

〔短 報〕

## 加工食品中に高濃度に含まれる農薬の一斉分析

石川県保健環境センター 健康・食品安全科学部 山森 泰大・中田 宏伸・竹田 正美  
石川県健康福祉部 健康推進課 本田 美希

### 〔和文要旨〕

加工食品中に高濃度に含まれる農薬について、国が示す分析法の抽出方法及び精製方法を見直し、一斉分析法を検討した。分析法の装置及び測定条件は、緊急時に迅速に対応できるように、当センターでの農産物の残留農薬試験法を参考とした。

精製方法を検討したところ、固相カラム (InertSep AL-N/VRA-PR) を用いる精製方法が70～120%の範囲に入る対象成分が最も多かった。3加工食品で性能評価を行ったところ433成分に対しそれぞれ98%以上の成分が目標値に適合した。

今回の対象成分が加工食品へ混入される事件が発生した際に、本分析法は簡易で精度高く混入成分を特定及び定量できることが示唆された。

キーワード：加工食品、農薬、一斉分析、QuEChERS法、InertSep AL-N/VRA-PR

### 1 はじめに

加工食品による食中毒において、原因物質の迅速な特定は危機管理上、重要である。今回は加工食品中に高濃度に含まれる農薬の一斉分析法を検討した。

加工食品中に高濃度に含まれる農薬の分析法については、国から「加工食品中に高濃度に含まれる農薬等の迅速検出法について」<sup>1)</sup> (以下、「事務連絡」という。) が示されている。しかしながら、同法は迅速性、簡便性を優先しているため、必ずしも個々の農薬に対して適した抽出条件となっていない場合があることから、得られた濃度の取り扱いとは暫定的とされている。

そこで、今回、抽出方法及び精製方法を見直すことによって、より簡易で精度よく、かつ多くの農薬に対応可能な一斉分析法を検討し、当該分析法について性能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

分析上の妨害となる様々な成分を含むと考えられる市販の冷凍ギョーザ、レトルトカレー、冷凍ハウレンソウ及びペットボトル入りの緑茶を試料として用いた。冷凍ギョーザ、レトルトカレー及び冷凍ハウレンソウは、予冷式ドライアイス凍結粉碎を行った。

#### 2.2 対象農薬成分

当センターでの農産物の残留農薬試験対象成分を参考に選定した。

##### (1) GC-MS/MS測定対象

表1に示した259成分とした。

##### (2) LC-MS/MS測定対象

当センターのLC-MS/MSによる残留農薬試験は、「LC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅰ (農産物)」<sup>2)</sup>及び「LC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅱ (農産物)」<sup>2)</sup>に準拠した方法で行っている。一斉試験法Ⅰ対象農薬からな

*Simultaneous Analysis of Pesticides Contained in High Concentrations in Processed Foods. by YAMAMORI Yasuhiro, TAKEDA Masami, NAKADA Hironobu, (Health and Food Safety Department, Ishikawa Prefectural Institute of Public Health and Environmental Science), HONDA Miki (Health and Welfare Department Health Promotion Division)*

**Key words** : Processed Foods, Pesticides, Simultaneous Analysis, QuEChERS Method

る表2の120成分及び一斉試験法Ⅱ対象農薬からなる表3の54成分、合計174成分とした。

表1 GC-MS/MS対象成分及びその性能評価結果

成分名	レトルトカレー					冷凍ホウレンソウ					緑茶				
	選択性	評価濃度の確認	添加濃度 0.1ppm		総合判定	選択性	評価濃度の確認	添加濃度 0.1ppm		総合判定	選択性	評価濃度の確認	添加濃度 0.1ppm		総合判定
			回収率 (%)	併行精度 (%)				回収率 (%)	併行精度 (%)				回収率 (%)	併行精度 (%)	
			目標値					目標値					目標値		
50~200%	<30%	50~200%	<30%	50~200%	<30%										
1 1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4-エチルフェニル)エタン	○	○	88.0%	3.3	○	○	○	79.4%	3.1	○	○	○	101.8%	9.4	○
2 2-(1-ナフチル)アセタミド	○	○	99.7%	3.5	○	○	○	83.1%	6.0	○	○	○	118.0%	9.4	○
3 2,4-ジクロロアニリン	○	○	47.4%	17.7	×	○	○	54.1%	9.7	○	○	○	69.3%	17.6	○
4 3-OHカルボフラン	○	○	103.1%	4.4	○	○	○	84.3%	2.4	○	○	○	109.2%	10.1	○
5 BHC (α)	○	○	79.2%	8.5	○	○	○	75.6%	3.3	○	○	○	92.2%	12.0	○
6 BHC (β)	○	○	93.7%	2.1	○	○	○	81.8%	2.1	○	○	○	106.0%	9.3	○
7 BHC (γ)	○	○	85.6%	6.1	○	○	○	77.0%	4.2	○	○	○	99.9%	11.5	○
8 BHC (δ)	○	○	92.4%	2.4	○	○	○	81.4%	1.4	○	○	○	103.7%	8.8	○
9 DDD (p,p')	○	○	91.3%	9.3	○	○	○	78.1%	2.9	○	○	○	101.8%	10.9	○
10 DDE (p,p')	○	○	71.5%	1.9	○	○	○	70.0%	2.2	○	○	○	97.9%	10.0	○
11 DDT (o,p')	○	○	66.3%	13.6	○	○	○	72.2%	3.0	○	○	○	100.7%	11.2	○
12 DDT (p,p')	○	○	78.7%	3.4	○	○	○	73.8%	2.2	○	○	○	103.4%	11.8	○
13 EPN	○	○	94.1%	2.4	○	○	○	84.6%	3.3	○	○	○	106.4%	11.0	○
14 XMC	○	○	97.2%	6.8	○	○	○	80.3%	1.0	○	○	○	105.9%	13.8	○
15 アクリナトリン	○	○	93.9%	4.6	○	○	○	84.5%	3.5	○	○	○	106.0%	11.3	○
16 アザコナゾール	○	○	92.6%	4.1	○	○	○	80.4%	3.2	○	○	○	104.1%	11.2	○
17 アジンホスメチル	○	○	91.0%	3.3	○	○	○	81.2%	2.7	○	○	○	105.7%	10.7	○
18 アトラジン	○	○	99.8%	5.6	○	○	○	80.6%	2.6	○	○	○	108.7%	8.6	○
19 アニロホス	○	○	93.7%	2.4	○	○	○	82.3%	1.0	○	○	○	106.0%	13.0	○
20 アメトリン	○	○	94.6%	5.4	○	○	○	83.3%	3.3	○	○	○	107.7%	12.1	○
21 アラクロール	○	○	94.4%	5.7	○	○	○	81.0%	5.0	○	○	○	105.8%	10.8	○
22 アルドリン	○	○	61.1%	4.6	○	○	○	64.6%	1.5	○	○	○	85.2%	12.0	○
23 イサゾホス	○	○	94.9%	7.4	○	○	○	81.2%	0.8	○	○	○	101.6%	11.4	○
24 イソキサジフェンエチル	○	○	93.5%	9.1	○	○	○	86.0%	4.1	○	○	○	107.4%	12.2	○
25 イソキサチオン	○	○	98.0%	2.9	○	○	○	82.5%	2.1	○	○	○	108.5%	10.2	○
26 インフェンホス	○	○	92.2%	2.5	○	○	○	81.5%	4.6	○	○	○	106.3%	10.5	○
27 イソフェンホスオキシソン	○	○	92.2%	1.1	○	○	○	81.9%	3.4	○	○	○	107.7%	9.8	○
28 イソプロカルブ	○	○	90.9%	6.8	○	○	○	79.5%	1.1	○	○	○	102.6%	12.4	○
29 イソプロチオラン	○	○	100.4%	2.6	○	○	○	79.7%	3.1	○	○	○	106.2%	8.1	○
30 イプロジオン	○	○	90.9%	4.9	○	○	○	83.3%	2.8	○	○	○	105.2%	13.0	○
31 イプロジオン代謝産物	○	○	88.7%	5.8	○	○	○	79.9%	3.2	○	○	○	113.3%	9.0	○
32 イプロベンホス	○	○	94.0%	2.4	○	○	○	80.6%	2.2	○	○	○	103.7%	9.8	○
33 イマザタベンズメチルエステル(異性体1,2)	○	○	90.7%	0.7	○	○	○	83.4%	2.1	○	○	○	105.8%	12.2	○
34 イマザリル	○	○	84.7%	7.9	○	○	○	73.0%	3.8	○	○	○	90.6%	12.9	○
35 イミベンコナゾール	○	○	94.2%	2.2	○	○	○	81.3%	3.4	○	○	○	106.1%	9.0	○
36 イミベンコナゾール脱ベンジル体	○	○	89.4%	2.3	○	○	○	82.6%	6.9	○	○	○	106.2%	13.0	○
37 ウニコナゾールP	○	○	91.8%	2.8	○	○	○	83.6%	4.9	○	○	○	100.4%	10.2	○
38 エスプロカルブ	○	○	88.1%	3.9	○	○	○	74.5%	2.2	○	○	○	100.7%	10.0	○
39 エタルフルラリン	○	○	81.8%	7.9	○	○	○	77.9%	1.7	○	○	○	94.2%	12.0	○
40 エチオン	○	○	92.7%	2.5	○	○	○	83.8%	2.8	○	○	○	103.4%	10.6	○
41 エディフェンホス	○	○	89.5%	3.2	○	○	○	78.5%	2.7	○	○	○	103.1%	12.1	○
42 エトキサゾール	○	○	88.9%	2.1	○	○	○	83.6%	1.4	○	○	○	103.2%	12.1	○
43 エトフェンブロックス	○	○	86.0%	3.8	○	○	○	77.6%	3.2	○	○	○	103.4%	10.7	○
44 エトプロホス	○	○	87.0%	7.0	○	○	○	78.4%	1.3	○	○	○	97.8%	11.3	○
45 エトリジアゾール	○	○	42.2%	21.9	×	○	○	52.1%	11.1	○	○	○	59.0%	17.7	○
46 エトリムホス	○	○	92.2%	0.4	○	○	○	80.0%	3.1	○	○	○	99.7%	8.8	○
47 エボキシコナゾール	○	○	93.4%	2.7	○	○	○	83.0%	3.9	○	○	○	104.8%	10.3	○
48 エンドスルフアン(α)	○	○	84.0%	4.7	○	○	○	82.9%	3.4	○	○	○	98.7%	11.9	○
49 エンドスルフアン(β)	○	○	92.7%	3.8	○	○	○	81.0%	3.2	○	○	○	106.7%	10.3	○
50 エンドリン	○	○	84.6%	1.6	○	○	○	78.0%	1.8	○	○	○	100.5%	10.9	○
51 オキサジアゾン	○	○	92.4%	2.2	○	○	○	82.6%	3.8	○	○	○	105.1%	10.4	○
52 オキサジキシル	○	○	95.7%	3.8	○	○	○	83.5%	3.2	○	○	○	105.3%	13.0	○
53 オキシフルオルフェン	○	○	90.0%	4.7	○	○	○	83.2%	2.9	○	○	○	106.0%	10.4	○
54 オメトエート	○	○	90.5%	6.7	○	○	○	74.5%	2.9	○	○	○	113.7%	15.4	○
55 カズサホス	○	○	85.7%	7.1	○	○	○	78.4%	3.6	○	○	○	97.9%	11.5	○
56 カフェンストロール	○	○	106.7%	5.0	○	○	○	84.1%	2.5	○	○	○	105.1%	7.7	○
57 カルフェントラゾンエチル	○	○	100.1%	4.0	○	○	○	81.3%	2.8	○	○	○	105.5%	11.1	○
58 カルボスルファン	○	○	17.3%	3.7	×	○	○	23.5%	10.1	×	○	○	9.7%	26.6	×
59 カルボフラン	○	○	105.8%	3.9	○	○	○	96.5%	2.3	○	○	○	125.9%	10.4	○
60 キナルホス	○	○	93.0%	3.1	○	○	○	82.5%	4.0	○	○	○	105.9%	9.0	○
61 キノキシフェン	○	○	85.1%	4.4	○	○	○	78.6%	7.1	○	○	○	102.8%	9.9	○
62 キントゼン	○	○	71.8%	9.7	○	○	○	69.9%	2.7	○	○	○	88.3%	13.2	○

成分名	レトルトカレー					冷凍ホウレンソウ					緑茶				
	選択性	評価濃度の確認	添加濃度 0.1ppm		総合判定	選択性	評価濃度の確認	添加濃度 0.1ppm		総合判定	選択性	評価濃度の確認	添加濃度 0.1ppm		総合判定
			回収率 (%)	併行精度 (%)				回収率 (%)	併行精度 (%)				回収率 (%)	併行精度 (%)	
			目標値					目標値					目標値		
50~200%	<30%	50~200%	<30%	50~200%	<30%										
63 クレソキシムメチル	○	○	95.5%	4.9	○	○	○	82.4%	3.6	○	○	○	108.5%	7.8	○
64 クロゾリネート	○	○	93.9%	3.7	○	○	○	81.2%	4.3	○	○	○	95.3%	16.9	○
65 クロマゾン	○	○	92.1%	4.9	○	○	○	80.7%	2.1	○	○	○	103.2%	11.1	○
66 クロルエトキシホス	○	○	67.0%	12.8	○	○	○	67.9%	5.5	○	○	○	80.3%	15.5	○
67 クロルタールジメチル	○	○	88.6%	1.0	○	○	○	80.7%	3.6	○	○	○	104.3%	9.3	○
68 クロルデン (cis)	○	○	80.0%	2.4	○	○	○	74.4%	6.4	○	○	○	104.1%	10.9	○
69 クロルデン (trans)	○	○	77.6%	6.6	○	○	○	74.5%	3.8	○	○	○	99.3%	10.6	○
70 クロルピリホス	○	○	86.0%	4.5	○	○	○	79.1%	2.5	○	○	○	101.1%	9.8	○
71 クロルピリホスメチル	○	○	88.3%	2.7	○	○	○	80.4%	3.1	○	○	○	101.3%	10.5	○
72 クロルフエナビル	○	○	95.7%	17.0	○	○	○	85.2%	1.1	○	○	○	100.1%	8.5	○
73 クロルフエンソン	○	○	92.5%	3.9	○	○	○	84.0%	3.6	○	○	○	106.7%	9.0	○
74 クロルフエンピンホス (α, β)	○	○	92.2%	3.9	○	○	○	82.6%	4.9	○	○	○	106.1%	10.7	○
75 クロルプロファミ	○	○	98.0%	7.1	○	○	○	81.2%	1.0	○	○	○	109.2%	11.3	○
76 クロルベンシド	○	○	80.2%	3.2	○	○	○	77.8%	2.5	○	○	○	99.0%	12.1	○
77 クロロネブ	○	○	66.9%	12.9	○	○	○	65.8%	5.1	○	○	○	82.4%	17.0	○
78 シアナジン	○	○	87.0%	3.4	○	○	○	83.1%	10.9	○	○	○	114.6%	8.6	○
79 シアノホス	○	○	98.6%	5.3	○	○	○	82.1%	2.1	○	○	○	107.5%	10.5	○
80 ジエトフェンカルブ	○	○	92.6%	5.1	○	○	○	80.2%	4.2	○	○	○	107.1%	8.7	○
81 ジオキサチオン	○	○	102.9%	6.4	○	○	○	80.9%	9.7	○	○	○	109.2%	6.8	○
82 ジオキサチオン (分解物)	○	○	110.2%	14.4	○	○	○	89.5%	8.6	○	○	○	102.3%	11.7	○
83 ジクロシメット (異性体 1, 2)	○	○	95.2%	3.8	○	○	○	83.4%	4.0	○	○	○	106.5%	11.2	○
84 ジクロトホス	○	○	105.1%	3.4	○	○	○	82.6%	3.0	○	○	○	117.5%	9.6	○
85 ジクロフェンチオン	○	○	83.6%	4.3	○	○	○	79.4%	4.0	○	○	○	99.6%	10.3	○
86 ジクロホップメチル	○	○	95.5%	4.3	○	○	○	85.8%	4.7	○	○	○	107.6%	11.9	○
87 ジクロラン	○	○	106.1%	6.7	○	○	○	84.6%	2.2	○	○	○	120.0%	13.2	○
88 ジコホール (分解物)	○	○	88.6%	3.2	○	○	○	80.0%	3.3	○	○	○	105.4%	10.6	○
89 ジスルホトン	○	○	86.8%	5.3	○	○	○	79.0%	1.6	○	○	○	99.2%	9.9	○
90 ジスルホトンスルホン	○	○	98.0%	3.3	○	○	○	83.5%	2.4	○	○	○	108.5%	11.0	○
91 シニドンエチル	○	○	95.3%	4.2	○	○	○	82.0%	2.5	○	○	○	104.8%	11.5	○
92 シハロトリン (γ, λ)	○	○	94.2%	2.8	○	○	○	83.3%	5.0	○	○	○	107.8%	11.1	○
93 シハロポップチル	○	○	97.2%	6.0	○	○	○	84.4%	3.8	○	○	○	107.7%	11.8	○
94 ジフェナミド	○	○	94.9%	2.4	○	○	○	82.8%	1.7	○	○	○	107.2%	11.0	○
95 ジフェニルアミン	○	○	85.2%	8.5	○	○	○	73.4%	2.0	○	○	○	99.6%	16.2	○
96 ジフェノコナゾール (異性体 1, 2)	○	○	95.4%	5.3	○	○	○	83.7%	4.7	○	○	○	103.6%	10.0	○
97 シフルトリン (異性体 1~4)	○	○	96.9%	5.3	○	○	○	81.6%	2.8	○	○	○	107.2%	12.0	○
98 ジフルフェニカン	○	○	96.0%	5.8	○	○	○	85.7%	1.0	○	○	○	108.3%	9.7	○
99 シプロコナゾール	○	○	91.9%	3.0	○	○	○	82.7%	3.3	○	○	○	103.2%	8.9	○
100 シバルメトリン (異性体 1~4)	○	○	93.7%	3.5	○	○	○	79.2%	4.4	○	○	○	105.3%	9.7	○
101 シマジン	○	○	99.4%	4.9	○	○	○	82.9%	5.0	○	○	○	114.3%	11.6	○
102 ジメタメトリン	○	○	91.0%	5.1	○	○	○	80.9%	2.5	○	○	○	107.5%	10.3	○
103 ジメチルピンホス (E)	○	○	92.7%	2.8	○	○	○	73.0%	8.7	○	○	○	103.2%	11.7	○
104 ジメチルピンホス (Z)	○	○	86.4%	10.4	○	○	○	78.3%	3.6	○	○	○	104.1%	11.1	○
105 ジメテナミド	○	○	91.9%	2.7	○	○	○	83.7%	4.9	○	○	○	106.1%	10.5	○
106 ジメトエート	○	○	116.2%	3.4	○	○	○	93.0%	1.7	○	○	○	132.6%	11.1	○
107 シメトリン	○	○	96.0%	2.0	○	○	○	79.3%	2.4	○	○	○	111.6%	12.0	○
108 ジメピベレート	○	○	89.1%	2.3	○	○	○	81.3%	3.3	○	○	○	103.5%	10.3	○
109 スピロキサミン (異性体 1, 2)	○	○	1.0%	21.5	×	○	○	1.9%	20.2	×	○	○	1.1%	16.7	×
110 スピロジクロフェン	○	○	80.7%	3.6	○	○	○	70.1%	2.3	○	○	○	92.5%	11.3	○
111 ゾキサミド	○	○	90.8%	3.1	○	○	○	83.1%	3.6	○	○	○	102.3%	10.7	○
112 ゾキサミド (分解物)	○	○	108.7%	17.4	○	○	○	85.9%	1.2	○	○	○	139.1%	13.5	○
113 ターバシル	○	○	97.9%	5.3	○	○	○	80.8%	1.7	○	○	○	109.8%	10.2	○
114 ダイアジノン	○	○	89.6%	5.2	○	○	○	80.9%	3.4	○	○	○	101.7%	7.0	○
115 チオベンカルブ	○	○	89.4%	5.9	○	○	○	80.6%	1.1	○	○	○	105.9%	8.5	○
116 チフルザミド	○	○	98.6%	4.1	○	○	○	85.8%	3.0	○	○	○	105.6%	11.2	○
117 デイルドリン	○	○	81.0%	7.0	○	○	○	81.6%	10.9	○	○	○	102.2%	9.5	○
118 テクナゼン	○	○	64.2%	14.4	○	○	○	63.6%	3.8	○	○	○	75.8%	19.2	○
119 テトラクロルピンホス	○	○	93.4%	0.6	○	○	○	79.7%	1.2	○	○	○	101.1%	12.5	○
120 テトラコナゾール	○	○	95.4%	1.7	○	○	○	81.3%	3.6	○	○	○	105.3%	13.6	○
121 テトラジホン	○	○	94.2%	0.9	○	○	○	82.6%	1.1	○	○	○	108.9%	7.7	○
122 テニルクロール	○	○	95.0%	6.7	○	○	○	88.5%	2.3	○	○	○	111.1%	13.5	○
123 テブコナゾール	○	○	92.1%	5.8	○	○	○	82.3%	0.2	○	○	○	103.1%	9.4	○
124 テブフェンピラド	○	○	91.6%	1.9	○	○	○	82.0%	3.1	○	○	○	105.3%	10.7	○
125 テフルトリン	○	○	88.1%	4.3	○	○	○	77.8%	1.4	○	○	○	97.4%	10.1	○
126 デメトン-S-メチル	○	○	96.9%	8.1	○	○	○	78.1%	0.8	○	○	○	105.1%	14.0	○
127 デルタメトリン	○	○	93.9%	4.2	○	○	○	77.9%	2.2	○	○	○	107.2%	10.6	○
128 テルブトリン	○	○	92.8%	3.2	○	○	○	79.9%	3.3	○	○	○	102.9%	9.3	○
129 テルブホス	○	○	83.1%	8.5	○	○	○	79.3%	4.8	○	○	○	95.1%	11.6	○

成分名	レトルトカレー					冷凍ホウレンソウ					緑茶				
	選択性	評価濃度の確認	添加濃度 0.1ppm		総合判定	選択性	評価濃度の確認	添加濃度 0.1ppm		総合判定	選択性	評価濃度の確認	添加濃度 0.1ppm		総合判定
			回収率 (%)	併行精度 (%)				回収率 (%)	併行精度 (%)				回収率 (%)	併行精度 (%)	
			目標値					目標値					目標値		
50~200%	<30%	50~200%	<30%	50~200%	<30%										
130 トリアジメノール(異性体1, 2)	○	○	88.6%	2.0	○	○	○	81.9%	3.1	○	○	○	103.9%	10.3	○
131 トリアジメホン	○	○	92.9%	3.7	○	○	○	81.4%	3.2	○	○	○	108.8%	10.3	○
132 トリアゾホス	○	○	95.2%	9.0	○	○	○	83.1%	1.9	○	○	○	103.4%	11.8	○
133 トリアレート	○	○	78.6%	5.2	○	○	○	74.2%	1.1	○	○	○	92.9%	10.7	○
134 トリシクラゾール	○	○	91.3%	2.3	○	○	○	81.1%	7.0	○	○	○	106.4%	10.1	○
135 トリブホス	○	○	87.3%	3.0	○	○	○	77.1%	1.9	○	○	○	104.8%	9.2	○
136 トリフルラリン	○	○	82.6%	8.3	○	○	○	75.4%	1.5	○	○	○	93.8%	9.1	○
137 トリフロキシストロピン	○	○	96.4%	5.8	○	○	○	83.7%	6.0	○	○	○	109.2%	11.5	○
138 トルクロホスメチル	○	○	90.0%	5.5	○	○	○	80.0%	1.4	○	○	○	102.3%	11.8	○
139 トルフェンピラド	○	○	91.5%	4.5	○	○	○	87.5%	7.8	○	○	○	100.7%	14.1	○
140 ナプロバミド	○	○	95.9%	9.2	○	○	○	84.0%	4.5	○	○	○	100.0%	15.2	○
141 ニトタールイソプロピル	○	○	93.2%	2.5	○	○	○	82.1%	3.4	○	○	○	104.8%	10.9	○
142 バクプロトラゾール	○	○	91.8%	1.9	○	○	○	81.3%	5.1	○	○	○	100.3%	10.9	○
143 パラチオン	○	○	94.7%	4.0	○	○	○	81.1%	0.5	○	○	○	104.9%	6.7	○
144 パラチオンメチル	○	○	98.7%	6.4	○	○	○	84.0%	3.0	○	○	○	109.3%	11.2	○
145 ハルフェンプロックス	○	○	86.1%	5.7	○	○	○	70.7%	1.3	○	○	○	103.9%	11.7	○
146 ピコリナフェン	○	○	93.1%	0.8	○	○	○	81.5%	5.0	○	○	○	105.8%	8.5	○
147 ビテルタノール(異性体1, 2)	○	○	93.2%	1.9	○	○	○	81.8%	3.7	○	○	○	103.1%	13.3	○
148 ビフェノックス	○	○	97.9%	1.1	○	○	○	79.9%	5.2	○	○	○	106.0%	11.8	○
149 ビフェントリン	○	○	85.4%	3.7	○	○	○	74.0%	3.1	○	○	○	103.6%	10.7	○
150 ビペロニルプトキシド	○	○	93.7%	2.0	○	○	○	84.3%	3.0	○	○	○	108.9%	10.0	○
151 ビペロホス	○	○	96.6%	6.9	○	○	○	81.8%	1.8	○	○	○	106.1%	7.9	○
152 ビラクロホス	○	○	93.0%	2.2	○	○	○	79.9%	2.6	○	○	○	103.6%	12.3	○
153 ビラゾホス	○	○	96.8%	1.6	○	○	○	82.4%	2.9	○	○	○	107.2%	10.7	○
154 ビラフルフェンエチル	○	○	104.9%	4.7	○	○	○	105.3%	5.5	○	○	○	137.5%	15.4	○
155 ビリダフェンチオン	○	○	98.3%	4.5	○	○	○	80.3%	4.3	○	○	○	109.5%	13.1	○
156 ビリダベン	○	○	90.5%	4.6	○	○	○	79.4%	2.7	○	○	○	104.4%	11.1	○
157 ビリダリル	○	○	77.3%	4.3	○	○	○	65.8%	2.8	○	○	○	102.0%	9.3	○
158 ビリフェノックス(E)	○	○	92.9%	3.6	○	○	○	82.8%	5.6	○	○	○	103.0%	11.4	○
159 ビリフェノックス(Z)	○	○	91.8%	4.9	○	○	○	78.9%	3.9	○	○	○	104.0%	10.5	○
160 ビリブチカルブ	○	○	100.5%	3.3	○	○	○	84.0%	2.9	○	○	○	107.3%	9.0	○
161 ビリプロキシフェン	○	○	88.7%	4.2	○	○	○	83.0%	2.1	○	○	○	104.4%	9.5	○
162 ビリミカーブ	○	○	94.1%	2.6	○	○	○	77.9%	2.0	○	○	○	103.2%	9.9	○
163 ビリミジフェン	○	○	95.6%	5.0	○	○	○	81.1%	2.7	○	○	○	103.1%	10.7	○
164 ビリミノバックメチル(E)	○	○	96.6%	3.3	○	○	○	84.2%	3.1	○	○	○	107.9%	11.8	○
165 ビリミノバックメチル(Z)	○	○	95.7%	2.5	○	○	○	82.5%	2.6	○	○	○	107.1%	12.1	○
166 ビリミホスメチル	○	○	90.9%	3.3	○	○	○	82.0%	3.3	○	○	○	103.9%	11.4	○
167 ビリメタニル	○	○	98.3%	5.8	○	○	○	81.7%	1.6	○	○	○	109.7%	10.7	○
168 ビロキロン	○	○	97.4%	4.5	○	○	○	83.6%	0.6	○	○	○	114.5%	12.0	○
169 ピンクロゾリン	○	○	92.1%	1.7	○	○	○	82.1%	1.9	○	○	○	107.5%	6.5	○
170 ファムフル	○	○	92.2%	1.9	○	○	○	82.2%	3.8	○	○	○	105.0%	11.1	○
171 ファモキサドン	○	○	100.3%	7.4	○	○	○	85.0%	0.8	○	○	○	106.0%	9.2	○
172 フィプロニル	○	○	96.1%	2.7	○	○	○	81.8%	4.6	○	○	○	107.3%	13.5	○
173 フェナミホス	○	○	105.3%	8.2	○	○	○	84.4%	7.0	○	○	○	104.2%	5.0	○
174 フェナリモル	○	○	92.0%	6.2	○	○	○	81.6%	4.5	○	○	○	105.8%	10.5	○
175 フェニトロチオン	○	○	96.4%	3.1	○	○	○	82.4%	3.4	○	○	○	107.2%	11.0	○
176 フェノキサニル	○	○	95.4%	7.8	○	○	○	80.8%	3.5	○	○	○	105.8%	10.0	○
177 フェノチオカルブ	○	○	97.4%	3.5	○	○	○	83.0%	5.1	○	○	○	111.5%	10.3	○
178 フェノブカルブ	○	○	99.5%	4.3	○	○	○	80.4%	2.5	○	○	○	104.1%	11.2	○
179 フェンアミドン	○	○	97.4%	2.7	○	○	○	83.5%	3.4	○	○	○	107.6%	9.9	○
180 フェンクロルホス	○	○	84.0%	5.3	○	○	○	78.1%	3.8	○	○	○	97.9%	11.4	○
181 フェンスルホチオン	○	○	96.3%	3.9	○	○	○	81.3%	3.9	○	○	○	105.3%	12.8	○
182 フェントエート	○	○	94.1%	2.9	○	○	○	79.6%	1.4	○	○	○	106.2%	7.7	○
183 フェンバレレート(異性体1, 2)	○	○	94.1%	4.6	○	○	○	80.2%	2.5	○	○	○	105.0%	10.8	○
184 フェンブコナゾール	○	○	101.0%	4.8	○	○	○	83.9%	2.6	○	○	○	105.1%	10.4	○
185 フェンプロバトリン	○	○	92.1%	5.4	○	○	○	80.4%	3.9	○	○	○	106.4%	13.3	○
186 フェンプロピモルフ	○	○	78.3%	2.7	○	○	○	62.2%	2.0	○	○	○	87.5%	12.5	○
187 フサライド	○	○	94.2%	3.2	○	○	○	79.4%	2.2	○	○	○	110.4%	9.4	○
188 ブタクロール	○	○	88.9%	1.0	○	○	○	76.7%	3.0	○	○	○	110.9%	8.0	○
189 ブタミホス	○	○	97.6%	0.9	○	○	○	81.9%	4.7	○	○	○	108.1%	7.3	○
190 ブピリメート	○	○	95.8%	4.4	○	○	○	81.8%	3.8	○	○	○	107.9%	13.8	○
191 アプロフェジン	○	○	92.6%	1.3	○	○	○	80.7%	4.4	○	○	○	104.2%	10.6	○
192 フラムプロップメチル	○	○	95.6%	4.1	○	○	○	83.0%	4.0	○	○	○	106.6%	8.7	○
193 フリラゾール	○	○	94.3%	2.8	○	○	○	79.0%	3.1	○	○	○	104.2%	11.2	○
194 フルアクリピリム	○	○	103.5%	7.0	○	○	○	85.9%	6.8	○	○	○	106.6%	11.9	○
195 フルキンコナゾール	○	○	99.3%	5.0	○	○	○	83.2%	2.4	○	○	○	108.5%	11.4	○
196 フルジオキソニル	○	○	98.5%	3.2	○	○	○	84.0%	3.7	○	○	○	109.8%	11.4	○

成分名	レトルトカレー					冷凍ホウレンソウ					緑茶				
	選択性	評価濃度の確認	添加濃度 0.1ppm		総合判定	選択性	評価濃度の確認	添加濃度 0.1ppm		総合判定	選択性	評価濃度の確認	添加濃度 0.1ppm		総合判定
			回収率 (%)	併行精度 (%)				回収率 (%)	併行精度 (%)				回収率 (%)	併行精度 (%)	
			目標値					目標値					目標値		
50~200%	<30%	50~200%	<30%	50~200%	<30%										
197 フルシトリン (異性体 1, 2)	○	○	97.2%	3.6	○	○	○	82.6%	4.1	○	○	○	106.9%	10.2	○
198 フルシラゾール	○	○	95.0%	3.0	○	○	○	82.0%	1.2	○	○	○	105.9%	12.0	○
199 フルチアセトメチル	○	○	93.6%	2.0	○	○	○	82.1%	2.0	○	○	○	99.4%	13.2	○
200 フルトラニル	○	○	97.2%	4.0	○	○	○	85.9%	2.8	○	○	○	110.5%	10.2	○
201 フルトラリアホル	○	○	90.2%	3.6	○	○	○	81.3%	4.0	○	○	○	100.6%	8.5	○
202 フルバリネート (異性体 1, 2)	○	○	97.7%	4.3	○	○	○	79.7%	1.9	○	○	○	107.4%	10.3	○
203 フルフェンビルエチル	○	○	95.0%	7.3	○	○	○	84.2%	3.1	○	○	○	107.7%	13.3	○
204 フルミオキサジン	○	○	102.2%	1.0	○	○	○	82.7%	1.9	○	○	○	103.4%	14.9	○
205 フルミクロラックベンチル	○	○	98.5%	8.4	○	○	○	87.1%	5.6	○	○	○	104.2%	12.5	○
206 フルリドン	○	○	98.6%	3.5	○	○	○	81.1%	1.3	○	○	○	102.0%	10.1	○
207 プレチラクロール	○	○	91.9%	3.9	○	○	○	80.9%	6.1	○	○	○	104.8%	9.2	○
208 プロシミドン	○	○	95.7%	2.8	○	○	○	81.0%	3.4	○	○	○	105.3%	9.2	○
209 プロチオホス	○	○	85.0%	3.6	○	○	○	79.5%	4.2	○	○	○	99.6%	11.3	○
210 プロバジン	○	○	95.4%	2.3	○	○	○	82.8%	3.2	○	○	○	104.8%	10.5	○
211 プロバニル	○	○	104.5%	5.5	○	○	○	86.1%	3.3	○	○	○	121.6%	10.4	○
212 プロバホス	○	○	93.2%	3.9	○	○	○	82.9%	8.1	○	○	○	104.5%	13.4	○
213 プロバルギット	×	○	133.4%	2.2	×	○	○	85.9%	3.1	○	○	○	116.8%	12.7	○
214 プロビコナゾール (異性体 1, 2)	○	○	97.7%	2.3	○	○	○	84.2%	5.9	○	○	○	107.4%	12.8	○
215 プロピザミド	○	○	96.2%	4.3	○	○	○	84.0%	1.9	○	○	○	106.9%	10.1	○
216 プロヒドロジヤモン (異性体 1, 2)	○	○	90.7%	5.3	○	○	○	80.5%	1.9	○	○	○	102.7%	10.3	○
217 プロフェノホス	○	○	80.2%	2.3	○	○	○	73.1%	6.0	○	○	○	96.1%	15.7	○
218 プロベタンホス	○	○	94.1%	3.8	○	○	○	85.0%	3.3	○	○	○	106.7%	10.4	○
219 プロボキスル	○	○	99.8%	5.5	○	○	○	81.9%	2.0	○	○	○	109.3%	11.6	○
220 プロマシル	○	○	94.1%	1.8	○	○	○	78.6%	4.0	○	○	○	105.8%	10.5	○
221 プロメトリン	○	○	91.4%	6.0	○	○	○	81.0%	1.5	○	○	○	104.5%	12.6	○
222 プロモブチド	○	○	94.8%	2.7	○	○	○	81.7%	3.3	○	○	○	103.1%	10.1	○
223 プロモブチド脱臭素体	○	○	107.2%	7.0	○	○	○	83.9%	2.7	○	○	○	104.3%	10.1	○
224 プロモプロビレート	○	○	88.4%	3.8	○	○	○	80.0%	3.6	○	○	○	102.0%	9.5	○
225 プロモホス	○	○	87.2%	1.4	○	○	○	77.4%	3.6	○	○	○	100.8%	9.7	○
226 プロモホスエチル	○	○	81.7%	3.2	○	○	○	77.7%	2.7	○	○	○	97.9%	9.4	○
227 ヘキサクロロベンゼン	○	○	39.9%	12.1	×	○	○	47.4%	0.9	×	○	○	68.0%	12.0	○
228 ヘキサコナゾール	○	○	86.3%	2.4	○	○	○	82.9%	9.4	○	○	○	90.6%	10.7	○
229 ヘキサジノン	○	○	96.5%	4.3	○	○	○	87.4%	0.9	○	○	○	115.4%	12.3	○
230 ベナラキシル	○	○	95.9%	2.8	○	○	○	81.2%	5.4	○	○	○	102.6%	11.0	○
231 ベノキサコール	○	○	94.4%	3.6	○	○	○	81.1%	1.6	○	○	○	103.9%	9.3	○
232 ヘブタクロル	○	○	69.8%	6.5	○	○	○	70.3%	1.9	○	○	○	89.4%	10.4	○
233 ヘブタクロルエボキシド (cis)	○	○	83.4%	6.1	○	○	○	78.9%	1.7	○	○	○	100.8%	11.5	○
234 ヘブタクロルエボキシド (trans)	○	○	83.4%	8.1	○	○	○	76.9%	5.4	○	○	○	101.8%	11.3	○
235 ベルメトリン (cis)	○	○	86.3%	3.8	○	○	○	74.8%	2.6	○	○	○	104.8%	10.1	○
236 ベルメトリン (trans)	○	○	89.8%	3.3	○	○	○	77.1%	1.5	○	○	○	104.0%	11.9	○
237 ベンコナゾール	○	○	91.6%	2.6	○	○	○	79.5%	2.0	○	○	○	104.4%	10.7	○
238 ベンディメタリン	○	○	89.4%	2.7	○	○	○	81.7%	3.6	○	○	○	100.6%	11.6	○
239 ベンフルラリン	○	○	91.9%	6.8	○	○	○	78.8%	2.6	○	○	○	92.9%	9.7	○
240 ベンフレセート	○	○	93.5%	3.7	○	○	○	85.1%	5.0	○	○	○	109.3%	9.1	○
241 ホサロン	○	○	96.6%	2.6	○	○	○	81.2%	1.9	○	○	○	104.0%	13.6	○
242 ホスチアゼート (異性体 1, 2)	○	○	94.2%	5.8	○	○	○	82.7%	4.7	○	○	○	108.7%	12.1	○
243 ホスファミド (異性体 1, 2)	○	○	91.6%	1.4	○	○	○	83.4%	6.4	○	○	○	107.7%	12.5	○
244 ホスメット	○	○	93.1%	2.7	○	○	○	80.6%	3.1	○	○	○	105.1%	11.2	○
245 ホレート	○	○	79.9%	7.8	○	○	○	75.9%	6.4	○	○	○	91.1%	14.4	○
246 マラチオン	○	○	92.2%	3.1	○	○	○	79.0%	3.3	○	○	○	107.6%	12.0	○
247 ミクロブタニル	○	○	95.9%	2.5	○	○	○	83.9%	4.5	○	○	○	104.6%	9.3	○
248 メカルバム	○	○	94.0%	15.3	○	○	○	89.0%	17.5	○	○	○	96.8%	8.8	○
249 メタラキシル	○	○	93.8%	4.6	○	○	○	84.7%	7.6	○	○	○	102.9%	10.4	○
250 メチダチオン	○	○	92.5%	1.9	○	○	○	82.9%	2.2	○	○	○	107.6%	9.3	○
251 メトキシクロール	○	○	91.8%	2.4	○	○	○	81.7%	2.4	○	○	○	103.8%	11.4	○
252 メトミノストロビン (E)	○	○	96.3%	5.8	○	○	○	84.6%	2.1	○	○	○	102.9%	10.7	○
253 メトラクロール	○	○	92.2%	3.2	○	○	○	81.1%	2.5	○	○	○	110.5%	13.1	○
254 メビンホス	○	○	84.4%	10.4	○	○	○	69.4%	2.1	○	○	○	93.5%	13.6	○
255 メフェナセット	○	○	95.3%	4.0	○	○	○	81.3%	2.3	○	○	○	108.3%	9.9	○
256 メフェンビルジエチル	○	○	96.2%	4.2	○	○	○	84.9%	4.8	○	○	○	106.6%	9.7	○
257 メブロニル	○	○	98.9%	3.8	○	○	○	85.0%	6.1	○	○	○	106.8%	15.0	○
258 モノクロトホス	○	○	98.5%	6.9	○	○	○	78.1%	5.0	○	○	○	120.3%	11.6	○
259 レナシル	○	○	91.5%	3.5	○	○	○	81.5%	2.6	○	○	○	105.3%	9.9	○
適合数	258	259			253	259	259			256	259	259			257

1) 選択性、評価濃度の確認欄の、「○」は確認、「×」は確認されなかったことを示す。  
 2) 回収率、併行精度が、目標値を満たさなかったものは塗りつぶして示す。  
 3) 総合評価欄の、「○」は評価項目すべてに適合、「×」は評価項目のうち不適合の項目があったことを示す。

表2 LC-MS/MS対象成分(1)及びその性能評価結果

成分名	レトルトカレー					冷凍ホウレンソウ					緑茶				
	選択性	評価濃度の確認	添加濃度 0.1ppm		総合判定	選択性	評価濃度の確認	添加濃度 0.1ppm		総合判定	選択性	評価濃度の確認	添加濃度 0.1ppm		総合判定
			回収率 (%)	併行精度 (%)				回収率 (%)	併行精度 (%)				回収率 (%)	併行精度 (%)	
			目標値					目標値					目標値		
50~200%	<30%	50~200%	<30%	50~200%	<30%										
1 3-OHカルボフラン	○	○	83.9%	0.8	○	○	○	79.5%	1.1	○	○	○	93.1%	1.3	○
2 アザメチホス	○	○	80.4%	2.0	○	○	○	73.4%	1.7	○	○	○	90.3%	1.2	○
3 アシベンゾラルS-メチル	○	○	82.1%	1.7	○	○	○	78.2%	2.5	○	○	○	94.7%	1.7	○
4 アジンホスメチル	○	○	91.2%	0.2	○	○	○	82.8%	3.5	○	○	○	99.2%	2.7	○
5 アゾキシストロビン	○	○	87.3%	1.7	○	○	○	80.1%	2.0	○	○	○	95.7%	0.9	○
6 アニロホス	○	○	85.6%	1.9	○	○	○	80.3%	1.9	○	○	○	97.1%	1.6	○
7 アミスルプロム	○	○	84.4%	2.0	○	○	○	81.7%	0.5	○	○	○	97.0%	1.4	○
8 アルドキシカルブ	○	○	86.1%	2.2	○	○	○	78.4%	2.7	○	○	○	97.0%	0.6	○
9 イノウロン	○	○	88.0%	1.7	○	○	○	80.6%	1.0	○	○	○	97.1%	0.2	○
10 イソキサフルトール	○	○	194.3%	1.7	○	○	○	241.4%	3.1	×	○	○	289.3%	1.4	×
11 イナベンフィド	○	○	163.5%	1.3	○	○	○	189.9%	1.6	○	○	○	220.3%	2.0	×
12 イプロバリカルブ(I)	○	○	68.7%	1.5	○	○	○	82.3%	1.3	○	○	○	97.2%	1.7	○
13 イプロバリカルブ(II)	○	○	80.2%	0.9	○	○	○	80.8%	2.0	○	○	○	96.1%	1.0	○
14 イマザリル	○	○	77.7%	1.0	○	○	○	69.3%	1.3	○	○	○	89.0%	2.8	○
15 イミシアホス	○	○	84.3%	1.9	○	○	○	76.9%	1.9	○	○	○	93.2%	0.8	○
16 イミダクロプリド	○	○	85.4%	2.2	○	○	○	82.0%	2.4	○	○	○	97.1%	1.1	○
17 インダノファン	○	○	89.1%	1.0	○	○	○	85.0%	2.6	○	○	○	101.3%	2.5	○
18 インドキサカルブ-MP	○	○	88.1%	2.8	○	○	○	80.7%	1.3	○	○	○	95.0%	1.4	○
19 エチプロール	○	○	84.6%	1.8	○	○	○	84.4%	1.8	○	○	○	101.2%	0.8	○
20 エトベンザニド	○	○	79.9%	1.6	○	○	○	83.1%	1.2	○	○	○	98.2%	1.4	○
21 エボキシコナゾール	○	○	86.9%	2.1	○	○	○	80.7%	2.2	○	○	○	97.0%	1.2	○
22 オキサジアルギル	○	○	79.1%	2.4	○	○	○	82.2%	2.5	○	○	○	99.5%	0.8	○
23 オキサジクロメホン	○	○	86.3%	1.6	○	○	○	80.9%	2.2	○	○	○	97.6%	0.9	○
24 オキサミル	○	○	85.7%	1.7	○	○	○	78.0%	1.9	○	○	○	95.1%	0.7	○
25 オキシカルボキシシン	○	○	80.2%	1.5	○	○	○	77.7%	1.7	○	○	○	93.9%	0.7	○
26 オリサストロビン	○	○	87.8%	1.8	○	○	○	80.4%	1.9	○	○	○	96.1%	0.5	○
27 オリサストロビン5Z異性体	○	○	87.2%	1.0	○	○	○	81.3%	1.5	○	○	○	96.5%	0.7	○
28 オリザリン	○	○	93.4%	2.3	○	○	○	99.0%	1.5	○	○	○	119.0%	3.0	○
29 カルバリル(NAC)	○	○	84.3%	2.3	○	○	○	80.1%	0.7	○	○	○	95.3%	0.7	○
30 カルプロバミド	○	○	87.4%	1.2	○	○	○	84.9%	2.4	○	○	○	100.8%	0.7	○
31 カルボフラン	○	○	89.3%	2.8	○	○	○	94.1%	3.4	○	○	○	103.8%	1.0	○
32 キザロホップエチル	○	○	86.0%	1.8	○	○	○	81.8%	2.2	○	○	○	97.7%	0.7	○
33 クミルロン	○	○	88.0%	2.4	○	○	○	81.8%	1.2	○	○	○	97.9%	1.0	○
34 クロキントセットメキシル	○	○	85.6%	1.4	○	○	○	78.9%	1.1	○	○	○	96.2%	0.6	○
35 クロチアニジン	○	○	83.1%	1.3	○	○	○	79.8%	2.0	○	○	○	95.4%	0.3	○
36 クロフェンテジン	○	○	78.6%	1.8	○	○	○	79.8%	1.2	○	○	○	91.6%	0.5	○
37 クロメプロップ	○	○	83.0%	1.7	○	○	○	80.0%	0.3	○	○	○	95.5%	1.7	○
38 クロラントラニリプロール	○	○	93.8%	1.6	○	○	○	94.3%	2.0	○	○	○	111.5%	0.5	○
39 クロリダゾン	○	○	85.4%	2.0	○	○	○	78.6%	1.6	○	○	○	95.8%	1.3	○
40 クロルブファム	○	○	87.8%	9.4	○	○	○	80.2%	8.5	○	○	○	95.1%	6.4	○
41 クロルフルアズロン	○	○	82.0%	1.7	○	○	○	76.2%	7.3	○	○	○	94.4%	1.9	○
42 クロロクスロン	○	○	71.4%	0.9	○	○	○	82.3%	1.3	○	○	○	98.8%	0.5	○
43 シアゾファミド	○	○	88.3%	1.0	○	○	○	83.1%	2.0	○	○	○	98.5%	0.4	○
44 ジウロン	○	○	88.4%	1.7	○	○	○	80.8%	0.9	○	○	○	97.4%	0.7	○
45 シエノピラフェン	○	○	88.1%	1.6	○	○	○	82.1%	1.9	○	○	○	100.0%	1.2	○
46 シクロエート	○	○	81.8%	5.2	○	○	○	75.6%	5.0	○	○	○	93.5%	2.7	○
47 シクロプロトリン	○	○	82.9%	0.7	○	○	○	78.6%	2.9	○	○	○	96.6%	0.4	○
48 シフルフェナミド	○	○	87.7%	1.7	○	○	○	81.6%	1.5	○	○	○	95.1%	1.8	○
49 ジフルベンズロン	○	○	84.9%	1.7	○	○	○	82.7%	1.1	○	○	○	95.6%	1.3	○
50 シプロジニル	○	○	83.8%	3.2	○	○	○	79.2%	2.8	○	○	○	96.9%	0.8	○
51 シメコナゾール	○	○	84.5%	0.7	○	○	○	82.0%	1.1	○	○	○	94.9%	1.5	○
52 ジメチリモール	○	○	82.5%	1.0	○	○	○	76.5%	1.8	○	○	○	95.5%	2.9	○
53 ジメトモルフ(I)	○	○	84.9%	1.9	○	○	○	86.8%	1.6	○	○	○	95.8%	0.7	○
54 ジメトモルフ(II)	○	○	87.7%	2.3	○	○	○	82.4%	1.2	○	○	○	96.5%	0.8	○
55 スピノシンA	○	○	96.3%	1.4	○	○	○	86.4%	1.2	○	○	○	104.6%	3.8	○
56 スピノシンD	○	○	96.8%	3.0	○	○	○	84.4%	1.2	○	○	○	103.1%	7.0	○
57 ダイムロン	○	○	88.1%	1.7	○	○	○	80.7%	1.7	○	○	○	96.2%	0.5	○
58 チアクロプリド	○	○	86.0%	1.8	○	○	○	81.5%	2.1	○	○	○	99.0%	0.9	○
59 チアベンダゾール	○	○	83.4%	1.8	○	○	○	76.3%	1.7	○	○	○	96.0%	1.9	○
60 チアメトキサム	○	○	84.2%	2.6	○	○	○	79.3%	2.4	○	○	○	92.8%	0.7	○
61 チオジカルブ	○	○	158.2%	2.3	○	○	○	-8.1%	-27.4	×	○	○	205.3%	0.5	×
62 テトラクロルピホス(CVMP)	○	○	84.8%	2.6	○	○	○	78.8%	2.4	○	○	○	94.7%	1.4	○
63 テブチウロン	○	○	85.7%	2.2	○	○	○	79.0%	1.5	○	○	○	95.5%	0.9	○
64 テブフェノジド	○	○	89.6%	4.1	○	○	○	84.6%	1.8	○	○	○	96.4%	2.2	○
65 テフルベンズロン	○	○	91.3%	2.0	○	○	○	97.4%	2.3	○	○	○	114.6%	0.6	○

成分名	レトルトカレー					冷凍ホウレンソウ					緑茶				
	選択性	評価濃度の確認	添加濃度 0.1ppm		総合判定	選択性	評価濃度の確認	添加濃度 0.1ppm		総合判定	選択性	評価濃度の確認	添加濃度 0.1ppm		総合判定
			回収率 (%)	併行精度 (%)				回収率 (%)	併行精度 (%)				回収率 (%)	併行精度 (%)	
			目標値					目標値					目標値		
50~200%	<30%	50~200%	<30%	50~200%	<30%										
66 トリチコナゾール	○	○	83.2%	1.0	○	○	○	81.4%	1.4	○	○	○	93.3%	2.5	○
67 トリフルミゾール	○	○	83.8%	1.4	○	○	○	79.1%	1.4	○	○	○	91.2%	1.0	○
68 トリフルミゾール代謝物	○	○	91.3%	1.4	○	○	○	81.0%	0.3	○	○	○	94.7%	1.8	○
69 トリフルムロン	○	○	81.6%	1.4	○	○	○	81.5%	1.1	○	○	○	94.7%	1.9	○
70 ナプロアニリド	○	○	88.8%	1.5	○	○	○	82.5%	1.8	○	○	○	97.8%	1.1	○
71 ノバルロン	○	○	86.2%	1.7	○	○	○	85.2%	1.7	○	○	○	99.9%	1.5	○
72 バーバン	○	○	91.4%	4.0	○	○	○	81.2%	1.3	○	○	○	99.6%	3.4	○
73 ピラクロストロピン	○	○	87.2%	1.8	○	○	○	81.1%	2.0	○	○	○	96.1%	1.0	○
74 ピラクロニル	○	○	89.1%	1.7	○	○	○	82.3%	1.6	○	○	○	99.0%	0.6	○
75 ピラゾキシフェン	○	○	83.7%	1.3	○	○	○	82.3%	1.8	○	○	○	97.5%	0.9	○
76 ピラゾリネート	○	○	194.0%	1.4	○	○	○	226.0%	1.2	×	○	○	235.8%	1.8	×
77 ピリフタリド	○	○	90.1%	1.0	○	○	○	82.0%	1.9	○	○	○	98.9%	0.2	○
78 ピリミカーブ	○	○	87.3%	2.1	○	○	○	78.9%	0.9	○	○	○	96.6%	1.1	○
79 フェノキサプロップエチル	○	○	87.2%	1.4	○	○	○	81.8%	2.2	○	○	○	98.9%	1.1	○
80 フェノキシカルブ	○	○	86.0%	1.4	○	○	○	82.1%	1.5	○	○	○	98.5%	1.0	○
81 フェリムゾン(E)	○	○	88.3%	2.5	○	○	○	78.6%	3.5	○	○	○	94.8%	0.2	○
82 フェリムゾン(Z)	○	○	88.3%	0.7	○	○	○	82.3%	0.4	○	○	○	100.2%	1.5	○
83 フェンアミドン	○	○	87.4%	2.0	○	○	○	80.8%	1.5	○	○	○	96.9%	1.2	○
84 フェンピロキシメート(E体)	○	○	82.2%	1.2	○	○	○	78.9%	1.8	○	○	○	93.5%	1.2	○
85 フェンピロキシメート(Z体)	○	○	84.2%	1.4	○	○	○	80.3%	1.9	○	○	○	95.1%	0.6	○
86 ブタフェナシル	○	○	87.8%	2.4	○	○	○	82.7%	2.1	○	○	○	97.6%	1.2	○
87 フラチオカルブ	○	○	107.6%	1.9	○	○	○	71.7%	1.8	○	○	○	127.0%	0.8	○
88 フラメトビル	○	○	87.9%	2.0	○	○	○	81.6%	1.6	○	○	○	97.2%	0.5	○
89 フルオピコリド	○	○	89.1%	1.5	○	○	○	83.8%	2.0	○	○	○	99.1%	1.2	○
90 フルオメツロン	○	○	88.5%	1.8	○	○	○	81.1%	0.6	○	○	○	97.1%	0.3	○
91 フルフェナセット	○	○	87.6%	1.5	○	○	○	82.9%	2.1	○	○	○	98.5%	0.6	○
92 フルフェノクスロン	○	○	82.3%	1.6	○	○	○	78.5%	1.0	○	○	○	94.0%	0.5	○
93 フルリドン	○	○	89.4%	2.3	○	○	○	81.7%	2.4	○	○	○	99.1%	1.3	○
94 プロバキサザホップ	○	○	86.5%	1.5	○	○	○	81.3%	0.9	○	○	○	96.1%	0.4	○
95 ヘキサフルムロン	○	○	83.2%	1.0	○	○	○	86.7%	1.6	○	○	○	101.0%	1.9	○
96 ヘキシチアゾクス	○	○	77.6%	2.0	○	○	○	78.4%	1.6	○	○	○	94.2%	0.7	○
97 ベンシクロン	○	○	85.4%	2.1	○	○	○	79.3%	1.4	○	○	○	95.2%	0.9	○
98 ベンゾフェナップ	○	○	82.8%	2.8	○	○	○	81.0%	1.3	○	○	○	95.5%	0.7	○
99 ベンダイオカルブ	○	○	89.8%	2.1	○	○	○	82.2%	1.5	○	○	○	98.1%	1.1	○
100 ベンチアバリカルブイソプロピル	○	○	87.5%	2.1	○	○	○	82.1%	2.6	○	○	○	96.9%	0.4	○
101 ベンチオピラド	○	○	87.1%	1.6	○	○	○	83.6%	1.4	○	○	○	99.9%	0.4	○
102 ベントキサゾン	○	○	83.9%	3.5	○	○	○	85.5%	3.5	○	○	○	97.2%	5.6	○
103 ホキシム	○	○	86.0%	2.5	○	○	○	79.7%	0.9	○	○	○	92.7%	0.9	○
104 ボスカリド	○	○	83.0%	1.7	○	○	○	81.1%	2.4	○	○	○	97.3%	0.9	○
105 マンジプロバミド	○	○	89.6%	2.4	○	○	○	82.4%	1.3	○	○	○	97.8%	0.4	○
106 ミルベメクチンA3	○	○	72.8%	2.2	○	○	○	70.1%	2.2	○	○	○	81.6%	1.4	○
107 ミルベメクチンA4	○	○	74.4%	1.5	○	○	○	68.8%	0.8	○	○	○	82.1%	1.0	○
108 メソミル	○	○	69.6%	1.8	○	○	○	98.1%	0.9	○	○	○	74.7%	0.4	○
109 メソミルオキシム	○	○	77.3%	3.9	○	○	○	73.4%	1.6	○	○	○	85.3%	3.0	○
110 メタベンズチアズロン	○	○	87.0%	1.7	○	○	○	79.4%	1.1	○	○	○	95.7%	0.7	○
111 メチオカルブ	○	○	86.5%	1.4	○	○	○	81.3%	1.5	○	○	○	96.6%	0.8	○
112 メチオカルブスルホキシド	○	○	83.0%	2.0	○	○	○	78.4%	1.8	○	○	○	94.5%	0.5	○
113 メチオカルブスルホン	○	○	89.0%	2.0	○	○	○	83.1%	2.0	○	○	○	95.1%	1.2	○
114 メトキシフェノジド	○	○	88.7%	3.1	○	○	○	83.4%	1.3	○	○	○	101.4%	1.2	○
115 メパニピリム	○	○	78.6%	0.7	○	○	○	81.3%	1.2	○	○	○	98.2%	0.9	○
116 メパニピリム代謝物	○	○	86.2%	2.3	○	○	○	79.0%	1.6	○	○	○	94.9%	0.7	○
117 モノリニューロン	○	○	86.4%	1.6	○	○	○	80.5%	1.7	○	○	○	97.5%	0.8	○
118 ラクトフェン	○	○	87.0%	1.7	○	○	○	82.7%	1.2	○	○	○	97.6%	0.4	○
119 リニューロン	○	○	85.9%	1.6	○	○	○	79.7%	0.7	○	○	○	95.0%	0.6	○
120 ルフェスロン	○	○	85.9%	2.9	○	○	○	83.0%	1.9	○	○	○	99.2%	1.7	○
適合数	120	120			120	120	120			117	120	120			116

- 1) 選択性、評価濃度の確認欄の、「○」は確認、「×」は確認されなかったことを示す。
- 2) 回収率、併行精度が、目標値を満たさなかったものは塗りつぶして示す。
- 3) 総合評価欄の、「○」は評価項目すべてに適合、「×」は評価項目のうち不適合の項目があったことを示す。

表3 LC-MS/MS対象成分(2)及びその性能評価結果

成分名	レトルトカレー					冷凍ホウレンソウ					緑茶				
	選択性	評価濃度の確認	添加濃度 0.1ppm		総合判定	選択性	評価濃度の確認	添加濃度 0.1ppm		総合判定	選択性	評価濃度の確認	添加濃度 0.1ppm		総合判定
			回収率 (%)	併行精度 (%)				回収率 (%)	併行精度 (%)				回収率 (%)	併行精度 (%)	
			目標値					目標値					目標値		
50~200%	<30%	50~200%	<30%	50~200%	<30%										
1 2,4-D	○	○	85.6%	0.5	○	○	○	79.6%	7.9	○	○	○	94.5%	5.1	○
2 4-クロロフェノキシ酢酸(4-CPA)	○	○	86.8%	2.5	○	○	○	75.3%	2.5	○	○	○	93.1%	0.8	○
3 MCPA	○	○	89.6%	1.7	○	○	○	80.6%	5.1	○	○	○	91.8%	1.2	○
4 MCPB	○	○	87.2%	2.9	○	○	○	74.8%	1.5	○	○	○	87.7%	3.0	○
5 アイオキシニル	○	○	92.5%	0.5	○	○	○	80.9%	1.1	○	○	○	96.6%	0.9	○
6 アシフルオルフェン	○	○	91.2%	2.9	○	○	○	79.5%	3.2	○	○	○	94.2%	1.3	○
7 アジムスルフロ	○	○	93.8%	2.4	○	○	○	84.3%	2.3	○	○	○	98.0%	0.4	○
8 イオドスルフロメチル	○	○	98.8%	3.8	○	○	○	95.4%	3.3	○	○	○	100.9%	0.5	○
9 イマザキン	○	○	86.7%	2.8	○	○	○	76.7%	2.6	○	○	○	91.5%	1.1	○
10 イマゾスルフロ	○	○	98.4%	3.1	○	○	○	87.6%	1.5	○	○	○	100.3%	0.9	○
11 エタメツルフロメチル	○	○	92.3%	1.9	○	○	○	83.0%	2.4	○	○	○	97.6%	0.9	○
12 エトキシスルフロ	○	○	103.9%	1.8	○	○	○	93.7%	1.6	○	○	○	108.0%	1.9	○
13 クロジナホップ	○	○	84.4%	1.9	○	○	○	79.1%	2.8	○	○	○	92.7%	1.4	○
14 クロフェンセット	○	○	76.5%	1.4	○	○	○	66.9%	1.4	○	○	○	74.9%	0.9	○
15 クロプロップ	○	○	88.7%	8.5	○	○	○	81.0%	7.0	○	○	○	90.4%	2.1	○
16 クロランスラムメチル	○	○	80.8%	2.4	○	○	○	75.8%	1.8	○	○	○	86.3%	2.0	○
17 クロリムロンエチル	○	○	90.0%	5.7	○	○	○	82.6%	1.9	○	○	○	85.4%	8.8	○
18 クロルスルフロ	○	○	95.7%	1.9	○	○	○	90.6%	3.2	○	○	○	98.2%	1.3	○
19 ジクロスラム	○	○	80.3%	2.2	○	○	○	74.0%	1.0	○	○	○	83.4%	0.6	○
20 シクロスルファミロン	○	○	97.2%	2.1	○	○	○	86.9%	1.6	○	○	○	101.8%	1.0	○
21 ジクロプロップ	○	○	94.6%	4.4	○	○	○	76.8%	2.6	○	○	○	93.6%	0.9	○
22 シノスルフロ	○	○	94.5%	2.2	○	○	○	83.3%	2.4	○	○	○	98.9%	1.1	○
23 ジベレリン	○	○	88.2%	2.2	○	○	○	75.8%	2.8	○	○	○	69.9%	3.9	○
24 スルフェントラゾン	○	○	91.6%	3.8	○	○	○	86.2%	4.3	○	○	○	99.5%	1.6	○
25 スルホスルフロ	○	○	97.2%	3.1	○	○	○	86.6%	2.9	○	○	○	99.5%	0.7	○
26 チフェンスルフロメチル	○	○	94.4%	2.5	○	○	○	86.9%	1.9	○	○	○	99.4%	1.2	○
27 トリアスルフロ	○	○	95.3%	2.3	○	○	○	88.4%	1.0	○	○	○	99.9%	0.3	○
28 トリクロピル	○	○	88.9%	5.5	○	○	○	75.2%	3.3	○	○	○	99.2%	5.5	○
29 トリフルスルフロメチル	○	○	99.7%	2.4	○	○	○	89.4%	1.9	○	○	○	103.4%	2.0	○
30 トリフロキシスルフロ	○	○	99.7%	1.9	○	○	○	86.8%	2.2	○	○	○	102.0%	0.4	○
31 トリベヌロンメチル	○	○	138.6%	1.2	○	○	○	134.4%	3.0	○	○	○	149.7%	1.6	○
32 ナブラタム	○	○	137.5%	1.9	○	○	○	131.3%	3.2	○	○	○	153.8%	2.2	○
33 ハロキシホップ	○	○	83.9%	1.2	○	○	○	78.6%	2.0	○	○	○	91.6%	1.1	○
34 ハロスルフロメチル	○	○	93.7%	2.8	○	○	○	87.0%	2.8	○	○	○	100.1%	1.1	○
35 ピラゾスルフロエチル	○	○	92.6%	2.4	○	○	○	77.9%	1.9	○	○	○	73.3%	2.2	○
36 フェンヘキサミド	○	○	71.2%	3.3	○	○	○	78.7%	0.9	○	○	○	60.8%	6.5	○
37 フラザスルフロ	○	○	99.5%	3.1	○	○	○	87.6%	0.9	○	○	○	102.5%	1.3	○
38 ブリミスルフロメチル	○	○	106.0%	3.6	○	○	○	96.0%	3.3	○	○	○	111.7%	2.0	○
39 フルアジホップ	○	○	86.1%	3.0	○	○	○	77.4%	5.6	○	○	○	93.7%	1.1	○
40 フルメツラム	○	○	90.1%	2.4	○	○	○	81.9%	2.6	○	○	○	96.3%	0.9	○
41 フルロキシピル	○	○	90.1%	2.1	○	○	○	60.1%	2.0	○	○	○	69.6%	7.6	○
42 プロスルフロ	○	○	98.0%	2.3	○	○	○	88.7%	2.1	○	○	○	102.5%	1.5	○
43 プロボキシカルバゾン	○	○	97.5%	2.6	○	○	○	84.6%	1.6	○	○	○	99.3%	1.5	○
44 プロモキシニル	○	○	93.4%	1.6	○	○	○	81.5%	4.6	○	○	○	98.2%	2.1	○
45 フロラスラム	○	○	90.2%	2.6	○	○	○	89.1%	1.9	○	○	○	95.0%	0.9	○
46 ベノキスラム	○	○	99.3%	2.8	○	○	○	84.9%	3.1	○	○	○	98.2%	0.8	○
47 ベンスルフロメチル	○	○	98.2%	2.0	○	○	○	87.9%	2.3	○	○	○	102.6%	1.2	○
48 ホメサフェン	○	○	89.1%	3.3	○	○	○	81.7%	3.1	○	○	○	96.1%	0.9	○
49 ホラムスルフロ	○	○	99.8%	2.4	○	○	○	90.4%	2.2	○	○	○	105.4%	0.4	○
50 ホルクロルフェニユロン	○	○	87.8%	1.2	○	○	○	81.6%	1.6	○	○	○	96.5%	2.3	○
51 メコプロップ	○	○	90.0%	0.8	○	○	○	80.3%	6.6	○	○	○	93.1%	1.4	○
52 メソスルフロメチル	○	○	95.7%	2.2	○	○	○	92.0%	2.9	○	○	○	101.5%	1.0	○
53 メトスラム	○	○	95.2%	2.8	○	○	○	83.4%	2.6	○	○	○	99.2%	1.0	○
54 メトスルフロメチル	○	○	94.5%	2.9	○	○	○	85.9%	2.2	○	○	○	97.7%	1.8	○
適合数	54	54			54	54	54			54	54	54			54

1) 選択性、評価濃度の確認欄の、「○」は確認、「×」は確認されなかったことを示す。  
 2) 回収率、併行精度が、目標値を満たさなかったものは塗りつぶして示す。  
 3) 総合評価欄の、「○」は評価項目すべてに適合、「×」は評価項目のうち不適合の項目があったことを示す。



## 2・3 試薬等

農薬混合標準液は富士フィルム和光純薬(株)製及び林純薬工業(株)製を使用し、農薬混合標準液に含まれていない標準品は富士フィルム和光純薬(株)製、林純薬工業(株)製、Dr.Ehrenstorfer 製及びSigma-Aldrich Co. LLC 製を使用した。

試薬はアセトニトリル、アセトン、n-ヘキサン、ぎ酸、メタノールは残留農薬試験・PCB 試験用又はLC/MS用、D-グルコノ-1, 5-ラクトン及び酢酸アンモニウムは試薬特級、D-ソルビトールは試薬一級を使用した。精製水は超純水 (Mili-Q水) を使用した。

QuEChERS抽出塩パック (硫酸マグネシウム 4g, 塩化ナトリウム 1g, クエン酸三ナトリウム 1g 及びクエン酸二ナトリウム 1.5水和物 0.5g 含有) 及びQ-sep QuEChERS (抽出液精製用 dSPE) (硫酸マグネシウム 1200mg, PSA400mg, C18 400mg 及びGCB400mg 含有) はRestek 製を使用した。

セラミックホモジナイザはアジレント・テクノロジー(株)製BondElut QuEChERS 50mL チューブ用を使用した。

固相カラムはジーエルサイエンス(株)製 InertSep AL-N/VRA-PR (400mg/1600mg/6 mL) を使用した。

## 2・4 標準溶液の調製

富士フィルム和光純薬(株)製及び林純薬工業(株)製の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またはアセトニトリルで溶解し200 $\mu$ g/mL 溶液を調製し標準原液とした。農薬混合標準液と標準原液を混合希釈し、混合標準液を作製した。

## 2・5 装置及び測定条件

緊急時に迅速に対応できるように、当センターでの農産物の残留農薬試験法を参考とした。

### (1) GC-MS/MS

装置及び測定条件を表 4 に示す。

### (2) LC-MS/MS

表 2 の成分について装置及び測定条件を表 5 に、表 3 の成分について装置及び測定条件を表 6 にそれぞれ示す。

## 2・6 定量

標準液及び試験溶液それぞれを注入し、得られたピーク面積から絶対検量線法により定量した。

### (1) GC-MS/MS

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 標準液を調製した。

### (2) LC-MS/MS

表 2 の成分については、混合標準液をアセトニトリルで適宜希釈し、検量線用の 2~40ng/mL 標準液を調製した。表 3 の成分については、混合標準液を 2% ぎ酸含有アセトニトリル/水 (9:1) 混液で適宜希釈し、検量線用の 2.5~50ng/mL 標準液を調製した。

表 4 GC-MS/MS測定条件

GC条件	
装置:	アジレント・テクノロジー(株)製 7890
カラム:	アジレント・テクノロジー(株)製 VF-5ms (0.25mm $\times$ 30m, 膜厚0.25 $\mu$ 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)
注入量:	1 $\mu$ L + Analyte Protectants (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) 0.5 $\mu$ L のサンドイッチ注入
注入方法:	パルスドスプリットレス (バージ 1分)
注入口温度:	250 $^{\circ}$ C
キャリアーガス:	ヘリウム
キャリアーガス流量:	リテンションタイムロッキング機能を使用 クロルピリホスメチルの保持時間が17.469分になるように設定
MS/MS条件	
装置:	アジレント・テクノロジー(株)製 7000D
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
コリジョンガス:	N <sub>2</sub> 1.5mL/min
Heクエンチンガス:	2.25mL/min
測定モード:	MRM
イオン源クリーニング:	H <sub>2</sub> 0.47mL/min

表 5 LC-MS/MS測定条件 (1) (LC-MS/MS測定溶液①)

LC条件	
装置:	アジレント・テクノロジー(株)製 1260Infinity
カラム:	アジレント・テクノロジー(株)製 Poroshell 120 EC-C18 (2.1mm $\phi$ $\times$ 100mm, 粒径2.7 $\mu$ m)
カラム温度:	40 $^{\circ}$ C
移動相:	A液 5mmol/L酢酸アンモニウム溶液 B液 メタノール
流速:	0.3mL/min
グラジエント:	B液: 10%(0min) $\rightarrow$ 50%(2min) $\rightarrow$ 98%(18-25min) $\rightarrow$ 10%(25.01-35min)
注入量:	1 $\mu$ L
MS/MS条件	
装置:	アジレント・テクノロジー(株)製 6460
イオン化法:	AJS (ESI法 (ポジティブ測定))
ネプライザー:	N <sub>2</sub> 50psi
ドライガス:	N <sub>2</sub> 10L/min 300 $^{\circ}$ C
キャピラリー:	+3,500V
シースーガス:	12L/min 400 $^{\circ}$ C
測定モード:	Dynamic MRM

表 6 LC-MS/MS測定条件 (2) (LC-MS/MS測定溶液②)

LC条件	
装置:	アジレント・テクノロジー(株)製 1260Infinity
カラム:	アジレント・テクノロジー(株)製 Poroshell 120 EC-C18 (2.1mm $\phi$ $\times$ 100mm, 粒径2.7 $\mu$ m)
カラム温度:	40 $^{\circ}$ C
移動相:	A液 5mmol/L酢酸アンモニウム溶液 B液 メタノール
流速:	0.3mL/min
グラジエント:	B液: 10%(0min) $\rightarrow$ 98% (13-20min) $\rightarrow$ 10%(20.01-30min)
注入量:	1 $\mu$ L
MS/MS条件	
装置:	アジレント・テクノロジー(株)製 6460
イオン化法:	AJS (ESI法 (ポジティブ及びネガティブ測定))
ネプライザー:	N <sub>2</sub> 50psi
ドライガス:	N <sub>2</sub> 10L/min 300 $^{\circ}$ C
キャピラリー:	+2,500V, -2,500V
シースーガス:	12L/min 400 $^{\circ}$ C
測定モード:	Dynamic MRM

### 2・7 試験溶液の調製

試験溶液の調製方法を図1に示す。

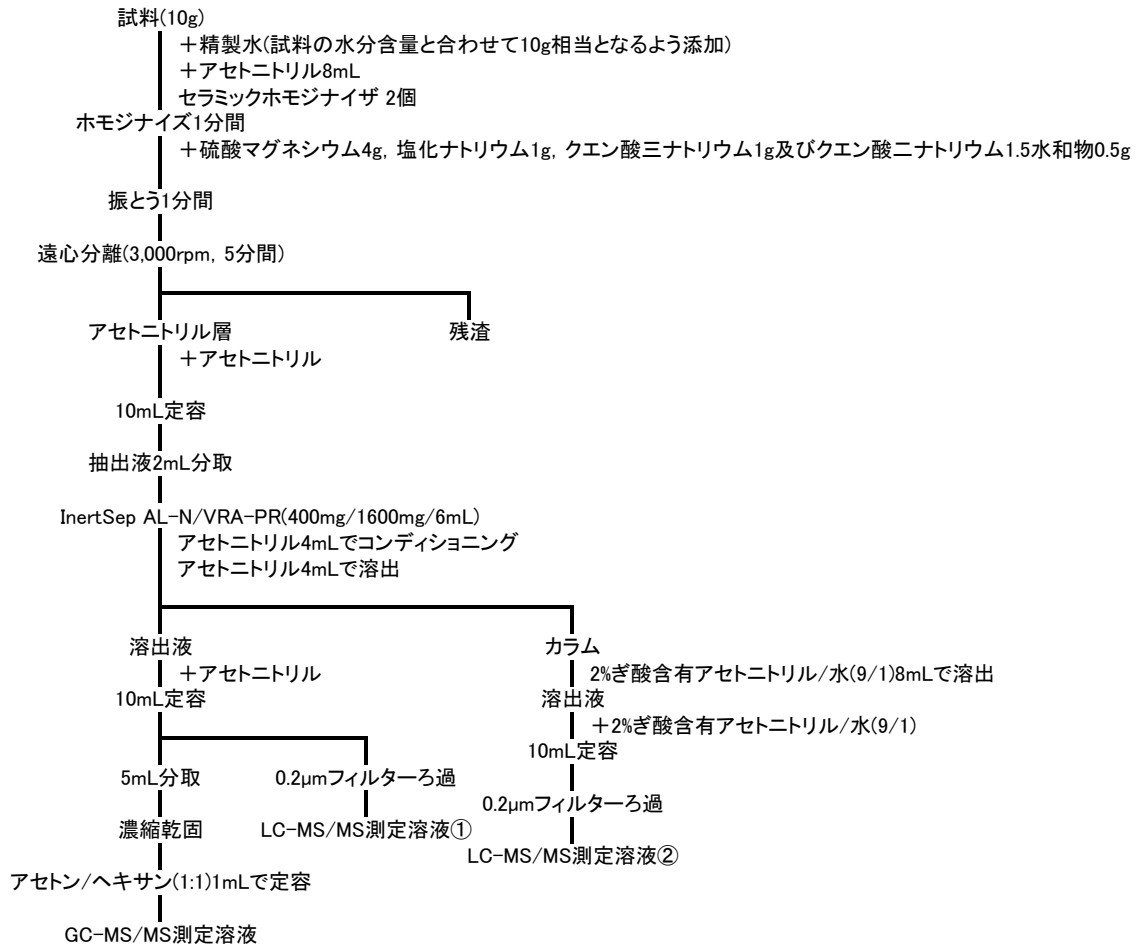


図1 試験溶液の調製

### 2・8 性能評価

事務連絡に基づき性能評価を行った。各対象成分が0.1mg/kgとなるように混合標準液をブランク試料10gに添加して、30分間放置し、添加回収試験を実施した。試験は3併行で実施し、表7に示す4種類の性能パラメータの目標値との適合を確認した。

表7 性能評価における性能パラメータ及び目標値

性能パラメータ	目標値
選択性	ブランク試料を分析し、測定を妨害するピーク(妨害ピーク)がないこと。妨害ピークを認める場合には、添加濃度0.1mg/kgに相当するピークの面積の1/3未満であること。
回収率	得られた濃度の平均値の添加濃度0.1mg/kgに対する比を回収率とし、目標値は50%~200%
併行精度	回収率の評価で得られた濃度の相対標準偏差を求め、目標値はRSD%<30
評価濃度の確認	回収率の評価で得られた対象農薬のピークがS/N比≧10であること

## 3 結果と考察

今回、分析方法について、抽出方法及び精製方法を検討した。精製方法については、新たに2つの方法を選定し、添加回収試験を実施し、決定した。検討した分析方法について、性能評価を実施した。

### 3・1 分析方法の検討

#### (1) 抽出方法の検討

当センターでは、農産物の残留農薬試験において、試料に抽出溶媒を加え、ウルトラディスパーザーを用いてホモジナイズし、遠心分離を行った後、その上清を抽出液としているが、今回は農産物の残留農薬試験において、簡易で迅速な分析前処理法であるQuEChERS法を検討した。QuEChERS法の抽出方法は、試料に抽出溶媒を加え、セラミックホモジナイザを用いてホモジナイズし、抽出塩パックを加え、振とう、遠心分離を行った後、その上清を抽出液としている。実際にQuEChERS法の抽出操作を確認したところ、当センターの抽出方法よりも簡易で迅速に行えると考えられたことから、QuEChERS

法の抽出方法を用いることとした。

(2) 精製方法の検討

当センターでは、農産物の残留農薬（433成分）試験法は、「GC/MSによる農薬等の一斉試験法（農産物）」<sup>2)</sup>、「LC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅰ（農産物）」及び「LC/MSによる農薬等の一斉試験法Ⅱ（農産物）」に準拠している。

これらの試験法における一連の作業手順では、固相カラムを用いた精製操作が2回必要となっていることから、より操作の簡略化を図るため、同時に精製が可能となる方法として、次の2法について検討を行った。

ア QuEChERS法による固相を用いた精製方法

QuEChERS法による固相を用いた精製方法（固相分散法）を検討した。抽出後の操作フローを図2に示す。Q-sep QuEChERSに抽出溶液6mLを加え、1分間振とう、5分間3000rpm遠心分離を行い、アセトニトリル層を1mL分取、濃縮乾固を行った後、アセトン/ヘキサン（1：1）混液1mLに転溶したものをGC-MS/MS

試験溶液とした。次に、遠心分離後のアセトニトリル層を0.2μmメンブランフィルターでろ過し、アセトニトリルで5倍希釈したものをLC-MS/MS試験溶液とした。

イ 固相カラム（InertSep AL-N/VRA-PR）を用いた精製方法

固相カラム（InertSep AL-N/VRA-PR）（AL-Nの下にC18・SAX・PSA3種類のクリーンアップ剤を混合した充填剤を積層したもの）を用いた精製方法を検討した。国枝らは抽出にQuEChERS法、精製に固相カラム（InertSep AL-N/VRA-PR）を用いた分析法を報告<sup>3)</sup>している。精製以後の操作フローを図3に示す。抽出液2mLを固相カラムに通し、最初にアセトニトリル4mLで溶出し、次に2%ぎ酸含有アセトニトリル/水（9：1）8mLで溶出する。最初のアセトニトリル溶出液はアセトニトリルで10mLに定容し、5mL分取後、濃縮乾固し、アセトン/ヘキサン（1：1）1mLで定容したものをGC-MS/MS測定溶液とした。残りのアセトニトリル溶液5mLは0.2μmメンブランフィルターでろ

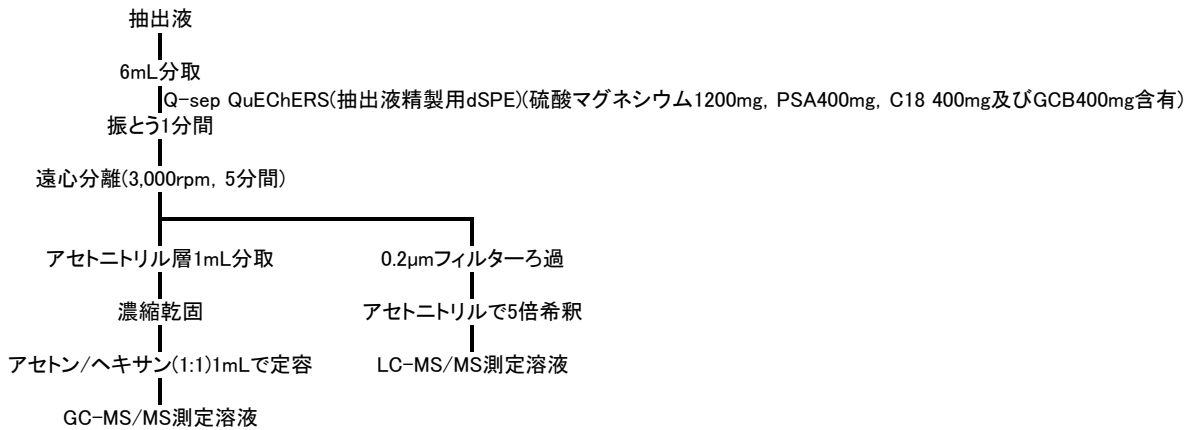


図2 QuEChERS法による固相を用いた精製方法

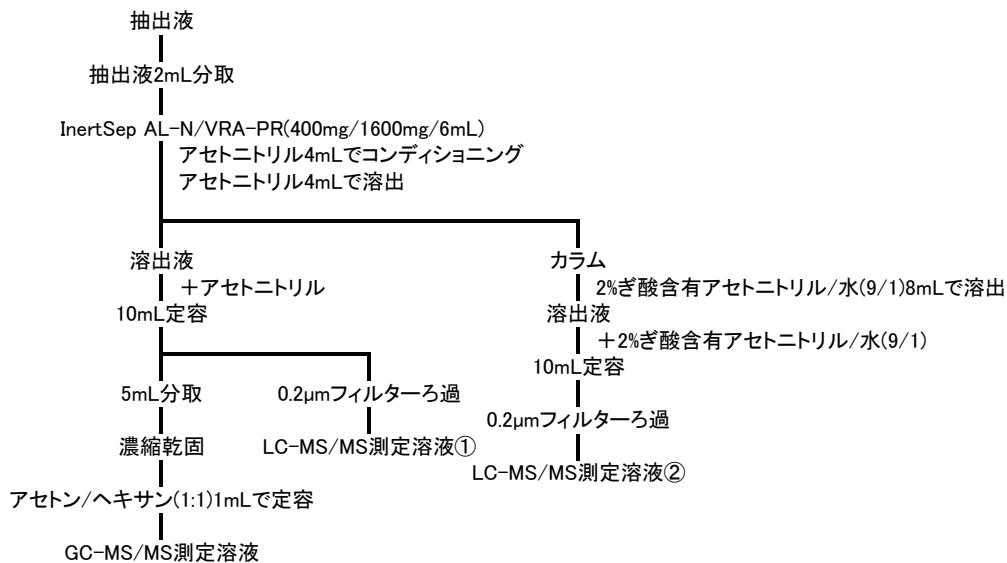


図3 固相カラム（InertSep AL-N/VRA-PR）を用いた精製方法

過し、LC-MS/MS測定溶液①とした。2% ぎ酸含有アセトニトリル/水（9：1）溶出液は2% ぎ酸含有アセトニトリル/水（9：1）で10mLに定容後、0.2 $\mu$ mメンブランフィルターでろ過し、LC-MS/MS測定溶液②とした。

### 3・2 添加回収試験結果

添加回収試験に用いる試料は冷凍ギョーザとした。3・1(1)で検討した抽出方法により抽出液を調製し、アセトニトリルで10mLに定容する際に各成分が100ng/mLになるよう表1、表2及び表3の成分を添加した。この抽出液を①精製をしない場合、②QuEChERS法による固相を用いて精製した場合、③固相カラム（InertSep AL-N/VRA-PR）を用いて精製した場合について添加回収試験を実施した。試験は3併行で実施した。

GC-MS/MS対象成分の添加回収率を表8、LC-MS/MS対象成分の添加回収率を表9に示す。なお、スピノシンA及びスピノシンDはLC-MS/MS測定溶液①及び②両方から検出されたことから、両溶液を測定し回収率を合計して評価した。また、ホルクロルフェニユロンはLC-MS/MS測定溶液①からのみ検出されたことから、LC-MS/MS測定溶液①を測定し回収率を評価した。回収率が70～120%の範囲を見ると、GC-MS/MS対象成分では①の場合が190成分、②の場合が154成分、③の場合が247成分と③の固相カラム（InertSep AL-N/VRA-PR）で精製した場合が最も多かった。また、LC-MS/MS対象成分では①の場合が164成分、②の場合が75成分、③の場合が168成分と、GC-MS/MS対象成分の結果と同様に③の場合が最も多かった。この結果、固相カラム（InertSep AL-N/VRA-PR）による精製方法を用いることとした。

### 3・3 性能評価結果

性能評価に用いる試料はレトルトカレー、冷凍ホウレンソウ及びペットボトル入りの緑茶とした。検討した分析法（図1）について性能評価を行った結果を表1～3

に示す。

#### (1) 選択性

ブランク試料を分析法に従って分析したところ、3加工食品全てにおいて、測定を妨害するピークがないことを確認した。

#### (2) 回収率

3加工食品全てにおいて目標値に適合しなかった成分は、カルボスルファン及びスピロキサミン（異性体1、2）であった。

#### (3) 併行精度

3加工食品全てにおいて目標値に適合しなかった成分はなかった。

#### (4) 評価濃度の確認

回収率の評価で得られた対象成分のピークがS/N比 $\geq 10$ であることを確認した。

対象433成分のうち、全ての性能パラメータ目標値に適合した成分は、レトルトカレーでは427成分（98.6%）、冷凍ホウレンソウでは427成分（98.6%）及びペットボトル入りの緑茶では427成分（98.6%）あった。

3加工食品全てにおいて、回収率の目標値に適合しなかったカルボスルファン及びスピロキサミン（異性体1、2）は、冷凍ギョーザを用いた精製方法の検討段階において、固相カラム（InertSep AL-N/VRA-PR）を用いて精製を行った場合の回収率がそれぞれ7.8%及び4.4%であった。一方、未精製の溶液を測定した場合の回収率がそれぞれ94.4%及び132.2%であったことから、これら2成分に対しては、精製に固相カラム（InertSep AL-N/VRA-PR）を用いることができないと考えられる。

検討した分析法は、3加工食品いずれも98%以上の成分が目標値に適合しており、今回の対象成分が加工食品へ混入される事件が発生した際に、簡易で精度高く成分を特定及び定量できることが示唆された。

表8 添加回収試験結果(GC-MS/MS対象成分)

精製法	回 収 率				
	<50%	50～70%	70～120%	120～200%	200%<
①精製なし	12	6	190	48	3
②QuEChERS法による固相	56	46	154	3	0
③固相カラム (InertSep AL-N/VRA-PR)	3	2	247	6	1

表9 添加回収試験結果(LC-MS/MS対象成分)

精製法	回 収 率				
	<50%	50～70%	70～120%	120～200%	200%<
①精製なし	2	2	164	6	0
②QuEChERS法による固相	75	24	75	0	0
③固相カラム (InertSep AL-N/VRA-PR)	2	2	168	2	0

#### 4 ま と め

- (1) 加工食品中における通常より高濃度の、農薬の有無を判断することを目的とし、簡易で精度の高い一斉分析法の検討を行った。
- (2) 検討した分析法の装置及び測定条件については、緊急時に迅速に対応できるように、当センターでの農産物の残留農薬試験法を参考とした。
- (3) 冷凍ギョーザ抽出液を用い、精製方法を検討したところ、固相カラム (InertSep AL-N/VRA-PR) を用いる精製方法が70～120%の範囲に入る対象成分が最も多かった。このことから固相カラム (InertSep AL-N/VRA-PR) を用いることとした。
- (4) レトルトカレー、冷凍ハウレンソウ及びペットボトル入りの緑茶を用い、検討した分析法について性能評価を行ったところ、3加工食品いずれも対象433成分のうち98%以上の成分が目標値に適合した。
- (5) 検討した分析法は、今回の対象成分が加工食品へ混入される事件が発生した際に、簡易で精度高く成分を特定及び定量できることが示唆された。

#### 文 献

- 1) 厚生労働省医薬食品局食品安全部基準審査課長事務連絡：加工食品中に高濃度に含まれる農薬等の迅速検出法について、平成25年3月26日
- 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、平成17年1月24日
- 3) 国枝 巧, 陳 杏玲, 高柳 学, 太田 茂徳：残留農薬用迅速前処理カートリッジを用いた加工食品中の残留農薬分析法の検討, 第46回農薬残留分析研究会要旨集 2023, P179-183 (2023)