139	219
151	フェニトロチオン	フェニトロチオン	○	GM-P-2	GM	II	13.973	277	260
152	フェノキサニル	フェノキサニル	○	GM-N-3	GM	I	16.68	189	293
153	フェノトリン	フェノトリン-1	○	GM-8-3	GM	II	19.064	183	123

No.	農薬名	成分名*1	当所 S O P 区分*2	標準品の系列*3		測 定 グ ル ープ*4	測定条件 保持時間 の目安 (min)	モニターイオン (m/z)	
				混 合 標準溶液	添 加 用 標準溶液			定 量	定 性
154		フェノトリン-2	○	GM-8-3	GM	II	19.176	183	123
155	フェンクロルホス	フェンクロルホス	○	GM-8-2	GM	II	13.69	285	287
156	フェンシルホチオン	フェンシルホチオン	FPD	S1-P-2	S1	II	16.915	293	308
157	フェンチオン	フェンチオン	○	GM-P-2	GM	II	14.361	278	169
158	フェントエート	フェントエート	○	GM-P-2	GM	II	15.229	274	246
159	フェンバレレート	フェンバレレート-1	○	GM-E-1	GM	I	22.209	167	225
160		フェンバレレート-2	○	GM-E-1	GM	I	22.443	167	225
161	フェンプロバトリン	フェンプロバトリン	○	GM-E-2	GM	I	18.797	181	265
162	フェンプロビモルフ	フェンプロビモルフ	○	GM-8-2	GM	I	14.42	128	129
163	フサライド	フサライド	○	GM-E-1	GM	I	14.676	243	272
164	ブタクロール	ブタクロール	FTD	S1-N-2	S1	II	15.665	176	160
165	ブタミホス	ブタミホス	○	GM-P-1	GM	II	15.845	286	200
166	ブプロフェジン	ブプロフェジン	○	GM-NEW-1	GM	I	16.368	105	172
167	フリラゾール	フリラゾール	○	GM-8-2	GM	II	11.865	220	262
168	フルアクリピリム	フルアクリピリム	○	GM-NEW-1	GM	II	17.108	145	204
169	フルキンコナゾール	フルキンコナゾール	○	GM-8-2	GM	II	20.556	340	298
170	フルジオキシニル	フルジオキシニル	○	GM-N-2	GM	II	16.066	248	154
171	フルシトリネート	フルシトリネート-1	○	GM-E-1	GM	I	21.427	199	157
172		フルシトリネート-2	○	GM-E-1	GM	I	21.62	199	157
173	フルシラゾール	フルシラゾール	FTD	S1-N-3	S1	I	16.339	233	206
174	フルトラニル	フルトラニル	FTD	S1-N-1	S1	II	15.979	173	323
175	フルトリアホール	フルトリアホール	○	GM-8-2	GM	II	15.915	164	219
176	フルバリネート	フルバリネート-1	ECD	S1-E-1	S1	I	22.317	250	252
177		フルバリネート-2	ECD	S1-E-1	S1	I	22.389	250	252
178	フルミオキサジン	フルミオキサジン	FTD	S1-N-2	S1	I	22.183	354	287
179	フルリドン	フルリドン	○	S1-N-2	S1	I	21.861	328	329
180	フレチラクロール	フレチラクロール	FTD	S1-N-2	S1	I	16.084	162	238
181	プロシミドン	プロシミドン	○	GM-E-1	GM	II	15.323	283	285
182	プロチオホス	プロチオホス	FPD	S1-P-2	S1	I	16.081	309	267
183	プロバクロー	プロバクロー	○	GM-8-4	GM	I	10.45	120	176
184	プロバジン	プロバジン	○	GM-8-5	GM	II	12.052	229	214
185	プロバニル	プロバニル	○	GM-8-4	GM	I	13.299	161	217
186	プロバホス	プロバホス	○	GM-NEW-2	GM	II	15.564	220	304
187	プロバルギット	プロバルギット	○	GM-8-4	GM	I	18.014	135	173
188	プロビコナゾール	プロビコナゾール-1	○	GM-N-3	GM	II	17.598	259	175
189		プロビコナゾール-2	○	GM-N-3	GM	II	17.71	173	259
190	プロビザミド	プロビザミド	○	GM-8-5	GM	II	12.332	173	145
191	プロヒドロジャクソン	プロヒドロジャクソン-1	○	GM-8-4	GM	I	12.607	184	153
192		プロヒドロジャクソン-2	○	GM-8-4	GM	I	12.918	184	153
193	プロフェノホス	プロフェノホス	○	GM-8-4	GM	I	16.165	339	337
194	プロベタンホス	プロベタンホス	○	GM-8-5	GM	II	12.215	138	194
195	プロボキスル	プロボキスル	○	GM-8-5	GM	I	10.437	110	152
196	プロメトリン	プロメトリン	○	GM-8-4	GM	II	13.699	241	184
197	プロモブチド	プロモブチド	○	GM-NEW-1	GM	I	13.343	119	232
198	プロモホス(メチル)	プロモホス(メチル)	○	GM-8-1	GM	I	14.717	331	329
199	プロモホスエチル	プロモホスエチル	○	GM-8-1	GM	II	15.516	303	359
200	ヘキサコナゾール	ヘキサコナゾール	FTD	S1-N-2	S1	II	16.08	214	231
201	ヘブタクロール	ヘブタクロール	○	GM-8-2	GM	II	13.675	272	337
202		ヘブタクロールエキソエボキシド	○	GM-8-2	GM	I	15.142	253	237
203		ヘブタクロールエンドエボキシド	○	GM-8-2	GM	I	15.221	253	237
204	ベルメトリン	ベルメトリン-1	○	GM-E-2	GM	II	20.406	183	163
205		ベルメトリン-2	○	GM-E-2	GM	II	20.533	183	163
206	ベンコナゾール	ベンコナゾール	FTD	S1-N-3	S1	I	15.053	248	159
207	ベンディメタリン	ベンディメタリン	○	GM-N-1	GM	I	14.919	252	281
208	ベンフレセート	ベンフレセート	○	GM-8-1	GM	I	13.201	163	256
209	ホサロン	ホサロン	○	GM-P-1	GM	II	19.295	182	367
210	ホスチアゼート	ホスチアゼート-1	FPD	S1-P-1	S1	I	14.753	195	283
211		ホスチアゼート-2	FPD	S1-P-1	S1	I	14.801	195	283
212	ホスファミドン	ホスファミドン-1	○	GM-8-4	GM	I	12.388	127	264
213		ホスファミドン-2	○	GM-8-4	GM	I	13.159	127	264
214	ホスメット	ホスメット	○	GM-8-3	GM	I	18.635	160	133
215	ホルモチオン	ホルモチオン	○	GM-8-2	GM	I	13.043	125	126
216	マラチオン	マラチオン	FPD	S1-P-1	S1	II	14.125	173	158
217	マイクロブタニル	マイクロブタニル	○	GM-N-3	GM	I	16.312	179	150
218	メカルバム	メカルバム	○	GM-8-3	GM	II	15.157	131	159
219	メタミドホス	メタミドホス	FPD	GM-NEW-3	GM	I	6.362	141	94
220	メトラキシル	メトラキシル	○	GM-8-3	GM	I	13.621	206	249
221	メチダチオン	メチダチオン	新規	GM-P-2	GM	II	15.54	145	85
222	メトラクロール	メトラクロール	○	GM-N-1	GM	II	14.243	162	238
223	メフェナセツト	メフェナセツト	○	GM-N-3	GM	II	19.518	192	298
224	メフェンビルジエチル	メフェンビルジエチル	○	GM-8-3	GM	I	18.263	253	299
225	メプロニル	メプロニル	○	GM-N-3	GM	II	17.29	269	119
226	レナシル	レナシル	FTD	S1-N-2	S1	II	17.69	153	234

\*1:「成分名」で、成分名を網掛けしたものは、異性体混合物として調製した成分を示す。

\*2:「当所SOP区分」で、当所のSOPでの測定区分を示す。「○」:GC-MS一斉試験法,「ECD」:GC-ECD,「FPD」:GC-FPD,「FTD」:GC-FTD,「新規」:今回,新規に追加した成分

\*3:当所で設定した標準品の系列を示す。

\*4:測定した測定メソッドの区分を示す。

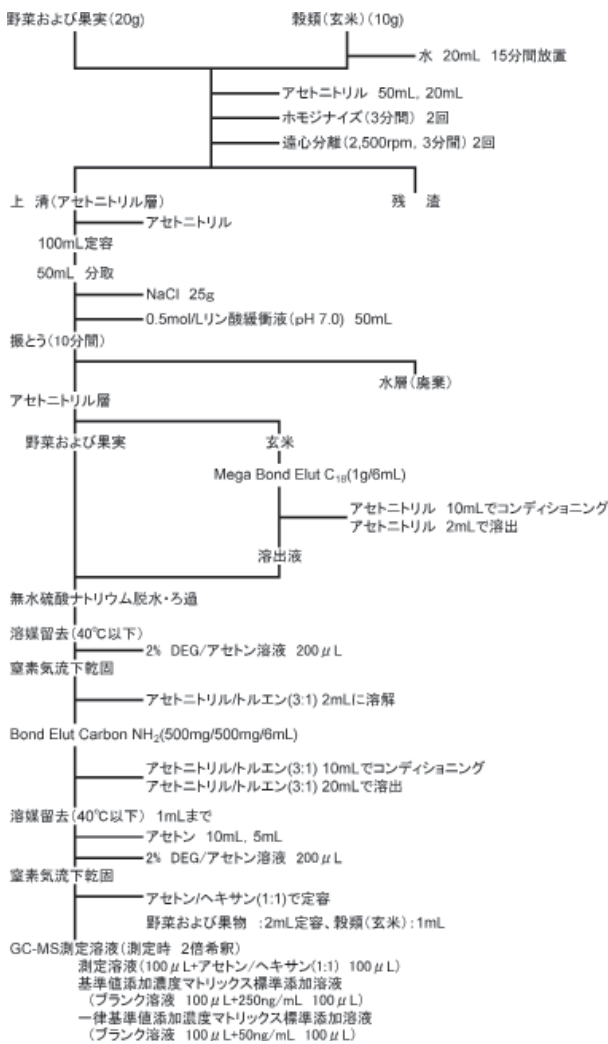


図1 試験溶液の調製

蒸気圧が高く揮発性の高い成分の濃縮操作による損失を低減するために、溶媒留去・窒素ガス乾固前に2% DEG/アセトン溶液を200μL添加した。

### 2.8 測定

検液中の夾雑物(マトリックス)の影響を極小化するため、検液と測定用標準溶液を交互に注入する起爆注入法を採用した。

### 2.9 検量線及び定量限界の確認

検量線は成分ごとに検液濃度で10ng/mL~250ng/mL(検体濃度換算0.004ppm~0.10ppm), (10, 25, 50, 75, 125, 250ng/mLの6点)の範囲で定量イオンのピーク面積について、絶対検量線法により回帰直線として求め、各寄与率(R<sup>2</sup>)を確認した。

定量限界は、測定用標準溶液を一律基準値濃度である25ng/mLおよびその2/5である10ng/mL注入したときのピーク高により判定し、併せてS/N=10における定量限界値を算出した。

### 2.10 選択性の確認

ガイドラインの規定に基づき、標準溶液を添加してい

ないブランク試料により定量を妨害するピークの有無を確認した。今回は、目標とする試験法の定量限界値を0.01ppm(検液濃度25ng/mL)と設定し、ピーク面積を25ng/mLの測定用標準溶液のピーク面積と比較した。

### 2.11 妥当性評価

#### (1) 実験計画

精度評価はガイドラインに基づき、実施者1名が、同一の添加試料を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、一律基準値濃度及び各農薬等の基準値に近い一定濃度とされていることから、今回は、一律基準値濃度(0.01mg/kg:0.01ppm)の5倍相当を基準値濃度(0.05mg/kg:0.05ppm)として設定し、一律基準値濃度との2濃度で実施した。細切均一化した農産物を秤量し、2.4(4)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野菜および果実ではGMおよびS1各1mLを、玄米では各0.5mLを添加し、30分間放置後、2.7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、算出にあたっては標準溶液を添加しないブランク試料溶液に添加濃度の2倍相当(250ng/mLまたは50ng/mL)の標準溶液を添加し、2倍希釈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 検量線及び定量限界

#### (1) 検量線

2.9に基づき検量線のR<sup>2</sup>(寄与率)を確認したところ、一律基準値添加回収試験および基準値添加回収試験のどちらかで目標とする寄与率R<sup>2</sup>が0.99を下回った成分は、表2に示すとおり、玄米で26成分、ほうれんそうで12成分、キャベツで17成分、ばれいしょで67成分、トマトで27成分、オレンジで7成分であった。なお、アセタミプリドはすべての成分でR<sup>2</sup><0.99であり検量線の直線性の確認が困難であった。(表2)

目標を満たさなかった成分のほとんどが、二次曲線となり、直線回帰式で寄与率0.99が得られなかった。これは、検体中のマトリックスの影響で注入口のインサートライナーが劣化し、吸着点ができたためと考えられる。

#### (2) 定量限界

定量限界については、アセタミプリド、プロヒドロジャスモン-2が5農産物で、2,4-ジクロロアニリンが4農産物で、シフルトリン-3及びピレトリンIが3農産物で、

表 2-1 農産物・添加濃度別妥当性評価結果

No.	成分名 (226成分)	玄米												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					
					70-120%	<25%	<30%	70-120%	<15%	<20%					70-120%	<15%	<20%	70-120%	<15%	<20%					
1	a-BHC	○	○	○	79.9%	6.7%	8.0%	97.4%	13.4%	11.6%	○	○	○	91.0%	4.5%	4.6%	89.0%	4.1%	4.8%	○					
2	β-BHC	○	○	×	-	-	-	-	-	-	×	○	○	90.4%	7.8%	7.5%	92.8%	3.9%	6.6%	○					
3	γ-BHC	○	○	○	79.6%	8.2%	7.6%	103.0%	15.4%	12.6%	×	○	○	91.1%	6.2%	6.4%	91.3%	3.6%	4.8%	○					
4	δ-BHC	○	○	○	82.0%	7.5%	10.2%	108.0%	11.7%	8.5%	○	○	○	83.2%	7.1%	5.3%	85.8%	2.9%	7.2%	○					
5	α-DDE	○	○	○	78.8%	9.6%	9.3%	105.9%	11.9%	9.4%	○	○	○	86.8%	3.7%	5.9%	100.5%	8.9%	9.2%	○					
6	β-DDE	○	○	○	74.0%	10.1%	9.0%	95.4%	4.8%	6.8%	○	○	○	87.3%	9.1%	10.0%	96.6%	3.2%	4.7%	○					
7	γ-DDE	○	○	○	75.8%	24.9%	21.0%	106.6%	14.6%	14.1%	○	○	○	91.1%	5.9%	5.3%	97.6%	3.5%	4.3%	○					
8	α-DDE	○	○	○	72.7%	10.8%	18.5%	101.3%	13.1%	11.7%	○	○	○	80.3%	9.6%	8.7%	100.2%	26.6%	34.8%	×					
9	EPN	×	×	×	-	-	-	-	-	-	×	×	×	-	-	-	-	-	-	×					
10	アクリナトリン-1	×	×	×	-	-	-	-	-	-	×	×	×	-	-	-	-	-	-	×					
11	アクリナトリン-2	×	×	×	-	-	-	-	-	-	×	×	×	72.9%	6.4%	10.8%	80.6%	6.7%	8.1%	○					
12	アセタミプリド	×	×	×	-	-	-	-	-	-	×	×	×	-	-	-	-	-	-	×					
13	アセフェート	○	○	○	0.7%	183.1%	219.5%	0.6%	43.0%	41.0%	×	○	○	3.1%	36.3%	87.5%	0.2%	241.3%	598.7%	×					
14	アトラジン	○	○	○	82.5%	14.1%	17.6%	107.5%	10.7%	9.0%	○	○	○	91.5%	5.4%	7.8%	96.3%	4.3%	4.4%	○					
15	アラクロール	○	○	○	80.3%	8.4%	8.9%	97.6%	4.7%	7.8%	○	○	○	96.4%	8.9%	10.2%	97.8%	3.7%	3.9%	○					
16	アルドリジ	○	○	○	72.4%	7.6%	7.4%	96.0%	9.5%	8.9%	○	○	○	84.4%	4.2%	6.2%	91.4%	3.0%	4.6%	○					
17	ディルドリン	○	○	○	78.1%	8.3%	11.8%	101.4%	6.1%	5.7%	○	○	○	104.0%	35.1%	37.0%	97.5%	3.7%	4.8%	×					
18	アレスリン-1	×	×	×	-	-	-	-	-	-	×	×	×	-	-	-	-	-	-	×					
19	アレスリン-2	○	○	○	-	-	-	-	-	-	○	○	○	-	-	-	-	-	-	○					
20	イソキサジフェンエチル	○	○	×	-	-	-	-	-	-	○	○	○	92.8%	7.6%	13.1%	98.9%	2.2%	5.0%	○					
21	イソキサチオン	○	○	○	79.4%	9.8%	9.1%	108.1%	6.2%	11.6%	○	○	○	97.4%	6.6%	9.8%	108.6%	2.9%	6.2%	○					
22	イソフェノックス	○	○	×	-	-	-	-	-	-	○	○	○	91.2%	57.3%	55.3%	113.1%	3.1%	23.3%	×					
23	イソフェノクスオキソン	○	○	○	78.4%	9.0%	12.1%	99.9%	6.8%	13.0%	○	○	○	96.3%	13.3%	13.5%	71.8%	3.9%	10.2%	×					
24	イメビコナゾール	○	○	×	-	-	-	-	-	-	○	○	○	100.1%	9.5%	13.1%	108.5%	2.7%	7.6%	○					
25	イメビコナゾール脳ベンジル体	○	○	○	23.4%	19.0%	29.6%	26.1%	36.0%	42.1%	×	○	○	14.4%	16.3%	16.8%	16.8%	20.2%	18.2%	×					
26	2-メチルアジピリン	×	×	×	-	-	-	-	-	-	×	×	×	-	-	-	-	-	-	×					
27	ウニコナゾールP	○	○	○	77.7%	8.5%	9.4%	100.2%	5.7%	13.0%	○	○	○	87.1%	12.9%	13.1%	106.7%	3.2%	8.4%	○					
28	エスポコルパ	○	○	○	78.5%	8.7%	8.5%	105.1%	10.6%	9.6%	○	○	○	94.9%	6.6%	6.3%	95.9%	2.9%	3.7%	○					
29	エタルフルラン	○	○	○	78.0%	9.1%	13.3%	87.8%	4.7%	15.7%	○	○	○	92.1%	8.2%	10.9%	101.5%	5.1%	6.8%	○					
30	エディフェノクス	×	○	○	-	-	-	-	-	-	○	○	○	83.1%	6.3%	7.3%	95.8%	2.6%	5.4%	○					
31	エトキサゾール	○	○	○	79.9%	8.5%	8.2%	99.1%	7.2%	7.7%	○	○	○	73.9%	10.0%	11.7%	99.1%	2.7%	5.2%	○					
32	エトフェンプロックス	○	○	○	74.5%	10.2%	8.9%	96.5%	6.6%	8.7%	○	○	○	90.4%	11.5%	12.0%	100.8%	2.9%	4.0%	○					
33	エトプロホス	○	○	○	84.6%	8.6%	11.5%	98.0%	4.8%	13.2%	○	○	○	94.0%	8.4%	10.3%	100.9%	3.9%	5.9%	○					
34	エトリジアノール	○	○	○	36.4%	33.6%	29.9%	46.5%	29.6%	29.0%	×	○	○	69.5%	14.1%	17.2%	72.0%	8.9%	8.7%	×					
35	α-エンドスルファツ	○	○	×	-	-	-	-	-	-	○	○	○	-	-	-	-	-	-	×					
36	β-エンドスルファツ	○	○	○	78.6%	12.8%	12.2%	110.3%	13.4%	10.9%	○	○	○	110.5%	6.5%	7.6%	97.7%	2.9%	6.8%	○					
37	エンピリン	○	○	○	75.9%	8.9%	8.6%	107.9%	13.6%	10.3%	○	○	○	86.6%	16.3%	18.4%	93.0%	14.1%	14.7%	○					
38	オキサジメチル	○	○	○	78.8%	9.4%	8.8%	110.1%	11.7%	11.6%	○	○	○	95.6%	20.2%	16.1%	101.4%	2.8%	5.4%	○					
39	オキシフルオフェン	○	○	○	82.5%	10.6%	14.6%	98.5%	6.3%	13.3%	○	○	○	98.8%	9.1%	11.6%	104.3%	3.9%	6.1%	○					
40	オムトエート	×	×	×	-	-	-	-	-	-	×	×	×	48.1%	10.6%	10.9%	72.0%	6.4%	8.0%	×					
41	オリキサトロピリン	○	○	×	-	-	-	-	-	-	○	○	○	86.1%	11.2%	12.8%	96.6%	3.9%	5.9%	○					
42	オリキサトロピリン5Z異性体	○	○	×	-	-	-	-	-	-	○	○	○	105.7%	11.7%	16.5%	103.9%	3.1%	5.7%	○					
43	カズサホス	○	○	○	87.2%	10.9%	14.0%	98.1%	4.8%	9.9%	○	○	○	88.5%	8.5%	11.1%	96.5%	3.1%	4.6%	○					
44	カフェンタロール	×	×	×	-	-	-	-	-	-	○	○	○	86.6%	3.9%	5.5%	91.4%	4.5%	6.7%	○					
45	キナルホス	○	○	○	82.5%	11.2%	10.9%	107.4%	12.3%	10.4%	○	○	○	94.9%	5.9%	8.0%	97.6%	2.2%	3.9%	○					
46	キノゾキサミン	×	×	×	-	-	-	-	-	-	○	○	○	89.9%	10.6%	10.2%	95.0%	2.4%	4.2%	○					
47	キノメチオネート	○	○	○	2.8%	70.0%	90.2%	0.5%	110.7%	98.1%	×	○	○	-	-	-	-	-	-	×					
48	キントゼン	○	○	○	73.3%	7.6%	8.2%	98.0%	10.2%	9.6%	○	○	○	92.3%	3.4%	7.4%	94.7%	3.1%	4.6%	○					
49	クレソキシメチル	○	○	○	78.7%	9.1%	10.4%	101.0%	5.4%	8.8%	○	○	○	86.1%	10.5%	12.1%	96.3%	3.4%	4.8%	○					
50	クロプロネート	○	○	○	73.2%	7.5%	10.0%	89.2%	6.7%	12.0%	○	○	○	82.8%	8.6%	9.8%	87.7%	4.7%	5.5%	○					
51	クロマゾン	○	○	○	79.9%	10.0%	9.2%	106.8%	9.5%	8.4%	○	○	○	91.0%	3.0%	4.6%	96.1%	3.5%	3.3%	○					
52	クロルピリホス	○	○	○	81.2%	10.2%	12.2%	108.9%	13.1%	9.4%	○	○	○	92.7%	9.0%	11.4%	91.4%	4.1%	5.4%	○					
53	クロルフェナホス	○	○	○	91.3%	11.3%	12.3%	114.9%	5.4%	8.3%	○	○	○	-	-	-	-	-	-	×					
54	クロルフェンソロン	○	○	○	78.3%	7.8%	7.7%	104.1%	10.6%	9.9%	○	○	○	90.5%	3.9%	5.2%	97.5%	2.3%	3.7%	○					
55	クロルプロホス	○	○	○	76.8%	11.7%	10.4%	113.8%	12.3%	11.5%	○	○	○	86.7%	25.0%	20.8%	92.9%	4.0%	4.1%	×					
56	α-アジピリン	○	○	○	-	-	-	-	-	-	○	○	○	89.3%	17.5%	16.2%	98.9%	7.5%	5.9%	○					
57	クロルベンジレート	○	○	×	-	-	-	-	-	-	○	○	○	-	-	-	-	-	-	×					
58	クロルベンジレート	○	○	○	79.5%	8.6%	9.0%	107.7%	13.0%	11.5%	○	○	○	87.5%	4.7%	5.9%	98.3%	2.4%	4.4%	○					
59	シアナジン	○	○	×	-	-	-	-	-	-	○	○	○	-	-	-	-	-	-	×					
60	シアノホス	○	○	○	80.1%	8.9%	8.8%	105.4%	9.3%	8.1%	○	○	○	89.3%	3.1%	3.9%	94.6%	3.8%	3.7%	○					
61	ジエトフェンカルフ	○	○	×	-	-	-	-	-	-	○	○	○	-	-	-	-	-	-	×					
62	ジオキサチオン分解物	○	○	×	-	-	-	-	-	-	○	○	○	111.2%	29.8%	33.3%	110.2%	3.2%	7.2%	×					
63	ジクロシメット-1	○	○	○	77.7%	10.3%	9.4%	103.5%	11.6%	12.4%	○	○	○	89.2%	4.2%	5.2%	99.5%	1.6%	3.9%	○					
64	ジクロシメット-2	○	○	○	76.9%	9.4%	8.1%	105.4%	10.9%	13.1%	○	○	○	68.3%	7.9%	9.5%	100.8%	2.5%	3.9%	×					
65	ジクロフェンチオン	○	○	○	75.5%	9.3%	8.9%	95.1%	5.8%	9.3%	○	○	○	88.9%	8.2%	10.0%	96.5%	4.3%	4.4%	○					
66	ジクロルホス	○	○	○	32.6%	19.5%	18.2%	43.1%	26.7%	27.7%	×	○	○	63.4%	13.1%	24.5%	66.7%</								





表 2-2 農産物・添加濃度別妥当性評価結果

No.	成分名 (226成分)	キャベツ											ばれいしよ										
		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		真度	併行精度
1	a-BHC	○	○	○	84.8%	7.4%	8.0%	90.3%	6.3%	5.7%	○	○	○	76.8%	23.8%	19.0%	77.6%	11.5%	17.8%	○			
2	β-BHC	○	○	○	※	-	-	158.4%	18.1%	17.7%	×	○	○	88.3%	12.3%	9.1%	87.4%	11.0%	14.8%	○			
3	γ-BHC	○	○	○	130.3%	11.7%	10.2%	91.8%	9.6%	11.4%	×	○	○	78.3%	20.2%	14.7%	80.9%	13.9%	15.8%	○			
4	δ-BHC	○	○	×	-	-	-	-	-	-	×	○	○	85.2%	8.5%	7.4%	86.7%	11.3%	14.3%	○			
5	α-DDDT	○	○	○	88.9%	10.2%	8.4%	89.4%	4.3%	3.8%	○	○	○	87.7%	11.5%	8.4%	101.1%	10.8%	10.8%	○			
6	β-DDDT	○	○	○	90.3%	6.9%	6.9%	94.2%	3.3%	3.8%	○	○	○	91.0%	2.8%	7.5%	93.0%	9.2%	10.4%	○			
7	γ-DDDT	○	○	○	89.9%	7.5%	9.1%	89.4%	4.3%	3.8%	○	○	○	91.0%	8.6%	7.7%	101.1%	10.8%	10.8%	○			
8	δ-DDDT	○	○	○	85.6%	7.9%	14.4%	92.2%	5.1%	5.0%	○	○	○	84.0%	13.9%	14.8%	91.2%	9.7%	12.6%	○			
9	EPN	×	○	○	-	-	-	-	-	-	×	×	○	-	-	-	-	-	-	×			
10	アクリナトリン-1	○	○	○	80.9%	7.3%	9.0%	87.0%	5.0%	7.6%	○	○	○	-	-	-	-	-	-	×			
11	アクリナトリン-2	○	○	○	66.7%	12.2%	12.2%	84.3%	5.9%	6.8%	×	×	○	-	-	-	-	-	-	×			
12	アセタミプリド	×	×	×	-	-	-	-	-	-	×	×	×	-	-	-	-	-	-	×			
13	アセフェート	×	○	○	-	-	-	-	-	-	×	○	○	-	-	-	-	-	-	×			
14	アトラジン	×	○	○	107.9%	27.7%	20.0%	87.1%	31.8%	30.1%	×	○	○	98.4%	7.1%	6.0%	93.3%	12.1%	12.3%	○			
15	アラクロール	○	○	○	87.6%	8.6%	9.4%	97.5%	4.0%	5.2%	○	○	○	91.2%	2.6%	9.4%	94.6%	8.1%	11.1%	○			
16	アルドリジ	○	○	○	80.4%	10.0%	10.5%	95.2%	7.3%	7.6%	○	○	○	77.5%	16.5%	15.3%	81.1%	10.5%	12.9%	○			
17	ディルドリン	○	○	○	91.6%	5.1%	6.5%	99.9%	4.6%	5.2%	○	○	○	93.0%	12.5%	14.5%	94.9%	13.2%	14.7%	○			
18	アレスリン-1	○	○	○	372.5%	46.8%	92.1%	105.2%	5.2%	16.8%	×	○	○	-	-	-	-	-	-	×			
19	アレスリン-2	○	○	×	-	-	-	-	-	-	×	○	○	-	-	-	-	-	-	×			
20	イソキサジエンエチル	○	○	○	82.1%	6.1%	8.5%	94.4%	5.9%	4.9%	○	○	○	77.0%	15.0%	12.4%	89.5%	9.8%	10.7%	○			
21	イソキサチオン	×	○	○	-	-	-	-	-	-	×	×	○	-	-	-	-	-	-	×			
22	イソフェネホス	○	○	○	126.2%	34.0%	46.1%	110.2%	4.7%	17.0%	×	○	○	-	-	-	-	-	-	×			
23	イソフェネホスオキソン	○	○	○	88.0%	8.6%	9.4%	96.0%	3.6%	7.5%	○	○	○	-	-	-	-	-	-	×			
24	イメバンコナゾール	○	○	○	62.2%	11.4%	12.4%	79.1%	6.1%	6.8%	×	○	○	-	-	-	-	-	-	×			
25	イメバンコナゾール脳ベンジル体	○	○	○	14.4%	19.7%	32.0%	17.6%	20.0%	20.7%	×	○	○	5.0%	32.2%	79.7%	6.2%	89.9%	77.5%	×			
26	2,4-ジクロロベンジル	×	×	○	-	-	-	-	-	-	×	×	○	-	-	-	-	-	-	×			
27	ウニコナゾールP	○	○	○	90.3%	9.1%	8.2%	101.3%	3.2%	7.0%	○	○	○	-	-	-	-	-	-	×			
28	エスポコルパ	○	○	○	90.1%	9.1%	8.0%	96.5%	4.1%	4.6%	○	○	○	83.8%	9.1%	7.6%	94.8%	7.3%	9.6%	○			
29	エタルフルラン	○	○	○	81.4%	8.6%	8.2%	87.8%	5.3%	6.9%	○	○	○	76.5%	6.1%	20.4%	82.1%	10.2%	15.7%	○			
30	エディフェホス	○	○	○	90.0%	10.2%	10.8%	94.4%	4.3%	3.5%	○	○	○	-	-	-	-	-	-	×			
31	エトキサゾール	○	○	×	-	-	-	-	-	-	×	○	○	95.4%	5.1%	9.2%	96.0%	11.7%	12.2%	○			
32	エトフェンプロックス	○	○	○	70.4%	12.5%	10.4%	90.1%	3.1%	3.7%	○	○	○	93.4%	4.3%	8.7%	95.1%	10.8%	11.2%	○			
33	エトプロホス	○	○	○	87.3%	7.6%	8.3%	93.1%	5.2%	7.2%	○	○	○	81.6%	5.6%	19.2%	90.8%	10.6%	14.9%	○			
34	エトリジアノール	○	○	○	37.4%	29.9%	40.7%	41.7%	36.4%	28.7%	×	○	○	34.0%	52.2%	70.0%	23.1%	29.9%	39.2%	×			
35	α-エンドスルファン	○	○	○	92.4%	11.2%	9.1%	100.5%	5.2%	4.8%	○	○	○	85.1%	16.0%	14.9%	88.4%	11.5%	15.1%	○			
36	β-エンドスルファン	○	○	○	89.0%	11.0%	9.0%	96.0%	5.9%	4.7%	○	○	○	88.1%	13.7%	11.2%	92.7%	9.9%	12.7%	○			
37	エンピリン	○	○	○	88.2%	4.1%	6.6%	95.2%	3.8%	3.8%	○	○	○	82.1%	10.3%	9.8%	89.4%	10.3%	15.3%	○			
38	オキサジキシル	○	○	○	87.6%	9.2%	9.5%	96.3%	5.0%	3.7%	○	○	○	87.7%	9.6%	7.8%	92.7%	8.5%	9.7%	○			
39	オキシフルオルフェン	×	○	○	-	-	-	-	-	-	×	○	○	-	-	-	-	-	-	×			
40	オモエート	○	○	○	54.0%	7.1%	6.8%	67.7%	12.1%	11.2%	×	×	○	-	-	-	-	-	-	×			
41	オリキサストロビン	○	○	○	73.1%	11.8%	14.2%	98.6%	4.8%	3.7%	○	○	○	-	-	-	-	-	-	×			
42	オリキサストロビン5Z異性体	○	○	○	64.5%	13.2%	12.4%	97.8%	3.1%	3.9%	×	○	○	-	-	-	-	-	-	×			
43	カズサホス	○	○	○	89.5%	7.8%	9.5%	93.0%	4.9%	6.4%	○	○	○	78.8%	3.2%	18.6%	88.5%	9.5%	15.3%	○			
44	カフェンチロール	○	○	○	84.8%	7.2%	7.6%	92.8%	5.3%	5.5%	○	○	○	-	-	-	-	-	-	×			
45	キナルホス	○	○	○	90.6%	10.5%	9.1%	96.2%	4.5%	4.7%	○	○	○	87.4%	9.9%	7.2%	90.0%	9.0%	11.5%	○			
46	キノゾキサミド	×	○	○	-	-	-	-	-	-	×	○	○	-	-	-	-	-	-	×			
47	キノメチオネート	○	○	○	0.4%	316.2%	316.2%	0.7%	37.7%	40.8%	×	○	○	0.0%	-	-	0.8%	40.9%	39.3%	×			
48	キントゼン	○	○	○	87.5%	7.7%	9.1%	92.1%	7.1%	7.0%	○	○	○	68.0%	22.6%	18.4%	69.4%	14.9%	21.0%	×			
49	クレンキシムメチル	○	○	○	88.2%	6.6%	7.5%	96.2%	4.1%	4.5%	○	○	○	90.3%	4.1%	8.6%	89.6%	10.5%	12.3%	○			
50	クロノリネート	○	○	○	85.4%	6.1%	6.0%	89.8%	1.9%	3.2%	○	○	○	88.0%	5.2%	10.4%	85.6%	10.5%	12.8%	○			
51	クロマゾン	○	○	○	92.0%	6.5%	7.1%	95.2%	4.0%	4.3%	○	○	○	85.5%	13.8%	10.0%	89.7%	9.8%	12.2%	○			
52	クロルピリホス	○	○	○	90.2%	10.4%	9.5%	92.7%	4.7%	3.7%	○	○	○	94.3%	19.6%	21.6%	84.7%	10.7%	15.3%	○			
53	クロルフェナホス	○	○	×	-	-	-	-	-	-	×	○	○	104.0%	9.1%	9.3%	106.2%	10.9%	11.9%	○			
54	クロルフェソロン	○	○	○	91.7%	9.0%	8.2%	94.8%	3.1%	2.8%	○	○	○	86.0%	11.3%	9.6%	89.6%	9.7%	11.9%	○			
55	クロルプロピル	○	○	○	81.6%	33.9%	32.3%	※	-	-	×	○	○	88.7%	8.7%	6.5%	89.5%	12.7%	13.5%	○			
56	α-クロロピリフェン	○	○	○	81.6%	-	-	-	-	-	×	○	○	84.2%	7.2%	15.2%	91.6%	11.6%	14.7%	○			
57	クロルベンジド	○	○	×	-	-	-	-	-	-	×	○	○	-	-	-	-	-	-	×			
58	クロルベンジレート	○	○	○	92.6%	8.1%	9.1%	97.0%	4.4%	4.0%	○	○	○	88.9%	9.4%	7.7%	94.2%	9.6%	10.7%	○			
59	シアナジン	○	○	×	-	-	-	-	-	-	×	○	○	87.7%	15.1%	12.8%	99.1%	8.1%	9.3%	○			
60	シアノホス	○	○	○	92.9%	6.5%	6.7%	95.0%	3.9%	4.2%	○	○	○	87.3%	9.7%	7.5%	87.0%	10.4%	12.6%	○			
61	ジエトフェンカゾール	○	○	○	97.9%	20.1%	30.3%	98.1%	2.8%	5.2%	○	○	×	-	-	-	-	-	-	×			
62	ジメチルメチル	○	○	○	84.5%	7.0%	7.6%	93.7%	4.2%	5.0%	○	○	○	102.1%	19.5%	19.9%	93.4%	10.7%	11.9%	○			
63	ジクロリメット-1	○	○	○	96.5%	7.8%	9.3%	98.0%	5.0%	6.1%	○	○	○	88.1%	10.2%	7.7%	97.1%	7.5%	7.2%	○			
64	ジクロリメット-2	○	○	○	94.4%	6.4%	9.7%	95.3%	4.0%	4.4%	○	○	○	91.3%	9.9%	8.7%	94.7%	6.8%	8.3%	○			
65	ジクロロフェンチオン	○	○	○	87.8%	7.0%	6.8%	92.5%	4.1%	5.5%	○	○	○	88.4%	4.4%	12.1%	90.8%	8.6%	11.2%	○			
66	ジクロロホル	○	○	○	42.9%	26.9%	35.6%	46.2%	32.1%	28.4%	×	○	○	35.9%	50.0%	62.6%	29.3%	27.4%	30.0%	×			
67	1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4-エチルフェニル)エタン	○	○	○	87.7%	6.9%	7.6%	93.6%	4.2%	3.6%	○	○</											



表 2-3 農産物・添加濃度別妥当性評価結果

No.	成分名 (226成分)	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	
1	a-BHC	○	○	○	76.7%	6.7%	14.9%	92.5%	5.2%	6.5%	○	○	○	○	89.2%	6.0%	5.6%	91.1%	2.8%	3.7%	○
2	β-BHC	○	○	○	91.8%	5.6%	9.2%	100.1%	2.5%	3.8%	○	○	○	×	-	-	-	-	-	-	×
3	γ-BHC	○	○	○	78.8%	6.3%	13.8%	96.1%	3.8%	4.9%	○	○	○	○	82.8%	2.7%	3.5%	91.9%	1.5%	3.0%	○
4	δ-BHC	○	○	○	84.6%	7.3%	9.8%	97.8%	2.7%	3.4%	○	○	○	○	90.7%	5.8%	5.3%	88.6%	2.0%	3.6%	○
5	α-DDT	○	○	○	90.5%	8.2%	7.7%	103.1%	2.5%	4.0%	○	○	○	○	87.4%	2.5%	3.3%	102.4%	3.4%	5.7%	○
6	p,p'-DDE	○	○	○	94.7%	6.7%	8.1%	100.0%	1.9%	4.1%	○	○	○	○	91.8%	3.9%	8.1%	97.7%	2.3%	5.7%	○
7	p,p'-DDE	○	○	○	94.7%	7.1%	8.4%	103.1%	2.5%	4.0%	○	○	○	○	90.5%	4.5%	6.4%	102.4%	3.4%	5.7%	○
8	p,p'-DDT	○	○	○	89.8%	8.3%	15.8%	97.9%	2.0%	2.6%	○	○	○	○	90.8%	3.9%	5.2%	94.4%	2.7%	3.3%	○
9	EPN	○	○	○	103.0%	15.0%	11.4%	111.4%	4.8%	8.4%	○	○	○	×	-	-	-	-	-	-	×
10	アクリナトリン-1	×	×	○	-	-	-	-	-	-	×	×	○	×	-	-	-	-	-	-	×
11	アクリナトリン-2	×	×	○	-	-	-	-	-	-	×	×	○	×	-	-	-	-	-	-	×
12	アセタミプリド	×	×	×	-	-	-	-	-	-	×	×	○	×	-	-	-	-	-	-	×
13	アセフェート	○	○	○	3.0%	151.7%	121.4%	1.4%	14.7%	70.6%	×	×	○	×	-	-	-	-	-	-	×
14	アトラジン	○	○	○	96.5%	3.7%	7.7%	98.0%	1.5%	6.9%	○	○	○	○	89.6%	3.9%	3.9%	93.4%	2.5%	3.0%	○
15	アラクロール	○	○	○	92.0%	9.2%	10.4%	103.6%	2.5%	6.6%	○	○	○	○	86.4%	4.3%	8.1%	101.0%	2.2%	6.1%	○
16	アルドリジ	○	○	○	86.3%	4.4%	8.9%	91.7%	3.7%	5.3%	○	×	○	○	-	-	-	-	-	-	×
17	デルドリジ	○	○	○	99.7%	8.1%	9.7%	103.2%	2.8%	3.6%	○	○	○	○	93.9%	6.2%	10.3%	99.7%	1.8%	5.4%	○
18	アレスリン-1	○	○	○	-	-	-	-	-	-	×	×	○	×	-	-	-	-	-	-	×
19	アレスリン-2	○	○	○	-	-	-	-	-	-	×	×	○	×	-	-	-	-	-	-	×
20	イネキサジエンエチル	○	○	○	83.2%	11.2%	10.0%	99.4%	2.8%	4.0%	○	○	○	○	92.1%	5.6%	6.5%	98.9%	2.8%	5.1%	○
21	イネキサチオン	○	○	○	109.7%	9.0%	9.3%	113.1%	1.9%	6.0%	○	○	○	×	-	-	-	-	-	-	×
22	イソフェンホス	○	○	○	177.9%	22.2%	82.2%	121.3%	3.9%	21.9%	×	×	○	×	-	-	-	-	-	-	×
23	イソフェンホスオキソン	○	○	○	95.5%	11.2%	10.8%	112.8%	2.1%	9.1%	○	○	○	○	83.1%	5.8%	9.0%	97.4%	1.3%	6.2%	○
24	イメベンコナゾール	×	×	○	-	-	-	-	-	-	×	×	○	×	-	-	-	-	-	-	×
25	イメベンコナゾール脳ベンジル体	×	×	○	9.4%	18.0%	98.4%	13.1%	21.2%	24.6%	×	×	○	×	41.6%	33.1%	39.4%	39.6%	23.5%	25.0%	×
26	2,4-ジクロロベンジル	×	×	○	-	-	-	-	-	-	×	×	○	×	-	-	-	-	-	-	×
27	ウニコナゾールP	○	○	○	90.0%	13.6%	13.1%	108.7%	2.7%	5.8%	○	○	○	○	84.2%	4.7%	10.0%	102.2%	2.9%	7.8%	○
28	エスプロカルブ	○	○	○	88.8%	7.9%	8.4%	100.3%	2.1%	5.2%	○	○	○	○	92.9%	3.4%	4.0%	99.1%	2.3%	4.6%	○
29	エタルフルタリン	○	○	○	79.8%	7.6%	16.5%	96.7%	3.6%	9.1%	○	○	○	○	82.0%	5.4%	10.0%	95.9%	3.6%	7.4%	○
30	エディフェンホス	○	○	○	93.5%	9.5%	8.6%	107.1%	1.9%	3.9%	○	○	○	○	88.0%	5.9%	6.1%	96.9%	3.9%	5.8%	○
31	エトキサゾール	○	○	×	-	-	-	-	-	-	×	×	○	×	92.8%	18.3%	17.1%	105.0%	3.5%	8.2%	○
32	エトフェンプロックス	○	○	○	95.7%	9.6%	8.9%	107.6%	2.9%	8.4%	○	○	○	○	80.1%	8.8%	15.7%	100.5%	2.4%	7.4%	○
33	エトプロホス	○	○	○	86.4%	9.8%	14.2%	103.5%	2.4%	9.7%	○	○	○	○	90.3%	6.1%	10.3%	100.1%	2.6%	5.3%	○
34	エトリジアノール	○	○	○	29.6%	34.1%	60.8%	38.3%	0.5%	2.6%	×	×	○	○	66.2%	19.7%	18.2%	71.5%	11.9%	11.8%	×
35	a-エンドスルファン	○	○	○	101.7%	7.3%	10.5%	107.0%	2.0%	2.9%	○	×	○	○	-	-	-	-	-	-	×
36	β-エンドスルファン	○	○	○	91.2%	5.6%	8.9%	100.3%	1.3%	4.1%	○	○	○	○	-	-	-	-	-	-	×
37	エンピリン	○	○	○	92.0%	5.6%	8.1%	99.5%	2.1%	3.4%	○	○	○	○	62.3%	5.1%	7.3%	90.2%	2.8%	4.1%	×
38	オキサジキシル	○	○	○	93.5%	9.7%	9.8%	103.6%	2.0%	6.3%	○	○	○	○	-	-	-	-	-	-	×
39	オキシフルオルフェン	×	×	○	-	-	-	-	-	-	×	×	○	×	-	-	-	-	-	-	×
40	オトメート	○	○	○	55.9%	15.7%	16.0%	78.2%	7.7%	14.1%	×	×	○	×	49.4%	9.3%	8.4%	56.5%	12.4%	11.3%	×
41	オリキサトロン	○	○	○	111.0%	21.6%	17.8%	112.3%	2.7%	10.1%	○	○	○	○	-	-	-	-	-	-	×
42	オリキサトロン5Z異性体	×	×	○	-	-	-	-	-	-	×	×	○	×	-	-	-	-	-	-	×
43	カズホス	○	○	○	79.8%	11.5%	14.9%	100.8%	2.8%	8.0%	○	○	○	○	74.1%	23.5%	26.4%	100.0%	3.2%	6.2%	○
44	カフェンチロール	○	○	○	101.8%	10.6%	11.2%	126.5%	3.9%	9.2%	×	×	○	○	77.3%	6.5%	6.3%	92.2%	3.0%	3.6%	○
45	キナルホス	○	○	○	90.9%	6.2%	7.8%	100.1%	2.1%	5.2%	○	○	○	○	88.5%	4.0%	6.6%	111.1%	3.3%	9.8%	○
46	キノゾキサミジ	×	×	○	-	-	-	-	-	-	×	×	○	×	87.0%	9.2%	8.2%	96.6%	5.4%	6.1%	○
47	キノメチオネート	○	○	○	0.3%	316.2%	316.2%	0.8%	6.1%	15.9%	×	×	○	○	10.5%	18.8%	16.4%	*	-	-	×
48	キントゼン	○	○	○	74.9%	9.0%	18.0%	89.7%	5.1%	6.8%	○	○	○	○	82.0%	5.1%	5.0%	87.6%	2.0%	4.2%	○
49	クレソキシムメチル	○	○	○	92.0%	9.3%	9.6%	101.7%	1.7%	5.3%	○	○	○	○	89.6%	7.2%	11.7%	99.8%	2.1%	5.2%	○
50	クロプロネート	○	○	○	84.8%	11.2%	11.1%	93.5%	1.9%	5.0%	○	○	○	○	83.6%	8.1%	11.8%	93.0%	2.4%	5.1%	○
51	クロマゾン	○	○	○	88.1%	7.3%	9.2%	100.0%	1.9%	6.1%	○	○	○	○	89.1%	4.2%	4.2%	98.2%	2.9%	4.3%	○
52	クロピリホス	○	○	○	88.7%	6.4%	11.4%	99.0%	2.2%	3.4%	○	×	○	○	-	-	-	-	-	-	×
53	クロピリホス	○	○	○	106.8%	7.3%	8.7%	114.9%	3.9%	4.4%	○	○	○	○	96.4%	3.9%	13.6%	111.6%	5.3%	6.7%	○
54	クロピリホス	○	○	○	89.7%	8.8%	7.7%	97.7%	0.6%	3.9%	○	○	○	○	90.1%	4.1%	4.4%	99.5%	1.7%	4.7%	○
55	クロピリホス	○	○	○	91.6%	7.4%	8.6%	104.5%	2.0%	6.3%	○	○	○	○	91.1%	3.8%	4.0%	98.0%	2.5%	4.9%	○
56	ジクロロベンジル	×	×	○	84.8%	10.6%	16.2%	100.9%	1.9%	5.1%	○	×	○	○	96.1%	17.1%	17.4%	183.6%	3.2%	6.5%	×
57	クロピリホス	○	○	○	90.7%	8.8%	8.9%	101.8%	1.2%	4.7%	○	○	○	○	89.9%	3.3%	4.1%	97.9%	2.8%	5.0%	○
58	クロピリホス	○	○	○	92.0%	3.8%	9.3%	101.0%	1.3%	6.2%	○	×	○	○	-	-	-	-	-	-	×
59	シメトリン	○	○	○	90.4%	6.6%	8.4%	99.1%	1.7%	4.6%	○	○	○	○	90.1%	3.8%	4.2%	97.2%	2.3%	4.7%	○
61	ジエトフェンカルブ	○	○	×	-	-	-	-	-	-	×	×	○	×	91.8%	6.3%	13.0%	109.3%	5.0%	14.6%	○
62	ジエトフェンカルブ分解物	○	○	○	97.4%	9.9%	8.9%	94.0%	2.6%	5.6%	○	○	○	○	90.3%	5.5%	5.6%	94.4%	2.9%	5.2%	○
63	ジクロシメット-1	○	○	○	88.4%	10.1%	9.1%	101.2%	1.5%	7.1%	○	○	○	○	92.6%	4.9%	4.8%	106.8%	3.4%	6.3%	○
64	ジクロシメット-2	○	○	○	94.1%	10.2%	10.1%	101.7%	1.0%	5.7%	○	○	○	○	89.9%	3.1%	5.1%	104.0%	4.6%	6.4%	○
65	ジクロシメット	○	○	○	89.4%	7.1%	10.0%	98.5%	2.6%	5.8%	○	○	○	○	86.4%	2.1%	6.1%	98.9%	2.5%	5.6%	○
66	ジクロシメット	○	○	○	34.7%	30.2%	49.1%	41.0%	20.1												



シフルトリン-3が2農産物で、キノクラミン、ピラクロニルおよびプロパニルが1農産物で目標とする25ng/mL(検体濃度:0.01ppm)でS/N $\geq$ 10を満たすことができなかった。(表2)

### 3・2 妥当性評価試験

#### (1) 選択性

試料を2・7に従って調製したブランク試料溶液を用い、対象成分と同一保持時間にピークが存在するか、標準溶液のピーク面積と比較した。今回は、2濃度の添加のため、試験法の目標とする定量限界値濃度と等しい一律基準値濃度のピーク面積と比較することとし、妨害ピークが1/3未満であるか評価した。

その結果は、表2に示すとおり玄米で62成分、ほうれんそうで39成分、キャベツで29成分、ばれいしょで19成分、トマトで24成分、オレンジで64成分で定量を妨害するピークが一律基準値濃度に相当するピーク面積の1/3以上であり、目標値を満たすことができなかった。特に、アレスリン-2、クロルベンジド、シフルトリン-1、シペルメトリン-1、トリクロロホン、ピレトリンIについてはすべての食品で定量を妨害するピークが確認された。

#### (2) 真度および精度

農産物・添加濃度別妥当性評価結果を表2に、また妥当性評価結果および適合農産物数を表3に示す。評価は、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のについて実施した。今回の添加回収試験では添加量を基準値濃度(0.05ppm)および一律基準値濃度(0.01ppm)としたため、ガイドラインの規定により、真度が70~120%の範囲内、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。真度が目標値を満たしたものは、玄米で152成分中127成分、ほうれんそうで180成分中163成分、キャベツで182成分中153成分、ばれいしょで145成分中130成分、トマトで179成分中157成分、オレンジで158成分中138成分であった。

室内精度および併行精度については、真度が目標値を満たしたもののうち、トマトでは、すべての成分が目標値を満たしたが、玄米で5成分、ほうれんそうで7成分、キャベツでは4成分、ばれいしょでは6成分、オレンジでは2化合物が目標値を満たすことができなかった。

6農産物すべてで目標値を満たしたのは55成分であった。なお、アセタミプリド、アセフェート、アレスリン(-1,-2)、イソフェンホス、イミベンコナゾール脱ベンジル体、2,4-ジクロロアニリン、エトリジアゾール、オメトエート、キノメチオネート、クロルベンジド、ジ

クロルボス、シフルトリン(-1,-4)、シペルメトリン(-1,-2,-3,-4)、ジメトエート、トリアゾホス、トリクロロホン、ピラクロニル、ピレトリンI、フルリドン、プロヒドロジャスモン-2、プロメトリン、ホルモチオンおよびメタミドホスの28成分はすべての農産物で目標値を満たさなかった。

#### (3) 評価結果

表3に示すとおり、すべての目標値を満たしたものが玄米で122成分、ほうれんそうで156成分、キャベツで149成分、ばれいしょで124成分、トマトで157成分、オレンジで136成分であった。また、成分別の適合状況は、6農産物すべてに適合したものが55成分、5農産物に適合したものが52成分、4農産物に適合したものが32成分、3農産物に適合したものが24成分、2農産物に適合したものが19成分、1農産物に適合したものが16成分であった。

## 4 まとめ

- (1) 今回の妥当性評価では、GC-MS一斉試験法で対象としていた126農薬149成分に加え、他検出器(他SOP)で分析対象成分からの移行51農薬64成分および新規10農薬13成分の187農薬226成分を対象物質として、GC-MSによる同時分析法を検討した。
- (2) 分析法の妥当性評価は、玄米、ほうれんそう、キャベツ、ばれいしょ、トマトおよびオレンジの6農産物を対象に、1名が1日1回(2併行)、5日間の枝分かれ試験により、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、226成分中、玄米で122成分、ほうれんそうで156成分、キャベツで149成分、ばれいしょで124成分、トマトで157成分、オレンジで136成分について妥当性が確認できた。
- (3) 成分別の適合状況は、6農産物すべてに適合したものが55成分、5農産物に適合したものが52成分、4農産物に適合したものが32成分、3農産物に適合したものが24成分、2農産物に適合したものが19成分、1農産物に適合したものが16成分であった。
- (4) 今回、改良および妥当性を評価した試験方法は、従来法に比べ同時分析可能な成分数を増加させた。また、これまでGC-FPD、GC-FTDおよびGC-ECDで測定していた一律基準値の判定が困難な成分についても判定が可能となるなど検査可能農薬の範囲を拡大することができた。
- (5) 妥当性を評価した226成分のうち、198成分については、適合した農薬及び農産物の組み合わせによりSOPを改正し、今後の行政試験に適用することとしている。

表3 妥当性評価結果及び適合農産物数

農薬名	成分名	穀類	野菜類				果実類	適合農産物数
			緑黄色	イオウ	でんぷん	その他		
			玄米	ほうれんそう	キャベツ	ばれいしょ		
1	BHC	a-BHC	○	○	○	○	○	6
2		β-BHC	×	○	×	○	×	3
3		γ-BHC	×	○	×	○	○	4
4		δ-BHC	○	○	×	○	○	5
5	DDT	o,p'-DDT	○	○	○	○	○	6
6		p,p'-DDD	○	○	○	○	○	6
7		p,p'-DDE	○	○	○	○	○	6
8		p,p'-DDT	○	×	○	○	○	5
9	EPN	EPN	×	×	×	○	×	1
10	アクリナトリン	アクリナトリン-1	×	×	○	×	×	1
11		アクリナトリン-2	×	○	×	×	○	2
12	アセタミプリド	アセタミプリド	×	×	×	×	×	0
13	アセフェート	アセフェート	×	×	×	×	×	0
14	アトラジン	アトラジン	○	○	×	○	○	5
15	アラクロール	アラクロール	○	○	○	○	○	6
16	アルドリン及びディルドリン	アルドリン	○	○	○	○	×	5
17		ディルドリン	○	×	○	○	○	5
18	アレスリン	アレスリン-1	×	×	×	×	×	0
19		アレスリン-2	×	×	×	×	×	0
20	イソキサジフェンエチル	イソキサジフェンエチル	×	○	○	○	○	5
21	イソキサチオン	イソキサチオン	○	○	×	×	×	3
22	イソフェンホス	イソフェンホス	×	×	×	×	×	0
23		イソフェンホスオキソン	○	×	○	×	○	4
24	イミベンコナゾール	イミベンコナゾール	×	○	×	×	×	1
25		イミベンコナゾール脱ベンジル体	×	×	×	×	×	0
26		2,4-ジクロロアニリン	×	×	×	×	×	0
27	ウニコナゾールP	ウニコナゾールP	○	○	○	×	○	5
28	エスプロカルブ	エスプロカルブ	○	○	○	○	○	6
29	エタルフルラリン	エタルフルラリン	○	○	○	○	○	6
30	エディフェンホス	エディフェンホス	×	○	○	×	○	4
31	エトキサゾール	エトキサゾール	○	○	×	○	×	4
32	エトフェンブロックス	エトフェンブロックス	○	○	○	○	○	6
33	エトプロホス	エトプロホス	○	○	○	○	○	6
34	エトリジアゾール	エトリジアゾール	×	×	×	×	×	0
35	エンドスルフファン	α-エンドスルフファン	×	×	○	○	×	3
36		β-エンドスルフファン	○	○	○	○	×	5
37	エンドリン	エンドリン	○	○	○	○	×	5
38	オキサジキシル	オキサジキシル	○	○	○	○	×	5
39	オキシフルオルフェン	オキシフルオルフェン	○	○	×	×	×	2
40	オメトエート	オメトエート	×	×	×	×	×	0
41	オリサストロピン	オリサストロピン	×	○	○	×	×	3
42		オリサストロピン5Z異性体	×	○	×	×	×	1
43	カズサホス	カズサホス	○	○	○	○	○	6
44	カフェンストール	カフェンストール	×	○	○	×	×	3
45	キナルホス	キナルホス	○	○	○	○	○	6
46	キノクラミン	キノクラミン	×	○	×	×	×	2
47	キノメチオネート	キノメチオネート	×	×	×	×	×	0
48	キントゼン	キントゼン	○	○	○	×	○	5
49	クレソキシムメチル	クレソキシムメチル	○	○	○	○	○	6
50	クロゾリネート	クロゾリネート	○	○	○	○	○	6
51	クロマゾン	クロマゾン	○	○	○	○	○	6
52	クロルピリホス	クロルピリホス	○	○	○	○	×	5
53	クロルフェナビル	クロルフェナビル	○	×	×	○	○	4
54	クロルフェンゾン	クロルフェンゾン	○	○	○	○	○	6
55	クロルブファム	クロルブファム	○	×	×	○	○	4
56	クロルプロファム	クロルプロファム	×	○	×	○	×	3
57	クロルベンシド	クロルベンシド	×	×	×	×	×	0
58	クロロベンジレート	クロロベンジレート	○	○	○	○	○	6
59	シアナジン	シアナジン	×	×	×	○	×	2
60	シアノホス	シアノホス	○	○	○	○	○	6
61	ジエトフェンカルブ	ジエトフェンカルブ	×	×	×	×	○	1
62	ジオキサチオン	ジオキサチオン分解物	×	×	○	○	○	4
63	ジクロシメット	ジクロシメット-1	○	○	○	○	○	6
64		ジクロシメット-2	○	×	○	○	○	5
65	ジクロフェンチオン	ジクロフェンチオン	○	○	○	○	○	6
66	ジクロロボス	ジクロロボス	×	×	×	×	×	0
67	1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4-エチルフェニル)エタン	1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4-エチルフェニル)エタン	○	○	○	○	○	6
68	ジコホル	ジコホル分解物	×	○	○	×	×	3
69	ジスルホトン	ジスルホトン	×	×	×	×	○	1
70	シハロトリン	シハロトリン-1	×	×	○	×	○	3
71		シハロトリン-2	×	○	○	×	×	2
72	シハロポップブチル	シハロポップブチル	○	○	○	○	○	6
73	ジフェノコナゾール	ジフェノコナゾール-1	○	○	×	×	○	4
74		ジフェノコナゾール-2	○	○	×	×	○	4
75	シフルトリン	シフルトリン-1	×	×	×	×	×	0

農薬名	成分名	穀類 玄米	野菜類					果実類 オレンジ	適合 農産物数
			緑黄色	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	トマト			
76	シフルトリン-2	×	○	○	×	×	×	2	
77	シフルトリン-3	×	×	×	○	×	×	1	
78	シフルトリン-4	×	×	×	×	×	×	0	
79	ジフルフェニカン	○	○	○	○	×	○	5	
80	シブロコナゾール	×	○	○	○	○	×	4	
81	シベルメトリン	×	×	×	×	×	×	0	
82	シベルメトリン-2	×	×	×	×	×	×	0	
83	シベルメトリン-3	×	×	×	×	×	×	0	
84	シベルメトリン-4	×	×	×	×	×	×	0	
85	シマジン	×	○	×	×	○	×	2	
86	ジメタメトリン	○	○	○	○	×	○	5	
87	ジメチルピホス	○	○	×	○	×	×	3	
88	ジメテナミド	○	○	○	○	○	○	6	
89	ジメトエート	×	×	×	×	×	×	0	
90	シメトリン	○	×	×	×	○	○	3	
91	スピロジクロフェン	×	×	○	○	○	×	3	
92	ゾキサミド	×	×	○	×	×	×	1	
93	ゾキサミド分解物	×	×	○	×	○	○	3	
94	ターバシル	×	×	×	×	○	○	2	
95	ダイアジノン	○	×	○	○	○	○	5	
96	チオベンカルブ	○	○	○	○	○	○	6	
97	チフルザミド	○	○	○	○	○	○	6	
98	テトラコナゾール	○	○	○	○	○	○	6	
99	テトラジホン	○	○	○	○	○	○	6	
100	テニルクロール	○	×	○	○	○	○	5	
101	テブコナゾール	×	○	○	○	×	×	3	
102	テブフェンピラド	○	○	○	○	○	○	6	
103	テフルトリン	○	○	○	○	×	○	5	
104	デルタメトリン	×	○	×	×	×	×	1	
105	テルブトリン	×	○	○	○	○	○	5	
106	テルブホス	○	○	○	×	○	○	5	
107	トリアジメノール	×	×	×	○	○	×	2	
108	トリアジメノール-2	×	○	○	○	○	○	5	
109	トリアジメホソ	×	○	○	○	○	○	5	
110	トリアゾホス	×	×	×	×	×	×	0	
111	トリアレート	×	○	○	○	○	○	5	
112	トリクロロホソ (DEP)	×	×	×	×	×	×	0	
113	トリシクラゾール	×	○	○	×	×	×	2	
114	トリフルラリン	×	○	×	×	○	○	3	
115	トリフロキシストロピン	×	○	×	○	○	×	3	
116	トルクロホソメチル	○	○	○	○	○	○	6	
117	トルフェンピラド	×	○	×	×	×	×	1	
118	2-(1-ナフチル) アセタミド	×	○	○	×	○	○	4	
119	パクロプロトラゾール	○	×	○	○	○	○	5	
120	パラチオン	×	○	○	×	○	×	3	
121	パラチオンメチル	○	○	○	×	○	○	5	
122	ハルフェンブロックス	×	×	×	×	×	○	1	
123	ピオレスメトリン	×	×	×	×	×	○	2	
124	ピコリナフェン	○	○	○	×	○	○	5	
125	ピテルタノール	×	×	×	×	○	○	2	
126	ピテルタノール-2	×	×	○	×	○	×	2	
127	ピフェノックス	×	○	×	×	×	×	1	
128	ピフェントリン	○	○	○	○	○	×	5	
129	ピペロニルブトキシド	○	○	○	○	○	○	6	
130	ピペロホソ	○	○	○	×	○	○	5	
131	ピラクロニル	×	×	×	×	×	×	0	
132	ピラクロホソ	×	○	○	×	×	○	3	
133	ピラゾホソ	×	○	○	×	○	○	4	
134	ピラフルフェンエチル	○	○	○	×	○	○	5	
135	ピリダフェンチオン	○	○	○	×	○	×	4	
136	ピリダベン	○	○	○	○	○	×	5	
137	ピリダリル	×	○	×	×	×	○	2	
138	ピリフェノックス	○	○	○	○	○	○	6	
139	(Z)-ピリフェノックス	○	○	○	○	○	○	6	
140	ピリブチカルブ	○	○	○	×	○	○	5	
141	ピリプロキシフェン	○	×	○	○	○	×	4	
142	ピリミジフェン	×	○	×	×	×	○	2	
143	ピリミノバックメチル	○	○	○	○	○	○	6	
144	(Z)-ピリミノバックメチル	○	○	○	○	○	○	6	
145	ピリミホソメチル	○	○	○	○	○	○	6	
146	ピリメタニル	○	○	○	×	○	○	5	
147	ピレトリン	×	×	×	×	×	×	0	
148	ピロキロン	○	○	○	○	○	○	6	
149	フィプロニル	○	○	○	×	○	○	5	
150	フェナリモル	×	○	○	○	×	○	4	
151	フェニトロチオン	×	○	○	×	○	○	4	
152	フェノキサニル	○	×	×	○	○	○	4	

農薬名	成分名	穀類 玄米	野菜類					果実類 オレンジ	適合 農産物数
			緑黄色	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	トマト			
153	フェノトリン	フェノトリン-1	×	×	×	○	×	×	1
154		フェノトリン-2	○	×	×	○	×	×	2
155	フェンクロルホス	フェンクロルホス	○	○	○	○	○	○	6
156	フェンスルホチオン	フェンスルホチオン	×	○	○	×	○	○	4
157	フェンチオン	フェンチオン	○	○	○	×	○	○	5
158	フェントエート	フェントエート	○	○	○	○	○	○	6
159	フェンバレレート	フェンバレレート-1	×	○	○	×	○	×	3
160		フェンバレレート-2	×	○	○	×	○	○	4
161	フェンプロバトリン	フェンプロバトリン	×	×	○	○	○	×	3
162	フェンプロピモルフ	フェンプロピモルフ	○	○	○	○	○	○	6
163	フサライド	フサライド	○	○	○	×	×	×	3
164	ブタクロール	ブタクロール	○	○	○	○	○	○	6
165	ブタミホス	ブタミホス	×	○	×	×	×	○	2
166	ブプロフェジン	ブプロフェジン	○	○	○	○	○	○	6
167	フリラゾール	フリラゾール	○	○	×	○	○	×	4
168	フルアクリピリム	フルアクリピリム	×	○	○	○	○	○	5
169	フルキンコナゾール	フルキンコナゾール	○	○	○	○	○	○	6
170	フルジオキソニル	フルジオキソニル	○	○	×	○	○	×	4
171	フルシトリネート	フルシトリネート-1	○	○	○	×	○	○	5
172		フルシトリネート-2	○	○	×	×	○	○	4
173	フルシラゾール	フルシラゾール	○	○	○	○	○	○	6
174	フルトラニル	フルトラニル	×	○	○	○	○	×	4
175	フルトリアホル	フルトリアホル	○	○	○	○	○	×	5
176	フルバリネート	フルバリネート-1	○	○	○	×	○	○	5
177		フルバリネート-2	○	○	○	×	○	○	5
178	フルミオキサジン	フルミオキサジン	×	○	○	×	×	○	3
179	フルリドン	フルリドン	×	×	×	×	×	×	0
180	プレチラクロル	プレチラクロル	○	×	○	○	○	×	4
181	プロシミドン	プロシミドン	○	○	○	○	○	○	6
182	プロチオホス	プロチオホス	○	○	○	×	○	○	5
183	プロバクロール	プロバクロール	○	○	○	○	○	○	6
184	プロバジン	プロバジン	○	○	×	○	○	○	5
185	プロパニル	プロパニル	×	○	○	×	○	×	3
186	プロバホス	プロバホス	○	○	○	×	○	○	5
187	プロバルギット	プロバルギット	×	○	○	○	○	×	4
188	プロピコナゾール	プロピコナゾール-1	×	×	×	○	×	×	1
189		プロピコナゾール-2	○	×	○	○	○	×	4
190	プロピザミド	プロピザミド	○	○	○	○	○	○	6
191	プロヒドロロジャスモン	プロヒドロロジャスモン-1	○	○	○	○	○	○	6
192		プロヒドロロジャスモン-2	×	×	×	×	×	×	0
193	プロフェノホス	プロフェノホス	○	○	○	○	×	○	5
194	プロベタンホス	プロベタンホス	○	○	○	○	○	×	5
195	プロボキスル	プロボキスル	○	○	○	○	○	○	6
196	プロメトリン	プロメトリン	×	×	×	×	×	×	0
197	プロモブチド	プロモブチド	○	○	○	○	○	○	6
198	プロモホス(メチル)	プロモホス(メチル)	○	○	○	○	○	○	6
199	プロモホスエチル	プロモホスエチル	○	○	○	×	○	○	5
200	ヘキサコナゾール	ヘキサコナゾール	×	○	○	○	○	×	4
201	ヘブタクロル	ヘブタクロル	○	○	○	×	○	○	5
202		ヘブタクロルエキソエポキシド	×	○	○	×	×	×	2
203		ヘブタクロルエンドエポキシド	○	○	○	○	○	○	6
204	ベルメトリン	ベルメトリン-1	×	×	×	○	○	×	2
205		ベルメトリン-2	×	○	○	○	○	×	4
206	ペンコナゾール	ペンコナゾール	○	○	○	○	○	○	6
207	ペンディメタリン	ペンディメタリン	○	○	○	×	○	○	5
208	ペンフレセート	ペンフレセート	○	○	○	○	×	○	5
209	ホサロン	ホサロン	×	×	×	×	×	○	1
210	ホスチアゼート	ホスチアゼート-1	×	○	×	○	○	○	4
211		ホスチアゼート-2	×	○	○	○	×	×	3
212	ホスファミドン	ホスファミドン-1	×	○	○	○	○	×	4
213		ホスファミドン-2	×	○	○	○	○	×	4
214	ホスメット	ホスメット	○	×	○	×	○	○	4
215	ホルモチオン	ホルモチオン	×	×	×	×	×	×	0
216	マラチオン	マラチオン	○	○	○	○	○	○	6
217	マイクロブタニル	マイクロブタニル	○	○	○	○	○	×	5
218	メカルバム	メカルバム	×	○	×	×	×	×	1
219	メタミドホス	メタミドホス	×	×	×	×	×	×	0
220	メタラキシル	メタラキシル	○	×	○	○	○	○	5
221	メチダチオン	メチダチオン	○	○	○	○	○	○	6
222	メトラクロール	メトラクロール	○	×	○	○	○	○	5
223	メフェナセート	メフェナセート	○	○	○	○	○	○	6
224	メフェンビルジエチル	メフェンビルジエチル	○	○	○	○	○	○	6
225	メブロニル	メブロニル	○	○	○	×	○	○	5
226	レナシル	レナシル	×	×	○	×	○	○	3
適合数			122	156	149	124	157	136	

※：表中の「○」は適合, 「×」は不適合を示す。



## 文 献

- 1) 厚生労働省告示第370号：食品、添加物等の規格基準，厚生省告示第370号，昭和34年
- 2) 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
- 3) 中村朋子，砺波和子，坂本藤雄，佐々木千春：農産物中に含まれる残留農薬の系統化分析法の確立（第4報），石川県保健環境センター研究報告書，41，46-56（2004）
- 4) 織田敏郎，初瀬裕，吉村瑞江，砺波和子：残留農薬等ポジティブリスト精度に対応したGC/MS（SIM）による同時分析法について，石川県保健環境センター研究報告書，45,32-41（2008）
- 5) 水口竜人，砺波和子，小澤祐子，新家薫子：県内産農産物に使用される農薬の分析法の確立に関する研究（第1報），石川県保健環境センター研究報告書，51,21-28（2014）
- 6) 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
- 7) 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