

〔短 報〕

GC-MS/MSによる農産物中の残留農薬一斉試験法の妥当性評価

石川県保健環境センター 健康・食品安全科学部

竹田 正美・小澤 祐子・細川 明香
山森 泰大

〔和文要旨〕

GC-MSによる農産物中の残留農薬一斉試験法の妥当性評価では、感度や選択性が不適合となる農薬が多く、その改善を図るため新たにGC-MS/MSを導入した。GC-MS/MSの測定で問題となるマトリックス効果への対策として、精製方法と擬似マトリックスの使用について検討を行った。GC/PSAカラムで精製し、擬似マトリックスとしてAnalyte Protectants (APs)を使用することで、マトリックス効果の軽減化を図ることができた。この方法を用いて、玄米、ほうれんそう、キャベツ、ばれいしょ、トマト、オレンジについて263成分を対象に妥当性評価を行ったところ、農産物の種類によって225～248成分が評価基準に適合した。

キーワード：妥当性評価, 農産物, 残留農薬, GC-MS/MS

1 はじめに

食品衛生法に定められている規格基準¹⁾への適合の判定を行うために用いる試験については、「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」²⁾(以下「ガイドライン」という。)に従い、妥当性評価を行うことが求められている。

当センターでは、農産物中の残留農薬試験は、「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」³⁾(以下「通知法」という。)に定める一斉試験法を一部変更し、LC-MS/MSとGC-MSを用いた試験法により実施しており、その妥当性評価について報告してきた⁴⁾⁻⁶⁾。

今回、GC-MS/MSを新たに導入し、妥当性評価を実施したので、その結果を報告する。

2 材料と方法

2.1 試料

ガイドラインの例示を参考に、当センターで行政試験

を実施している玄米、ほうれんそう、キャベツ、ばれいしょ、トマト、オレンジを選定した。

2.2 対象農薬成分

富士フィルム和光純薬(株)製農薬混合標準液(PL-1-2, PL-2-1, PL-3-3, PL-4-2, PL-5-1, PL-6-3, PL-9-2, PL-12-1)に含まれる成分と、既報⁶⁾の対象成分を考慮し、表1に示す263成分とした。

2.3 試薬等

標準品は富士フィルム和光純薬(株)製農薬混合標準液(各20 μ g/mLアセトン溶液)と、林純薬工業(株), Sigma-Aldrich及び富士フィルム和光純薬(株)製を使用した。

試薬は、アセトン、アセトニトリル、塩化ナトリウム、トルエン、n-ヘキサンは残留農薬試験・PCB試験用、ジエチレングリコール、リン酸水素二カリウム、リン酸二水素カリウム、D(+)-グルコノ-1,5-ラク톤は試薬特級、D(-)-ソルビトールは試薬一級を使用した。精製水は超純水(Milli-Q水)を使用した。

固相カラムは、ジールサイエンス(株)製InertSep C18(1g/20mL)、アジレント・テクノロジー(株)製Bond Elut

Validation Study of Simultaneous Determination Method for Pesticide Residues in Agricultural Products by Using GC-MS/MS. by TAKEDA Masami, OZAWA Yuko, HOSOKAWA Sayaka and YAMAMORI Yasuhiro (Health and Food Safety Department, Ishikawa Prefectural Institute of Public Health and Environmental Science)

Key words : Validation study, Agricultural products, Pesticide residue, GC-MS/MS

表1 対象成分及び測定イオン

成分名	定量イオン		確認イオン		成分名	定量イオン		確認イオン			
	プリカーサーイオン (m/z)	プロダクトイオン (m/z)	プリカーサーイオン (m/z)	プロダクトイオン (m/z)		プリカーサーイオン (m/z)	プロダクトイオン (m/z)	プリカーサーイオン (m/z)	プロダクトイオン (m/z)		
1	1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4-エチルフェニル)エタン	223	167	223	193	136	トリブホス	202	113	169	113
2	2-(1-ナフチル)アセチド	185	141	185	142	137	トリフルオリン	306	264	306	206
3	2,4-ジクロロアセチド	161	63	161	90	138	トリブホキシストロピン	186	145	190	130
4	3-OHカルボフラン	180	137	137	55	139	トルクロホスメチル	265	250	265	93
5	BHC (a)	217	181	219	183	140	トルクエンピラド	383	171	383	145
6	BHC (β)	217	181	219	183	141	ナフバミド	271	72	271	128
7	BHC (γ)	217	181	219	183	142	ニトタールインプロピル	236	194	236	148
8	BHC (δ)	217	181	219	183	143	バクローラゾール	236	125	236	167
9	DDD (p,p')	235	165	237	165	144	パラチオン	291	109	291	81
10	DDDE (p,p')	246	176	248	176	145	パラチオンメチル	263	109	263	246
11	DDT (o,p')	235	165	237	165	146	ハルフェンプロックス	265	117	263	117
12	DDT (p,p')	235	165	237	165	147	ビロチンフェン	376	238	376	239
13	EPN	169	77	157	110	148	ビテルタノール (異性体1,2)	170	115	170	141
14	EPTC	128	43	128	86	149	ビフェノックス	341	310	341	311
15	XMC	122	107	122	77	150	ビフェントリン	181	165	181	166
16	アクリナトリン	208	181	289	93	151	ビベロニルプロキシド	176	103	176	131
17	アセコナール	275	173	219	175	152	ビバロホス	320	122	140	98
18	アジホスメチル	160	77	160	132	153	ビバクロホス	194	138	360	97
19	アトラジン	215	58	215	200	154	ビラゾホス	221	193	232	204
20	アニコホス	226	157	226	184	155	ビラゾフェンエチル	412	349	349	307
21	アマトリン	227	185	227	170	156	ビラゾフェンチオン	340	199	340	109
22	アックロール	188	160	237	160	157	ビリサベ	147	117	147	132
23	アルドリン	235	165	235	165	158	ビラザル	204	144	204	176
24	イサノホス	257	162	257	119	159	ビリフェノックス (E)	262	91	262	200
25	イソキサジフェンエチル	294	204	204	203	160	ビリフェノックス (Z)	262	91	262	200
26	イソキサチオン	177	130	313	130	161	ビリアチカルブ	165	108	165	93
27	イソフエンホス	213	121	213	185	162	ビリアロキシフェン	136	78	136	96
28	イソフエンホスオキソン	229	201	229	121	163	ビリミコキゾ	238	166	238	96
29	イソプロカルブ	121	77	121	121	164	ビリミコキゾ (E)	184	169	186	171
30	イソプロチオラン	290	118	290	204	165	ビリミコキゾメチル (E)	302	256	302	230
31	イブプロジン	314	245	316	247	166	ビリミコキゾメチル (Z)	302	256	302	230
32	イブプロジン代謝産物	329	142	331	142	167	ビリミコキゾメチル	290	125	305	180
33	イブプロホス	204	91	204	122	168	ビリメタケル	199	198	198	118
34	イソキサチオンメチルエステル (異性体1,2)	245	144	245	176	169	ビロチン	173	130	144	73
35	イソキサチオン	215	173	217	175	170	ビロチン	285	212	285	213
36	イソキサチオン	253	82	255	82	171	ビロチン	218	109	217	93
37	イソキサチオン	235	166	270	235	172	ビロチン	329	193	330	196
38	ウニナゾールP	234	165	234	167	173	フィバロ	367	213	369	213
39	エスプロカルブ	222	91	222	132	174	フェナホス	303	195	303	288
40	エスプロカラジン	265	202	276	276	175	フェナホス	219	175	251	129
41	エチホス	231	129	231	175	176	フェニトロン	277	260	277	109
42	エチホス	310	109	310	173	177	フェノキソニル	293	155	293	198
43	エトキサゾール	300	270	300	285	178	フェノチオカルブ	160	72	253	160
44	エトキサゾール	163	107	163	135	179	フェントリン (異性体1,2)	183	153	183	168
45	エトキサゾール	158	97	158	114	180	フェンチオカルブ	121	77	150	121
46	エトキサゾール	211	183	213	142	181	フェンチオカルブ	238	237	268	180
47	エトキサゾール	292	181	292	153	182	フェンチオカルブ	285	270	287	272
48	エトキサゾール	192	138	194	140	183	フェンチオカルブ	293	97	293	125
49	エトキサゾール	205	170	241	206	184	フェンチオカルブ	274	121	274	125
50	エトキサゾール	205	170	241	206	185	フェンチオカルブ (異性体1,2)	167	125	225	119
51	エトキサゾール	272	237	270	235	186	フェンチオカルブ	198	129	198	129
52	エトキサゾール	263	193	269	209	187	フェンチオカルブ	265	210	265	89
53	オキサジフェン	175	112	258	175	188	フェンチオカルブ	128	70	128	110
54	オキサジフェン	163	132	163	117	189	フサライド	243	215	241	213
55	オキサジフェン	300	223	361	300	190	フタクロール	237	160	238	162
56	オキサジフェン	156	110	156	79	191	フタクロール	286	202	286	185
57	オキサジフェン	97	97	159	97	192	フタクロール	273	193	273	108
58	オキサジフェン	188	119	188	82	193	フタクロール	172	57	175	132
59	オキサジフェン	340	312	330	310	194	フタクロール	276	105	290	170
60	オキサジフェン	160	62	160	57	195	フタクロール	262	220	264	222
61	カルボフラン	164	149	164	103	196	フルアクリリム	189	129	320	183
62	カルボフラン	146	118	146	91	197	フルアクリリム	340	108	340	298
63	カルボフラン	307	237	307	273	198	フルアクリリム	278	157	248	157
64	カルボフラン	207	172	209	172	199	フルアクリリム (異性体1,2)	157	107	199	107
65	カルボフラン	249	214	295	237	200	フルアクリリム	233	165	233	152
66	クロロピリメチル	206	116	206	131	201	フルアクリリム	403	56	403	84
67	クロロピリメチル	259	188	331	259	202	フルアクリリム	173	145	281	173
68	クロロピリメチル	125	89	204	107	203	フルアクリリム	123	93	153	75
69	クロロピリメチル	293	97	293	173	204	フルアクリリム (異性体1,2)	250	55	250	200
70	クロロピリメチル	301	223	299	221	205	フルアクリリム	408	345	321	286
71	クロロピリメチル (cis)	375	266	373	266	206	フルアクリリム	287	259	354	312
72	クロロピリメチル (trans)	375	266	373	266	207	フルアクリリム	423	318	423	308
73	クロロピリメチル	314	258	316	260	208	フルアクリリム	329	328	328	259
74	クロロピリメチル	288	93	288	269	209	フルアクリリム	162	132	202	202
75	クロロピリメチル	247	227	328	247	210	フルアクリリム	283	96	285	96
76	クロロピリメチル	175	111	302	175	211	フルアクリリム	267	239	309	239
77	クロロピリメチル (α,β)	267	159	323	267	212	フルアクリリム	214	172	229	58
78	クロロピリメチル	213	127	213	171	213	フルアクリリム	161	99	217	161
79	クロロピリメチル	268	125	270	125	214	フルアクリリム	304	220	304	140
80	クロロピリメチル	191	113	193	113	215	フルアクリリム	191	113	191	113
81	シラジフェン	225	189	198	91	216	プロピルピリメチル (異性体1,2)	259	69	259	173
82	シラジフェン	243	109	243	116	217	プロピルピリメチル	173	145	173	109
83	シラジフェン	267	225	267	168	218	プロピルピリメチル (異性体1,2)	153	83	254	153
84	シラジフェン	271	153	271	185	219	プロピルピリメチル	339	269	337	267
85	シラジフェン (異性体1,2)	277	153	277	185	220	プロピルピリメチル	138	108	236	110
86	シラジフェン	127	109	127	109	221	プロピルピリメチル	110	64	152	110
87	シラジフェン	279	223	279	205	222	プロピルピリメチル	205	188	207	164
88	シラジフェン	253	162	340	253	241	プロピルピリメチル	241	184	226	184
89	シラジフェン	206	176	208	176	224	プロピルピリメチル	298	120	296	120
90	シラジフェン (分解物)	139	111	250	139	225	プロピルピリメチル	118	117	177	119
91	シラジフェン	186	97	274	186	226	プロピルピリメチル	341	183	341	185
92	シラジフェン	213	97	213	125	227	プロピルピリメチル	331	316	329	314
93	シラジフェン	330	302	358	330	228	プロピルピリメチル	359	303	357	301
94	シラジフェン (γ,δ)	197	161	197	141	229	プロピルピリメチル	284	214	284	249
95	シラジフェン	256	120	357	256	230	プロピルピリメチル	214	159	214	172
96	シラジフェン	167	165	167	152	231	プロピルピリメチル	171	71	171	85
97	シラジフェン	167	165	168	168	232	プロピルピリメチル	266	148	266	132
98	シラジフェン (異性体1,2)	323	265	325	267	233	プロピルピリメチル	259	120	261	120
99	シラジフェン (異性体1~4)	163	127	226	206	234	プロピルピリメチル	272	237	274	239
100	シラジフェン	266	218	266	183	235	プロピルピリメチル (cis)	353	263	355	265
101	シラジフェン	222	125	222	82	236	プロピルピリメチル (trans)	167	182	183	155
102	シラジフェン (異性体1~4)	163	127	165	127	237	プロピルピリメチル (cis)	213	127	183	168
103	シラジフェン	201	173	186	91	238	プロピルピリメチル (trans)	163	127	183	168
104	シラジフェン	212	94	212	122	239	プロピルピリメチル	248	157	250	157
105	シラジフェン (E)	295	109	297	109	240	プロピルピリメチル	252	162	252	191
106	シラジフェン (Z)	295	109	297	109	241	プロピルピリメチル	190	144	190	74
107	シラジフェン	230	154	232	154	242	プロピルピリメチル	292	264	292	206
108	シラジフェン	125	47	125	79	243	プロピルピリメチル	256	163	256	121
109	シラジフェン	213	170	213	185	244	プロピルピリメチル	182	111	367	182
110	シラジフェン	145	112	145	69	245	プロピルピリメチル (異性体1,2)	195	103	195	60
111	シラジフェン (異性体1,2)	100	58	100	43	246	プロピルピリメチル (異性体1,2)	264	127	264	193
112	シラジフェン	312	109	314	109	247	プロピルピリメチル	160	77	160	133
113	シラジフェン	187	159	258	187	248	プロピルピリメチル	200	75	231	175
114	シラジフェン	1									

Carbon/NH₂(500mg/500mg/6mL) (以下「GC/NH₂」という。), Bond Elut Carbon/PSA(500mg/500mg/6mL) (以下「GC/PSA」という。)を使用した。

Analyte Protectants (以下「APs」という。)は、D(+)-グルコノ-1,5-ラクトン (1mg/mL) 及びD(-)-ソルビトール (0.5mg/mL) 含有アセトニトリル溶液を用いた。

2・4 混合標準液の調製

富士フィルム和光純薬(株)製農薬混合標準液に含まれていないものは、各標準品をアセトンで溶解し200 μ g/mL溶液を調製し標準原液とした。

標準原液と農薬混合標準液をアセトンで混合希釈し、263成分を含む混合標準液 (各1 μ g/mL) を作成した。

2・5 装置及び測定条件

装置：アジレント・テクノロジー(株)製ガスクロマトグラフ タンデム質量分析装置7890/7000D

(1) GC条件

カラム：アジレント・テクノロジー(株)製VF-5MS
(ϕ 0.25mm \times 30m, 0.25 μ m)

カラム温度：70 $^{\circ}$ C (2min) - (25 $^{\circ}$ C/min) - 150 $^{\circ}$ C - (3 $^{\circ}$ C/min) - 200 $^{\circ}$ C - (8 $^{\circ}$ C/min) - 310 $^{\circ}$ C (5min)

注入法：パルスドスプリットレス

注入量：1 μ L, APs溶液0.5 μ Lをサンドウィッチ注入
キャリアガス：ヘリウム

カラム流量：リテンションタイムロッキング機能を使用しクロロピリホスメチルの保持時間が17.469分になるように設定

注入口温度：250 $^{\circ}$ C

(2) MS/MS条件

インターフェース温度：280 $^{\circ}$ C

イオン源温度：320 $^{\circ}$ C

四重極温度：150 $^{\circ}$ C

イオン化法：EI法

イオン化電圧：70eV

イオン源クリーニング：水素流量 0.47mL/min

測定モード：MRM

モニターイオン：表1中に示す

2・6 定量

混合標準液をアセトン/ヘキサン (1:1) 混液で適宜希釈し、検量線用の10~200ng/mLの標準液を作成した。

標準液及び試験溶液それぞれ1 μ LとAPs0.5 μ LをオートサンプラーでGC-MS/MSに注入し、ピーク面積から絶対検量線で定量した。

異性体混合物の回収率は、全異性体のピーク面積の和で計算した。

2・7 試験溶液の調製

試験溶液の調整は、通知法を一部変更した方法で行った。試験溶液の調製方法を図1に示す。

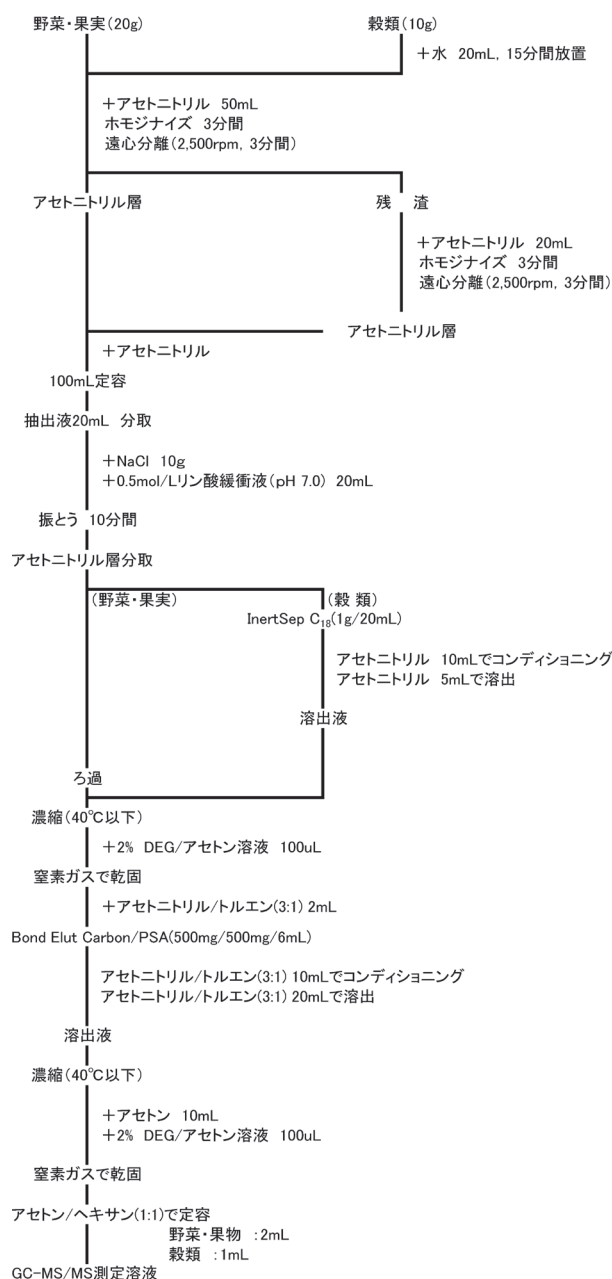


図1 試験溶液の調製

2・8 妥当性評価方法

ガイドラインに従い、選択性、定量限界、真度及び精度の4項目について評価を行った。

試料に各成分を検体中濃度が0.01ppm (一律基準) 及び0.05ppmになるように添加し、分析者2名が1日2併行3日間または、分析者3名が1日2併行2日間の枝分かれ試験を行った。

3 結果及び考察

3・1 精製方法及び測定条件の検討

GC-MS/MSによる農薬分析では、標準溶液より実試料中の農薬のレスポンスが高くなるマトリックス効果により、回収率が高くなることが問題となっている。マトリックス効果への対策として、①マトリックスの除去、②マトリックス添加検量線または標準添加法、③測定溶液に擬似マトリックスを添加、といった方法がある。

今回、マトリックス効果の低減化のため、精製方法と、擬似マトリックスの使用について検討を行った。

精製方法は、使用する固相カラムとして、既報⁶⁾のGC/NH₂カラムと、精製効果がより高いとされているGC/PSAカラムを比較した。

また、擬似マトリックスのAPsを、測定溶液にオートサンプラーのサンドウィッチ注入機能を用いて添加する方法を検討した。

マトリックス効果の大きい農産物であるキャベツに、検体中濃度が0.01ppmになるように各成分を添加し、各カラムで添加回収試験 (n=3) を行った。APs未添加と、添加して測定した場合の回収率を表2に示した。

表2 精製カラム及び測定方法による真度の分布比較

精製カラム 測定方法	GC/PSA		GC/NH ₂	
	APs添加	APs未添加	APs添加	APs未添加
(回収率%) <70	19	12	17	12
70~100	186	26	139	30
100~120	57	114	105	115
120<	1	111	2	106

(評価対象263成分)

APs未添加の場合、マトリックス効果により回収率が妥当性評価の目標値である120%を越えるものが、263成分中GC/PSAで111成分(42.2%)、GC/NH₂で106成分(40.3%)あった。いずれの精製カラムでも、APsを添加した場合、120%を越える成分が大幅に減少したが、回収率が100%を越える成分は、GC/PSAが58成分、GC/NH₂が107成分であり、GC/PSAの方がマトリックス効果が軽減化される傾向がみられた。

これは、イオン交換容量が多いGC/PSAで精製することでマトリックス成分がより多く除去されたことに加え、APsを添加することで、農薬の吸着・分解を防ぐことができたためと考えられる。

そこで、最もマトリックス効果の軽減化が認められた組み合わせである、GC/PSAで精製を行い、APsを添加して測定する方法を採用することとした。

3・2 妥当性評価結果

ガイドラインに従って選択性、定量限界、真度、精度を評価した結果を表3に示した。

(1) 選択性

ブランク試料を試験法に従って測定し、定量を妨害するピークの有無を確認した。妨害ピークが、一律基準0.01ppmに相当する濃度の標準液から得られるピーク面積の1/3未満のものを適合とした。

妨害ピークを認め、目標値を超えていたのは、玄米ではピテルタノール、フェノトリン、メトプレン、キャベツではベンフラカルブ、オレンジではプロバルギットであった。

また、オレンジのブランク試料からイマザリル、フルトラニルが検出されたため、評価対象から除外した。

(2) 定量限界

定量限界は、検体中濃度0.01ppmを目標値として設定した。ブランク試料の試験溶液に、0.01ppmとなるように各成分を添加したものを測定し、得られたピークがS/N比 ≥ 10 を適合とした。

S/N比が目標値に適合しなかったのは、玄米3成分、ほうれんそう3成分、キャベツ6成分、ばれいしょ2成分、トマト5成分、オレンジ3成分であった。

フェノトリン(異性体1)、メトプレン(異性体1)は全農産物、プロヒドロジャスモン(異性体2)は、ばれいしょ以外の5農産物で、目標値のS/N比 ≥ 10 を満たさなかった。いずれも、異性体混合物で、異性体によってピーク高さが大きく異なり、異性体の一方が目標値を満たさなかった。

(3) 真度及び精度

選択性、定量限界が目標値に適合した成分について、真度及び精度を評価した。

全農産物で真度が目標値(70~120%)を満たさなかった成分は、EPTC、キノクラミンであった。

EPTCは揮発性が高く、前処理でのエバポレーターや窒素パージによる濃縮操作中の揮発が考えられた。キノクラミンは、平面構造を有する化合物で、活性炭に強く吸着することからGC/PSAカラムから溶出できなかったと考えられた。

ベンフラカルブは評価を行った4農産物全てで、精度が目標値を満たさなかった。ベンフラカルブは、加水分解を受けやすく、分析操作中に分解し分析値の変動が大きかったと考えられる。

(4) 総合評価

263成分のうち、全ての評価基準に適合したのは、玄米225成分、ほうれんそう247成分、キャベツ238成分、ばれいしょ248成分、トマト244成分、オレンジ241成分であった。また、6農産物全てで評価基準に適合したのは206成分であった。

今回、測定機器にGC-MS/MSを導入し妥当性評価を行った結果、本試験法は農産物中の残留農薬一斉試験法

表3 妥当性評価結果

成分名	支 米										ほうれんそう										キャベツ									
	選別性	定量限界	添加濃度0.05ppm		添加濃度0.01ppm		総合評価	選別性	定量限界	添加濃度0.05ppm		添加濃度0.01ppm		総合評価	選別性	定量限界	添加濃度0.05ppm		添加濃度0.01ppm		総合評価									
			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 (%)										
136 トリチノス	○	○	103.3	7.3	8.5	108.4	10.3	13.7	○	○	93.4	1.3	7.2	96.7	4.9	4.8	○	○	87.0	3.0	4.3	88.5	7.8	14.0	○					
137 トリチノス	○	○	96.0	6.0	8.2	93.4	8.5	13.7	○	○	90.7	1.6	4.7	92.4	1.9	4.7	○	○	79.0	4.4	5.6	78.1	4.8	3.5	○					
138 トリチノス	○	○	101.2	8.5	9.0	106.3	10.6	12.2	○	○	90.9	4.1	7.2	96.1	6.7	6.7	○	○	87.0	4.1	3.9	79.2	5.0	9.8	○					
139 トルタロホスメチル	○	○	99.3	5.2	6.8	106.6	6.2	6.8	○	○	90.9	2.1	5.3	93.1	3.5	3.0	○	○	84.9	3.3	4.0	83.2	3.2	6.9	○					
140 トルフェンビッド	○	○	115.1	5.0	5.2	127.4	2.7	11.2	×	×	160.6	4.3	10.7	164.6	7.8	15.9	×	×	87.7	3.7	3.7	97.1	5.6	6.1	○					
141 ナブロバミド	○	○	100.0	5.0	8.6	106.2	5.9	14.5	○	○	93.8	5.8	10.5	98.6	14.4	12.0	○	○	83.3	5.6	7.8	94.9	14.2	16.5	○					
142 エキソチン	○	○	95.7	6.6	8.4	94.9	6.6	10.3	○	○	90.2	2.2	5.3	89.4	1.9	5.0	○	○	80.2	3.1	4.3	79.0	3.0	7.6	○					
143 バクログラゾール	○	○	100.3	7.8	9.1	105.2	6.7	10.0	○	○	94.6	2.1	5.4	97.2	2.5	2.9	○	○	86.5	4.2	5.3	82.9	4.3	5.4	○					
144 パラチオン	○	○	97.3	7.0	8.6	101.9	7.7	10.8	○	○	87.5	2.1	7.1	93.0	5.3	8.1	○	○	82.2	4.0	3.8	83.5	9.3	7.4	○					
145 パラチオンメチル	○	○	90.6	5.4	9.2	94.1	8.5	9.6	○	○	86.3	2.5	6.8	89.3	4.3	7.3	○	○	82.7	4.0	4.2	82.4	4.2	5.6	○					
146 ビバロニルグロトックス	○	○	115.3	9.3	8.3	122.2	3.6	10.2	×	×	93.2	1.9	5.8	91.4	2.0	5.0	○	○	81.9	5.6	6.3	76.8	3.4	6.4	○					
147 ビバロニルグロトックス	○	○	108.1	7.4	7.2	119.7	5.5	12.6	○	○	92.2	3.0	4.9	96.3	5.6	6.8	○	○	88.6	5.4	5.2	90.1	4.7	5.8	○					
148 ビテタラノール(異性体1,2)	×	×	-	-	-	-	-	-	×	×	114.4	2.5	7.3	153.1	3.3	9.0	×	×	-	-	-	-	-	-	-	×				
149 ビバロニルグロトックス	○	○	131.9	5.4	10.4	134.3	15.2	13.4	×	×	102.0	4.5	7.2	102.4	10.5	14.8	○	○	81.3	6.2	6.6	82.8	9.6	20.5	○					
150 ビバロニルグロトックス	○	○	101.6	6.7	7.4	107.3	5.5	8.4	○	○	90.8	1.9	5.2	92.8	3.4	3.2	○	○	85.5	3.5	5.0	85.7	4.0	6.3	○					
151 ビバロニルグロトックス	○	○	104.8	6.6	6.2	110.3	4.1	8.0	○	○	92.8	2.3	5.4	93.4	3.3	5.0	○	○	86.4	3.3	3.8	88.9	2.6	5.2	○					
152 ビバロニルグロトックス	○	○	105.9	7.7	8.9	110.4	8.7	16.9	○	○	91.2	3.4	4.4	103.5	4.6	6.9	○	○	87.9	3.3	5.4	87.6	8.1	7.0	○					
153 ビバロニルグロトックス	○	○	111.2	5.9	7.6	119.8	7.2	10.5	○	○	92.1	1.6	4.5	94.9	3.1	3.2	○	○	88.1	3.6	3.9	86.1	3.3	4.8	○					
154 ビバロニルグロトックス	○	○	106.7	7.6	8.6	115.7	5.3	6.8	○	○	92.6	1.8	5.1	95.8	3.8	4.8	○	○	87.0	4.2	5.0	93.3	1.9	1.5	○					
155 ビバロニルグロトックス	○	○	102.5	10.2	8.7	108.2	12.2	14.7	○	○	93.3	4.0	5.7	92.6	5.1	10.6	○	○	82.2	7.2	6.3	85.9	4.4	5.6	○					
156 ビバロニルグロトックス	○	○	102.0	7.0	10.0	110.0	3.4	5.1	○	○	93.2	2.3	4.1	96.5	6.5	6.5	○	○	87.8	6.0	6.4	87.8	7.7	6.3	○					
157 ビバロニルグロトックス	○	○	117.7	6.8	6.8	125.1	1.3	1.7	○	○	94.7	1.4	4.6	97.7	2.9	3.7	○	○	86.0	4.1	4.6	89.3	2.5	6.5	○					
158 ビバロニルグロトックス	○	○	52.0	11.7	13.1	60.4	9.2	21.4	×	×	91.0	2.7	5.0	92.1	1.8	3.7	○	○	29.3	37.6	44.5	21.7	12.8	18.3	×					
159 ビバロニルグロトックス	○	○	100.4	5.2	7.5	106.3	9.7	11.3	○	○	90.3	4.2	6.4	86.4	4.9	7.6	○	○	67.9	5.3	5.8	66.9	5.0	10.6	×					
160 ビバロニルグロトックス	○	○	99.1	8.4	8.4	107.5	9.7	10.4	○	○	87.6	3.2	4.7	85.5	9.2	8.3	○	○	71.9	4.2	4.0	66.7	5.4	6.8	×					
161 ビバロニルグロトックス	○	○	101.7	6.0	6.6	105.8	6.5	8.0	○	○	92.7	2.3	4.7	92.6	2.5	2.9	○	○	85.2	3.6	4.2	85.0	2.1	7.0	○					
162 ビバロニルグロトックス	○	○	107.6	6.7	7.4	117.0	6.6	14.7	○	○	82.4	2.3	5.4	87.4	2.4	3.8	○	○	87.4	4.3	4.3	90.1	2.8	4.9	○					
163 ビバロニルグロトックス	○	○	99.8	6.0	7.0	100.4	9.9	13.1	○	○	90.6	3.1	5.7	91.8	3.7	3.3	○	○	83.1	2.9	4.8	87.1	4.1	8.0	○					
164 ビバロニルグロトックス	○	○	82.6	9.7	14.1	102.3	6.0	13.4	○	○	91.3	2.5	5.6	89.5	3.6	5.6	○	○	51.4	16.1	19.8	47.7	5.4	17.0	×					
165 ビバロニルグロトックス	○	○	108.4	6.1	7.6	118.2	5.7	11.2	○	○	93.1	3.1	5.4	94.2	5.5	7.0	○	○	87.9	4.4	5.5	89.6	4.6	4.4	○					
166 ビバロニルグロトックス	○	○	108.2	6.9	6.9	108.2	4.1	9.3	○	○	92.9	2.9	3.8	94.3	3.8	3.6	○	○	85.5	4.7	5.0	85.3	2.6	4.7	○					
167 ビバロニルグロトックス	○	○	102.5	5.2	7.1	105.7	6.3	10.2	○	○	91.5	2.4	6.0	91.8	3.4	4.4	○	○	83.2	2.9	5.3	86.1	2.3	5.4	○					
168 ビバロニルグロトックス	○	○	98.1	5.5	6.7	97.7	4.8	6.7	○	○	89.0	2.4	6.2	88.8	3.0	4.7	○	○	87.4	3.7	6.3	84.8	4.6	12.7	○					
169 ビバロニルグロトックス	○	○	94.9	6.2	7.3	97.0	5.3	7.2	○	○	89.4	1.1	8.3	90.9	2.2	7.8	○	○	89.6	3.4	5.3	93.3	6.0	11.1	○					
170 ビバロニルグロトックス	○	○	98.4	4.3	7.3	96.3	10.5	10.1	○	○	89.9	3.9	5.7	90.3	3.5	9.2	○	○	84.7	4.0	6.2	88.9	7.3	6.3	○					
171 ビバロニルグロトックス	○	○	103.5	9.6	7.3	112.5	6.6	7.9	○	○	92.3	2.6	3.8	94.3	3.9	3.7	○	○	85.6	3.7	3.6	85.3	2.5	4.7	○					
172 ビバロニルグロトックス	○	○	105.9	6.3	8.1	107.0	5.8	11.9	○	○	97.1	2.7	6.3	96.0	2.4	6.3	○	○	84.6	2.3	4.3	79.1	4.4	9.2	○					
173 ビバロニルグロトックス	○	○	103.0	7.0	8.0	102.1	6.6	9.3	○	○	91.5	3.7	5.2	92.3	4.5	6.3	○	○	86.6	4.3	5.2	78.4	4.5	11.1	○					
174 ビバロニルグロトックス	○	○	105.9	7.4	11.4	121.4	10.0	20.2	×	×	40.8	6.4	14.9	41.5	35.4	51.7	×	×	82.0	8.3	8.4	87.1	7.0	13.5	○					
175 ビバロニルグロトックス	○	○	105.1	6.4	8.3	113.4	3.9	8.6	○	○	92.2	2.4	5.6	93.6	4.0	4.7	○	○	88.3	3.9	5.0	88.2	4.6	4.1	○					
176 ビバロニルグロトックス	○	○	113.0	11.1	9.2	113.0	7.4	10.2	○	○	88.9	11.4	15.3	91.5	7.8	8.0	○	○	88.9	5.0	4.7	81.7	9.9	13.3	○					
177 ビバロニルグロトックス	○	○	113.0	6.6	6.6	93.1	6.7	10.1	○	○	88.4	3.6	8.0	92.1	5.3	7.2	○	○	80.6	4.6	3.9	83.6	4.7	7.6	○					
179 ビバロニルグロトックス	×	×	-	-	-	-	-	-	×	×	-	-	-	-	-	-	×	×	-	-	-	-	-	-	-	×				
180 ビバロニルグロトックス	○	○	105.0	5.7	7.1	100.0	8.1	8.1	○	○	93.5	1.9	4.8	90.6	1.7	3.5	○	○	91.1	2.7	3.8	94.3	2.5	6.1	○					
181 ビバロニルグロトックス	○	○	97.6	6.1	7.2	104.0	4.2	5.4	○	○	89.7	2.1	5.6	90.2	3.2	4.6	○	○	82.9	3.5	4.6	81.9	3.8	8.8	○					
182 ビバロニルグロトックス	○	○	104.4	7.0	9.1	110.9	5.1	12.0	○	○	92.6	3.3	6.2	96.9	8.2	7.5	○	○	84.7	4.7	4.9	83.2	3.4	12.0	○					
183 ビバロニルグロトックス	○	○	99.3	7.6	9.1	101.1	6.2	15.3	○	○	92.6	1.9	5.6	94.2	3.9	3.5	○	○	85.1	3.1	5.4	81.5	4.0	7.7	○					
184 ビバロニルグロトックス	○	○	105.9	6.8	7.0	105.8	6.5	8.0	○	○	92.6	1.9	5.6	94.2	3.9	3.5	○	○	85.1	3.1	5.4	81.5	4.0	7.7	○					
185 ビバロニルグロトックス	○	○	107.6	8.0	12.5	118.6	12.5	14.1	○	○	92.2	1.9	5.6	94.2	3.9	3.5	○	○	85.1	3.1	5.4									

表3 妥当性評価結果

成分名	ばいじり										トマト										オレンジ									
	添加濃度0.05ppm					添加濃度0.01ppm					添加濃度0.05ppm					添加濃度0.01ppm					添加濃度0.05ppm					添加濃度0.01ppm				
	測定	定置	真度	再現	至内	真度	再現	至内	総合	測定	定置	真度	再現	至内	真度	再現	至内	総合	測定	定置	真度	再現	至内	真度	再現	至内	総合			
1 1570022525(水素化ナトリウム)ナフ	○	○	92.4	4.2	68.8	94.8	6.8	7.7	○	○	92.0	5.1	5.2	90.3	7.4	9.7	○	○	91.9	1.9	2.2	86.3	7.8	7.5	○	○				
2 2-(1-フルオロエチル)アセチド	○	○	69.0	9.3	11.4	63.7	8.8	8.8	×	○	56.9	5.9	9.2	46.9	10.5	19.5	×	○	○	63.6	10.3	9.5	58.8	9.2	31.9	×	○			
3 2,4-ジクロロベンジル	○	○	51.6	11.7	19.2	54.9	12.6	19.0	×	○	52.5	12.4	14.5	47.1	20.2	28.1	×	○	○	59.5	3.3	4.8	59.3	8.4	19.2	○	○			
4 3-OH-カルボファン	○	○	89.3	4.9	6.4	97.5	6.2	5.6	○	○	83.4	8.5	7.7	87.3	6.7	11.8	○	○	○	90.2	5.9	5.8	84.8	10.8	12.4	○	○			
5 BHC (α)	○	○	91.0	2.4	6.2	89.2	7.8	7.3	○	○	90.0	5.4	6.9	86.5	5.6	9.0	○	○	○	89.8	2.8	3.3	85.0	7.6	12.2	○	○			
6 BHC (β)	○	○	92.3	3.0	6.0	93.5	6.7	6.8	○	○	92.2	5.6	6.0	91.2	5.7	9.5	○	○	○	89.8	2.1	2.4	89.7	7.1	12.8	○	○			
7 BHC (γ)	○	○	92.1	3.6	5.7	91.7	6.0	6.7	○	○	91.4	4.7	5.7	88.0	7.3	10.4	○	○	○	89.4	1.6	2.0	85.1	6.4	11.7	○	○			
8 BHC (δ)	○	○	91.9	3.7	5.7	87.9	6.0	6.2	○	○	90.4	4.3	5.2	87.9	6.3	8.6	○	○	○	88.8	1.6	2.4	81.4	6.2	9.5	○	○			
9 DDD (p,p')	○	○	91.9	6.1	9.4	95.6	5.5	7.7	○	○	92.2	5.9	5.9	90.7	5.4	11.9	○	○	○	93.4	2.5	2.2	83.5	10.1	11.7	○	○			
10 DDE (p,p')	○	○	91.5	3.4	6.0	90.8	4.9	6.1	○	○	91.0	5.5	5.3	88.1	5.8	8.7	○	○	○	90.5	2.6	2.5	85.2	6.4	8.5	○	○			
11 DDT (o,p')	○	○	95.3	2.5	4.4	80.9	10.6	10.1	○	○	92.6	5.7	5.4	85.9	9.3	9.2	○	○	○	93.2	2.5	5.3	87.4	3.7	14.9	○	○			
12 DDT (p,p')	○	○	91.4	3.7	5.5	93.1	6.0	5.5	○	○	92.4	5.1	5.2	90.7	6.7	11.0	○	○	○	92.0	2.6	2.4	88.7	6.1	11.5	○	○			
13 EPN	○	○	85.7	3.0	4.5	85.1	8.3	7.3	○	○	90.4	4.7	5.7	89.6	7.8	9.1	○	○	○	86.0	2.6	3.7	79.6	5.3	9.9	○	○			
14 EPTC	○	○	26.6	19.6	38.7	27.6	18.6	50.7	×	○	29.2	28.0	39.6	24.3	27.9	40.1	×	○	○	46.6	16.0	14.6	46.2	11.5	40.0	×	○			
15 XMC	○	○	98.0	3.5	5.7	102.3	6.1	7.6	○	○	100.6	4.7	6.1	110.1	4.8	7.7	○	○	○	94.3	3.3	3.5	96.9	7.5	11.6	○	○			
16 アクリノリジン	○	○	84.8	4.6	7.7	82.1	5.2	5.0	○	○	84.9	6.9	5.7	75.3	6.5	8.4	○	○	○	88.4	5.0	5.9	78.9	7.4	13.3	○	○			
17 アゼナゾール	○	○	91.9	2.6	5.3	92.8	6.6	5.3	○	○	90.5	5.1	4.9	89.3	4.7	6.8	○	○	○	91.6	2.7	2.5	89.7	5.8	10.5	○	○			
18 アジメメチル	○	○	95.2	4.1	5.7	101.0	7.4	7.7	○	○	94.0	3.9	4.6	91.2	3.8	8.2	○	○	○	93.4	2.6	2.7	91.4	7.4	6.8	○	○			
19 アトラジン	○	○	92.3	2.5	5.4	91.9	7.4	6.7	○	○	93.0	5.9	5.2	96.0	6.8	9.3	○	○	○	93.3	3.7	3.5	93.5	7.7	14.3	○	○			
20 アニソジン	○	○	93.6	2.9	5.5	96.1	8.4	7.3	○	○	93.2	4.0	4.8	93.3	5.8	10.8	○	○	○	94.8	2.5	2.6	94.4	7.8	10.0	○	○			
21 アリジン	○	○	92.7	3.2	6.7	88.8	10.0	12.0	○	○	89.8	6.6	5.2	85.5	6.0	11.6	○	○	○	89.1	3.1	3.0	91.2	4.5	12.1	○	○			
22 アリロロール	○	○	94.7	2.6	5.8	96.7	6.5	8.2	○	○	92.7	5.6	5.3	87.5	6.3	8.2	○	○	○	90.4	3.0	3.2	85.5	10.7	12.0	○	○			
23 アルリン	○	○	86.8	4.1	7.4	82.3	4.9	14.4	○	○	86.3	4.1	6.9	83.3	9.1	14.3	○	○	○	87.9	2.8	3.2	82.6	7.7	7.5	○	○			
24 イソノル	○	○	93.0	5.2	6.1	95.3	10.1	8.5	○	○	93.8	5.8	5.1	91.1	7.7	9.7	○	○	○	93.2	4.9	4.7	79.2	16.4	16.8	○	○			
25 イソキサゾール	○	○	93.7	5.0	6.3	96.7	9.1	8.1	○	○	93.9	4.4	4.2	93.4	7.7	11.8	○	○	○	91.9	3.1	3.4	90.7	5.9	11.6	○	○			
26 イソキサゾール	○	○	95.2	3.9	5.8	97.7	5.4	4.9	○	○	91.5	6.8	6.5	89.5	7.6	10.2	○	○	○	91.9	2.9	3.5	93.3	15.9	12.0	○	○			
27 イソキサゾール	○	○	93.2	4.1	5.7	95.0	6.9	6.9	○	○	92.0	5.0	4.8	90.9	5.6	9.9	○	○	○	90.2	2.9	2.4	89.7	3.1	8.1	○	○			
28 イソキサゾール	○	○	94.8	3.7	5.7	96.8	7.3	7.8	○	○	93.6	5.5	4.9	93.4	5.2	7.9	○	○	○	93.1	2.7	2.7	91.0	7.5	7.9	○	○			
29 イソキサゾール	○	○	94.7	2.9	5.8	94.5	6.8	7.8	○	○	94.8	4.9	6.3	99.0	5.5	7.8	○	○	○	86.1	2.6	2.7	83.6	7.3	11.8	○	○			
30 イソキサゾール	○	○	92.0	2.6	5.5	92.3	12.1	16.7	○	○	93.1	4.5	4.4	93.3	14.4	16.7	○	○	○	98.0	6.4	7.0	95.6	9.8	16.5	○	○			
31 イソキサゾール	○	○	92.2	3.2	5.8	95.3	12.0	15.5	○	○	93.6	5.6	5.2	93.3	13.9	16.2	○	○	○	91.9	2.8	3.2	91.3	12.0	15.3	○	○			
32 イソキサゾール	○	○	91.4	7.1	10.3	88.8	6.5	13.8	○	○	98.4	7.2	5.5	101.6	10.8	18.1	○	○	○	95.3	6.8	6.6	104.1	10.8	21.6	○	○			
33 イソキサゾール	○	○	94.8	3.2	5.9	95.9	5.9	5.0	○	○	93.5	5.1	4.8	91.9	5.0	8.5	○	○	○	90.2	2.4	2.5	88.7	6.1	8.9	○	○			
34 イソキサゾール	○	○	92.2	2.6	6.0	89.6	7.3	9.6	○	○	91.2	7.7	7.3	83.3	5.2	11.2	○	○	○	89.8	1.6	3.7	83.6	11.4	10.0	○	○			
35 イソキサゾール	○	○	98.2	6.5	9.6	101.2	5.8	7.9	○	○	107.9	7.9	10.0	96.4	8.5	12.3	○	○	○	111.0	4.4	4.3	111.5	27.9	10.0	○	○			
36 イソキサゾール	○	○	98.8	3.5	6.0	91.0	6.8	5.4	○	○	90.0	4.8	4.3	93.7	4.4	8.1	○	○	○	111.0	3.4	3.2	114.5	15.7	15.3	○	○			
37 イソキサゾール	○	○	86.0	2.9	4.8	92.1	5.3	9.3	○	○	88.9	9.9	8.4	96.3	6.5	6.3	○	○	○	83.7	3.7	3.8	86.1	5.7	6.4	○	○			
38 イソキサゾール	○	○	93.6	3.9	9.0	96.5	8.1	7.9	○	○	92.2	6.5	6.6	92.7	8.0	13.4	○	○	○	93.2	3.7	3.2	89.9	16.1	15.9	○	○			
39 イソキサゾール	○	○	92.9	3.5	5.5	91.8	6.6	7.2	○	○	92.0	4.1	5.2	87.6	6.6	8.9	○	○	○	88.9	2.3	2.7	82.7	6.9	10.0	○	○			
40 イソキサゾール	○	○	83.1	3.2	7.5	82.7	9.4	8.6	○	○	86.3	5.9	7.7	83.3	6.2	6.2	○	○	○	78.9	4.2	5.9	70.5	9.1	22.8	○	○			
41 イソキサゾール	○	○	92.4	3.2	5.3	93.4	6.7	6.4	○	○	92.6	5.9	5.7	93.3	6.2	6.1	○	○	○	92.0	2.9	2.9	100.7	12.2	12.0	○	○			
42 イソキサゾール	○	○	93.6	5.2	7.5	93.7	6.1	6.7	○	○	93.1	5.7	6.1	89.2	7.3	10.4	○	○	○	94.5	2.1	3.3	86.4	8.2	9.9	○	○			
43 イソキサゾール	○	○	95.2	5.8	6.2	97.6	5.9	7.4	○	○	93.0	5.2	6.9	83.7	14.3	19.1	○	○	○	94.1	5.6	5.1	95.5	12.8	12.4	○	○			
44 イソキサゾール	○	○	91.8	3.6	6.0	92.9	6.2	6.3	○	○	92.8	4.8	4.9	91.0	5.6	8.0	○	○	○	94.3	2.5	2.2	91.8	6.0	9.5	○	○			
45 イソキサゾール	○	○	94.8	3.4	5.1	98.1	7.0	7.8	○	○	93.2	5.6	7.4	90.5	6.0	9.1	○	○	○	90.6	2.1	3.1	93.1	6.5	12.0	○	○			
46 イソキサゾール	○	○	93.5	3.2	5.8	96.7	11.0	12.6	○	○	90.4	4.8	5.0	90.4	6.3	8.2	○	○	○	89.0	10.2	8.0	89.0	10.2	15.3	○	○			
47 イソキサゾール	○	○	93.0	2.4	5.2	90.0	6.6	8.6	○	○	91.3	5.1	4.9	90.4	4.1	7.3	○	○	○											

表3 妥当性評価結果

成分名	ばいじよ												トマト												オレンジ											
	選別性	定量限界	追加濃度0.05ppm				追加濃度0.01ppm				総合評価	選別性	定量限界	追加濃度0.05ppm				追加濃度0.01ppm				総合評価	選別性	定量限界	追加濃度0.05ppm				追加濃度0.01ppm							
			真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	目標値 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	目標値 (%)				真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	目標値 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	目標値 (%)				真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	目標値 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	目標値 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	目標値 (%)
			70~120%	<15%	<20%	70~120%	<25%	<30%	70~120%	<15%				<20%	70~120%	<25%	<30%	70~120%	<15%	<20%	70~120%				<25%	<30%	70~120%	<15%	<20%	70~120%	<25%	<30%	70~120%	<15%	<20%	70~120%
136 トリブホス	○	○	91.7	4.1	5.9	96.0	11.2	9.3	○	○	○	92.3	4.5	3.8	91.6	9.0	7.5	○	○	○	93.0	5.8	4.5	86.0	7.2	17.5	○	○	○	93.0	5.8	4.5	86.0	7.2	17.5	
137 トリブホス	○	○	84.2	3.0	6.8	79.8	5.9	9.7	○	○	○	86.9	4.7	7.5	81.8	7.8	11.3	○	○	○	79.2	3.5	5.0	73.7	6.0	12.9	○	○	○	79.2	3.5	5.0	73.7	6.0	12.9	
138 トリブホス	○	○	92.7	5.0	7.0	95.1	8.0	7.0	○	○	○	91.2	5.7	5.8	83.6	11.3	14.1	○	○	○	88.2	3.8	5.3	84.1	8.3	10.6	○	○	○	88.2	3.8	5.3	84.1	8.3	10.6	
139 トリブホス	○	○	91.9	3.5	5.7	92.2	6.4	6.9	○	○	○	90.3	4.6	5.2	87.6	5.1	9.1	○	○	○	88.7	2.3	2.4	82.4	9.4	12.6	○	○	○	88.7	2.3	2.4	82.4	9.4	12.6	
140 トリブホス	○	○	94.0	4.2	6.8	95.3	6.2	6.0	○	○	○	103.8	6.0	5.0	110.1	5.8	7.5	○	○	○	97.5	4.2	4.3	96.5	11.5	11.7	○	○	○	97.5	4.2	4.3	96.5	11.5	11.7	
141 ナブパロビド	○	○	95.3	5.1	6.2	95.5	7.7	12.1	○	○	○	92.5	7.8	6.0	95.1	14.0	20.8	○	○	○	94.4	6.7	5.8	85.2	13.0	13.2	○	○	○	94.4	6.7	5.8	85.2	13.0	13.2	
142 エピカチン	○	○	94.0	4.1	4.8	99.9	5.3	6.6	○	○	○	92.5	5.1	4.6	90.9	6.9	8.9	○	○	○	103.4	3.1	3.7	100.2	7.8	6.9	○	○	○	103.4	3.1	3.7	100.2	7.8	6.9	
143 バクテラシオ	○	○	93.6	3.9	5.4	99.7	6.5	8.1	○	○	○	92.0	6.0	5.3	88.4	9.4	11.6	○	○	○	92.1	3.2	3.1	89.1	6.5	8.6	○	○	○	92.1	3.2	3.1	89.1	6.5	8.6	
144 バクテラシオ	○	○	88.0	4.3	5.5	86.0	9.1	11.8	○	○	○	88.5	4.7	5.0	85.6	11.5	11.8	○	○	○	83.4	3.9	4.5	75.6	7.1	11.7	○	○	○	83.4	3.9	4.5	75.6	7.1	11.7	
145 バクテラシオ	○	○	86.6	3.3	5.1	87.1	6.8	6.3	○	○	○	84.6	5.0	6.4	82.3	5.1	10.6	○	○	○	80.4	2.8	2.6	76.8	7.0	16.4	○	○	○	80.4	2.8	2.6	76.8	7.0	16.4	
146 バクテラシオ	○	○	89.7	3.9	6.4	88.5	5.6	5.1	○	○	○	94.6	5.1	5.8	93.8	5.6	12.0	○	○	○	98.5	2.3	2.9	88.3	8.5	10.0	○	○	○	98.5	2.3	2.9	88.3	8.5	10.0	
147 バクテラシオ	○	○	93.6	3.4	5.6	97.6	4.7	4.9	○	○	○	97.2	5.0	4.6	98.8	6.9	9.6	○	○	○	120.6	2.5	3.3	148.0	5.9	9.3	×	○	○	120.6	2.5	3.3	148.0	5.9	9.3	
149 バクテラシオ	○	○	88.0	4.6	4.2	81.6	18.5	14.8	○	○	○	102.5	8.4	8.5	104.3	6.4	13.8	○	○	○	108.4	5.3	6.0	105.1	11.1	16.7	○	○	○	108.4	5.3	6.0	105.1	11.1	16.7	
150 バクテラシオ	○	○	92.9	3.9	5.9	93.2	6.5	6.6	○	○	○	92.7	5.4	5.0	89.7	6.7	9.2	○	○	○	93.3	2.0	2.0	87.8	8.0	8.8	○	○	○	93.3	2.0	2.0	87.8	8.0	8.8	
151 バクテラシオ	○	○	92.5	3.5	6.8	97.4	5.2	5.4	○	○	○	93.7	5.7	5.9	92.9	7.5	10.7	○	○	○	93.0	2.6	2.4	91.5	7.1	9.2	○	○	○	93.0	2.6	2.4	91.5	7.1	9.2	
152 バクテラシオ	○	○	95.6	3.7	6.0	95.6	12.2	11.4	○	○	○	92.4	6.6	5.7	89.2	7.9	9.5	○	○	○	95.7	4.0	4.0	91.5	11.8	14.6	○	○	○	95.7	4.0	4.0	91.5	11.8	14.6	
153 バクテラシオ	○	○	93.3	3.8	5.7	94.8	6.0	5.9	○	○	○	92.4	5.4	5.3	92.8	6.0	8.6	○	○	○	95.9	2.4	2.0	95.0	5.1	10.7	○	○	○	95.9	2.4	2.0	95.0	5.1	10.7	
154 バクテラシオ	○	○	93.3	3.8	6.6	94.5	7.9	6.0	○	○	○	93.2	5.1	4.5	92.1	4.1	7.8	○	○	○	94.2	3.5	3.6	90.5	9.3	9.3	○	○	○	94.2	3.5	3.6	90.5	9.3	9.3	
155 バクテラシオ	○	○	74.2	7.0	13.1	72.9	15.6	24.7	○	○	○	93.2	7.3	5.4	95.5	8.5	12.2	○	○	○	95.0	4.8	5.6	87.6	9.1	7.6	○	○	○	95.0	4.8	5.6	87.6	9.1	7.6	
156 バクテラシオ	○	○	89.9	6.3	7.2	99.0	4.2	5.5	○	○	○	88.9	6.5	5.2	82.7	7.0	11.5	○	○	○	92.9	4.9	4.0	90.3	12.6	12.7	○	○	○	92.9	4.9	4.0	90.3	12.6	12.7	
157 バクテラシオ	○	○	91.0	3.4	5.8	92.9	6.7	6.9	○	○	○	93.5	5.6	5.0	93.1	5.3	8.1	○	○	○	96.8	2.6	2.4	92.3	7.3	9.4	○	○	○	96.8	2.6	2.4	92.3	7.3	9.4	
158 バクテラシオ	○	○	38.1	7.2	15.2	39.6	11.0	12.0	×	○	○	25.1	11.8	26.3	19.7	26.4	40.1	×	○	○	88.7	10.0	8.0	85.5	7.5	9.1	○	○	○	88.7	10.0	8.0	85.5	7.5	9.1	
159 バクテラシオ	○	○	90.2	4.6	7.1	82.9	13.6	10.0	○	○	○	85.1	5.1	6.2	83.4	5.9	10.3	○	○	○	89.3	6.1	5.1	85.6	7.8	15.0	○	○	○	89.3	6.1	5.1	85.6	7.8	15.0	
160 バクテラシオ	○	○	89.1	3.2	8.1	93.9	8.3	7.4	○	○	○	85.2	5.2	6.0	78.8	3.3	8.6	○	○	○	90.5	4.4	4.8	81.5	14.6	12.2	○	○	○	90.5	4.4	4.8	81.5	14.6	12.2	
161 バクテラシオ	○	○	91.5	3.6	5.7	94.2	4.9	3.5	○	○	○	91.7	4.9	5.0	89.2	5.9	8.5	○	○	○	92.9	2.2	2.3	88.3	6.1	7.0	○	○	○	92.9	2.2	2.3	88.3	6.1	7.0	
162 バクテラシオ	○	○	91.6	4.1	5.9	95.5	4.6	4.6	○	○	○	92.5	5.9	5.6	94.6	3.6	3.8	○	○	○	93.6	2.0	2.2	92.8	7.5	10.4	○	○	○	93.6	2.0	2.2	92.8	7.5	10.4	
163 バクテラシオ	○	○	93.5	3.8	6.0	93.8	5.4	5.3	○	○	○	91.6	5.0	5.0	91.5	7.7	9.8	○	○	○	91.1	2.2	2.2	88.5	6.8	10.0	○	○	○	91.1	2.2	2.2	88.5	6.8	10.0	
164 バクテラシオ	○	○	13.6	10.6	35.6	19.3	16.8	24.6	×	○	○	52.8	7.9	19.1	59.5	9.2	29.5	×	○	○	86.0	7.9	6.2	68.9	12.9	12.3	×	○	○	86.0	7.9	6.2	68.9	12.9	12.3	
165 バクテラシオ	○	○	95.1	3.2	6.5	97.4	8.7	8.4	○	○	○	94.0	4.8	4.8	91.6	6.7	9.1	○	○	○	93.6	3.3	3.8	91.5	6.9	10.0	○	○	○	93.6	3.3	3.8	91.5	6.9	10.0	
166 バクテラシオ	○	○	92.9	3.9	6.5	94.6	8.2	6.9	○	○	○	91.7	5.1	4.6	90.9	5.2	8.4	○	○	○	93.3	2.3	2.0	89.8	11.4	10.9	○	○	○	93.3	2.3	2.0	89.8	11.4	10.9	
167 バクテラシオ	○	○	92.8	3.3	6.1	91.9	7.0	8.8	○	○	○	91.4	4.1	4.5	87.6	3.8	11.5	○	○	○	90.0	2.7	2.7	84.7	5.6	10.6	○	○	○	90.0	2.7	2.7	84.7	5.6	10.6	
168 バクテラシオ	○	○	49.4	12.8	52.1	52.4	27.9	44.3	×	○	○	90.9	5.2	5.2	89.5	5.7	10.3	○	○	○	88.9	3.6	3.1	85.7	6.9	12.6	○	○	○	88.9	3.6	3.1	85.7	6.9	12.6	
169 バクテラシオ	○	○	91.4	3.5	6.0	93.7	6.5	10.3	○	○	○	88.9	6.7	6.4	91.0	7.5	9.5	○	○	○	89.2	3.2	4.6	91.2	7.8	9.1	○	○	○	89.2	3.2	4.6	91.2	7.8	9.1	
170 バクテラシオ	○	○	95.0	3.9	5.1	88.3	7.8	9.7	○	○	○	89.5	4.0	6.2	87.3	8.6	15.9	○	○	○	88.9	6.0	4.9	76.1	7.6	8.5	○	○	○	88.9	6.0	4.9	76.1	7.6	8.5	
171 バクテラシオ	○	○	92.9	3.9	6.5	94.6	8.2	6.9	○	○	○	91.7	5.1	4.6	90.9	5.2	8.4	○	○	○	91.1	3.7	3.7	84.4	10.9	18.7	○	○	○	91.						

として適用できると考えられる。

4 まとめ

- (1) GC-MS/MS測定時のマトリックス効果の対策として、精製方法及び擬似マトリックスの使用について検討した。その結果、GC/PSAカラムで精製し、GC-MS/MSの測定時にAPsを添加することで、マトリックス効果を低減できた。
- (2) 検討した試験方法を用いて、6農産物で263成分について妥当性評価を行った。その結果、目標値を全て満たした成分は、玄米225成分、ほうれんそう247成分、キャベツ238成分、ばれいしょ248成分、トマト244成分、オレンジ241成分であった。

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安発1224第1号：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，平成22年12月24日
- 3) 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知食安発第0124001号：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
- 4) 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）
- 5) 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2報），石川県保健環境センター研究報告書，54，1-11（2017）
- 6) 小澤祐子，竹田正美，萩原明香，水口竜人：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研究報告書，54，21-37（2017）