

2) 健康危機に対応した加工食品中の農薬迅速分析法の検討

山本 理世 吉田 達雄* 西名 武士 飛野 敏明 村川 弘

要旨

健康危機に対応した加工食品中の農薬迅速分析法の開発を目的として、当所で開発した農産物中残留農薬迅速分析法（SFE-GC/MS 法及び溶媒抽出-LC/MS/MS 法）の加工食品への適用について検討した。

SFE-GC/MS 法にアセトニトリル／ヘキサン分配を加えることにより、加工食品中に多量に含まれる脂質を効果的に除去することができ、溶媒抽出-LC/MS/MS 法と合わせて農薬555成分中540成分について良好な回収率（回収率50～200%，RSD<30）が得られた。本法は加工食品中の農薬混入事件事故の原因究明に非常に有用な手法であると考えられる。

キーワード：加工食品，農薬迅速分析，SFE，GC/MS，LC/MS/MS

はじめに

平成20年に中国産冷凍餃子に混入した農薬メタミドホス（有機リン系殺虫剤）を原因とする中毒事例が発生し、また、平成25年12月には冷凍食品に混入した農薬マラチオン（有機リン系殺虫剤）により、全国で健康被害の訴えが相次ぐなど加工食品の安全性が大きな社会問題となっている。

一般的に農薬による中毒は、その特性上健康被害が比較的短時間で現れ、重篤な場合が多く、加工食品に混入された場合その社会的影響も大きいことから、被害拡大の防止、患者の早期治療等の観点から迅速な原因物質の特定が求められる。また、混入が想定される農薬は数百種類に上ることから、当所においても健康危機に対応した加工食品中の農薬迅速分析法の確立が急務となっている。

当所では、超臨界流体抽出（SFE）-GC/MS法¹⁾（以下「SFE-GC/MS法」という。）と溶媒抽出-LC/MS/MS法²⁾を併用した農産物中残留農薬迅速分析法を研究・開発しているが、脂質の影響を受けにくいLC/MS/MS

での分析に対し、GC/MSでの分析は脂質の影響を受けやすく、SFE-GC/MS法は一般に脂質を多量に含有する加工食品への適用は困難であると考えられた。

そこで今回、SFE-GC/MS法に脂質の除去を目的として、アセトニトリル／ヘキサン分配を加えた分析法（以下「改良法」という。）の検討を行い、さらに改良法と溶媒抽出-LC/MS/MS法を併用した迅速分析法（以下「併用法」という。）の加工食品への適用性を確認した。

また、併用法について、農薬555成分を対象に「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」³⁾（以下「検出法事務連絡」という。）に基づく性能評価を行ったところ、良好な結果が得られたので報告する。

実験方法

1 試薬

農薬標準品は林純薬工業製、関東化学製、和光純薬工業製、Dr.Ehrenstorfer GmbH製、sigma-aldrich製を用い、アセトン又はメタノールにより適宜希釈して標準溶液

* 現熊本県北広域本部鹿本地域振興局農林部

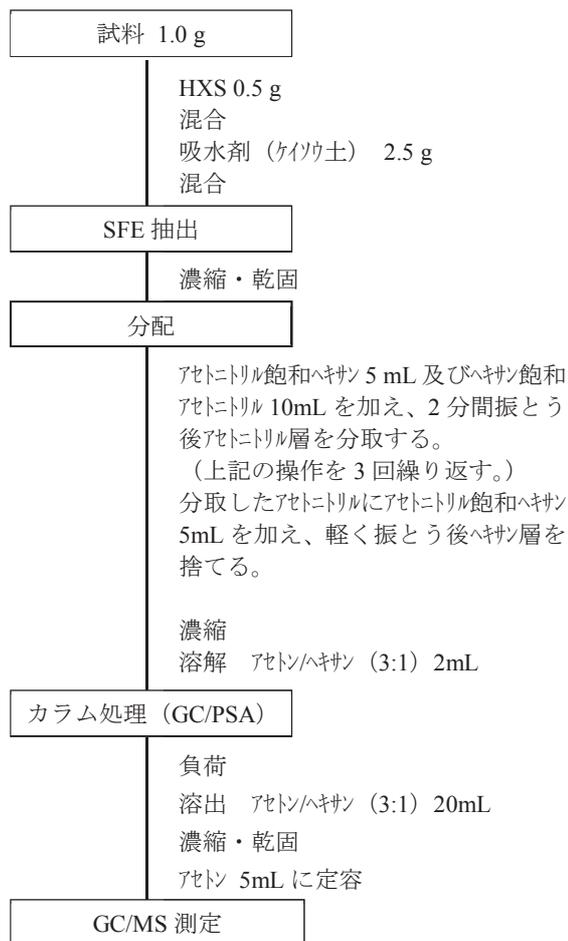


図 1 改良法フロー

とした。

2 試料の調製

分析対象農薬が不検出であることを確認した市販の冷凍ピザ（主な原材料：小麦粉，ナチュラルチーズ，ソフトサラミソーセージ，野菜，トマトペースト，米粉，植物油脂）を乳鉢中で粉砕・均質化したものを用いた。

2.1 改良法用試料

GC/MS分析対象農薬381成分の農薬標準混合溶液を、均質化した試料に 0.5 mg kg^{-1} の濃度となるように添加し、改良法用試料とした。

2.2 溶媒抽出-LC/MS/MS法用試料

LC/MS/MS分析対象農薬294成分の農薬標準混合溶液を、均質化した試料に 0.4 mg kg^{-1} の濃度となるように添加し、溶媒抽出-LC/MS/MS法用試料とした。

なお、GC/MS及びLC/MS/MS測定対象農薬には重複する成分が120成分含まれるため、測定対象農薬成分数は合計555成分となった。

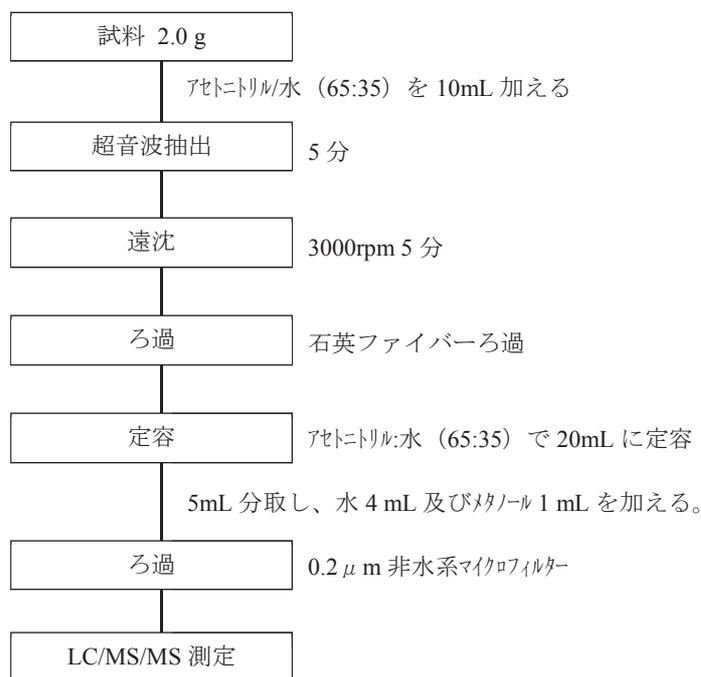


図 2 溶媒抽出-LC/MS/MS 法フロー

3 改良法による測定

3.1 改良法用試験溶液調製

2.1 で調製した試料1.0gに1-ヘキサンスルホン酸ナトリウム (HXS) 0.5 gを加え混和した。これに吸水剤 (ケイソウ土) 2.5 gを加え、スパーテルで碎きながら混和した後、抽出容器に入れ、超臨界流体抽出 (40°C , 2000 psi, リストリクター温度 60°C , スタティック 15分, ダイナミック 15分, CO_2 流量 $3\sim 4 \text{ mL min}^{-1}$, 捕集溶剤：アセトン) を行った。抽出物をアセトン 20 mLで捕集した後、エバポレーターで減圧濃縮し、窒素気流下で乾固した。乾固した抽出物をアセトニトリル飽和ヘキサン5 mLに溶解し、ヘキサン飽和アセトニトリル10 mLを加え、2分間振とうした。下層部 (アセトニトリル層) を分取後、再度ヘキサン飽和アセトニトリル10 mLを加えた。

同様の操作を3回繰り返す、分取溶液をすべて合わせた。分取溶液にアセトニトリル飽和ヘキサン5 mLを加え、軽く振とうし、上澄み (ヘキサン層) を除去後、

エバポレーターで減圧濃縮した。残渣をアセトン/ヘキサン (3:1) 混液2 mLに溶解し、あらかじめ同混液15 mLでコンディショニングを行ったGC/PSA (GL Science製, 300 mg/ 500 mg/ 6 mL) ミニカラムに負荷し、同混液20 mLで溶出した。この溶出液をエバポレーターで減圧濃縮、窒素気流下で乾固後、アセトン5 mLで定容し、試験溶液とした (図1)。

3. 2 GC/MS測定条件

GC : 7890A(Agilent)

MS : 5975C(Agilent)

カラム : Agilent 社製 HP-5MS

(長さ 30 m, 内径 0.25 mm, 膜厚 0.25 μ m)

昇温条件 : 80°C(2 min)-30 °C/min-180°C(10min)- 2 °C/min- 200°C-3 °C/min-280°C(8min)

注入口温度 : 250°C

注入量 : 4 μ L

イオン化法 : 電子衝撃イオン化 (EI) 法

注入方法 : パルスドスプリットレス

MS イオン源温度 : 250°C

MS 四重極温度 : 150°C

4 溶媒抽出-LC/MS/MS法による測定

4. 1 溶媒抽出-LC/MS/MS法用試験溶液調製

2.2 で調製した試料 2 g にアセトニトリル/水混液 (65:35) 10 mL を加え、超音波抽出を 5 分間行い、3,000 rpm で 5 分間遠沈し上澄みをろ過した。残留物にアセトニトリル/水混液 (65:35) 10 mL を加え、同様に抽出しろ過した。得られたろ液を合わせ、アセトニトリル/水混液 (65:35) を加えて正確に 20 mL に定容し、試料抽出液とした。

試料抽出液5 mLを正確に分取し、これに蒸留水4mL及びメタノール1 mLを加え混和した。これを0.2 μ m 非水系マイクロフィルターでろ過し、試験溶液とした (図2)。

4. 2 LC/MS/MS 測定条件

LC : Nexera X2 (島津製作所製)

注入量 : 10 μ L

分離カラム : InertsustainC18(2.1×150 mm, 3 μ m)

ガードカラム : InertsustainC18(3.0×10 mm, 3 μ m)

カラムオープン温度 : 40°C

移動相 : A 液 (0.1 %ギ酸, 2.5 mM 酢酸アンモニウムを含む蒸留水), B 液 (0.1 %ギ酸, 2.5 mM 酢酸アンモニウムを含むメタノール)

グラジエント条件 : 表 1 のとおり。

MS/MS : TRIPLE QUAD5500(AB SCIEX 社製)

イオン化法 : ESI

表 1 LC/MS/MS グラジエント条件

時間 (min)	A 液 (%)	B 液 (%)	流速 (mL/min)
0	98	2	0.4
0.5	98	2	0.4
1	70	30	0.4
15	2	98	0.4
20	2	98	0.4
20.01	98	2	0.4
30	98	2	0.4

分析モード : sMRM (農薬成分数が多いため、ポジティブモードとネガティブモードの 2 系列に分けて取り込みを行った。)

結果及び考察

併用法での添加回収試験 (n=3) により得られた回収率の平均値及び相対標準偏差 (RSD) を表 2 に示した。これらの値について、検出法事務連絡で示された性能評価の目標値 (回収率 50~200 %, RSD< 30, 以下「目標値」という。) に基づき評価したところ、改良法による GC/MS 測定農薬は 381 成分中 340 成分、溶媒抽出-LC/MS/MS 法による LC/MS/MS 測定農薬は 294 成分すべてで目標値に適合しており、GC/MS 測定農薬と LC/MS/MS 測定農薬の重複する成分を除くと、555 成分中 540 成分が目標値に適合しており、良好な結果が得られた。

次に、併用法と検出法事務連絡に示された「加工食品中に高濃度に含まれる農薬等の迅速検出法-3」(以下「第3法」という。) との添加回収試験 (n=3) の結果の比較を行った (表3)。その結果、GC/MS, LC/MS/MS とともに併用法の方が第3法に比べ良好な結果が得られ、合計で約70成分多く分析可能であった。また、図3に示すとおり、GC/MS分析において、第3法はベースラインが高く、大きな妨害ピークが検出されたが、改良法については良好なピーク形状が得られた。

なお、冷凍食品のマラチオン混入事件では、全国で約1000検体の検査が行われており、本県でも改良法により15検体の検査を行った。その結果、改良法は今回の検討に用いた冷凍ピザ以外に、冷凍照り焼きからあげやグラタンにも適用可能であることが確認されたことから、併用法についても広く加工食品に適用可能であることが示唆された。

表3 併用法と第3法の適合成分数

分析法	GC/MS (381 成分)	LC/MS/MS (294 成分)	合計 (555 成分)
併用法	340	294	540
第3法	310	246	469

まとめ

加工食品への相次ぐ農薬混入事件を受け、当所においても健康危機管理対応のため、加工食品中の農薬迅速分析法の検討を行った。従来の SFE-GC/MS 法にアセトニトリル/ヘキサン分配を追加することにより脂質を効果的に除去することができ、LC/MS/MS 法と併

せると 555 成分中 540 成分が目標値に適合し、良好な結果が得られた。また、第3法と比較しても約 70 成分多く分析が可能であり、夾雑物の影響も少なかった。

以上により、本法は脂質を多量に含む加工食品に対して適用可能であり、かつ検査に要する時間も1日程度と短いことから、加工食品中の農薬混入事件事故における迅速な原因究明に非常に有用な手法であると考えられる。

文献

- 1) 村川弘, 吉田達雄, 吉元秀和, 飛野敏明: 熊本県保健環境科学研究所報, 37, 29-35, 2007年
- 2) 福島孝兵, 増永ミキ, 宮原喜子, 飛野敏明: 熊本県保健環境科学研究所報, 37, 36-39, 2007年
- 3) 厚生労働省: 厚生労働省医薬食品局食品安全部基準審査課事務連絡「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.

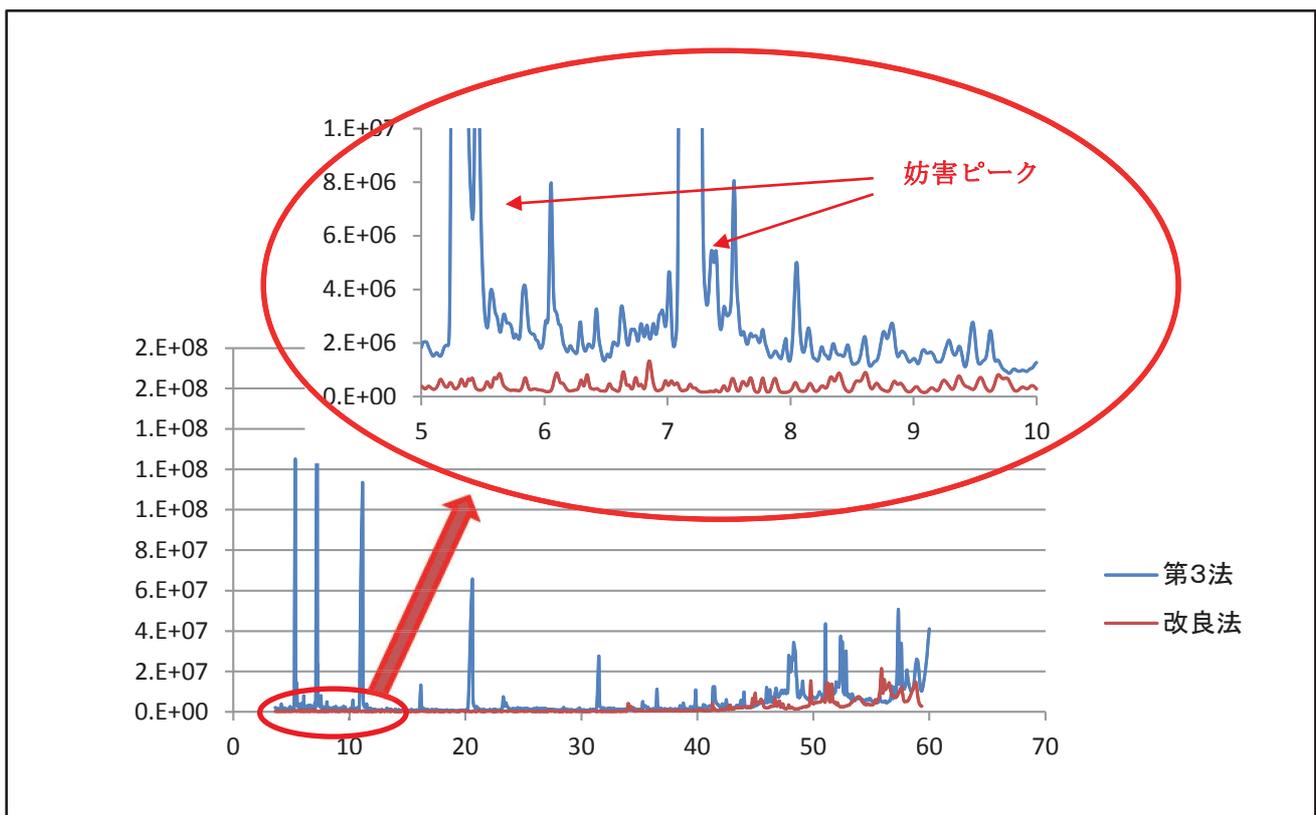


図3 改良法と第3法のクロマトグラム(TIC)の比較

表2 添加回収試験結果

農薬名	回収率	RSD (%)	測定	農薬名	回収率	RSD (%)	測定
1-ナフタレン酢酸	82.7	3.9	LC/MS/MS	アセタミフ [®] リト [®]	103.3	1.2	LC/MS/MS
2, 3, 5-トリメタカルブ [®]	91.3	4.0	GC/MS	アセトクロール	90.1	8.0	GC/MS
2, 4-D	93.5	1.7	LC/MS/MS	アセフェート	92.9	4.8	LC/MS/MS
2, 4-ジ [®] クロロアニリン	67.1	2.4	GC/MS	アゾ [®] キシストロビ [®] ン	108.1	2.9	LC/MS/MS
2, 6-ジ [®] クロルヘ [®] ンサ [®] ミト [®]	23.3	5.2	GC/MS	アトラジ [®] ン	87.0	10.0	GC/MS
3, 4, 5-トリメタカルブ [®]	95.9	2.2	GC/MS	アネラジ [®] ン	94.7	15.9	LC/MS/MS
4-クロルフェノキシ酢酸	78.2	1.5	LC/MS/MS	アニコホス	101.6	5.3	LC/MS/MS
cis-メトコナゾ [®] ール	109.4	7.8	LC/MS/MS	アバ [®] メクチン B1a	100.9	5.3	LC/MS/MS
DBEDC	104.7	5.4	LC/MS/MS	アミトラス [®]	67.4	7.0	GC/MS
EPN	86.9	4.3	GC/MS	アミノカルブ [®]	89.7	1.2	GC/MS
EPTC	100.3	4.5	LC/MS/MS	アミノカルブ [®] 分解物	81.8	7.2	GC/MS
MCPA	93.7	2.7	LC/MS/MS	アメトリン	84.5	7.3	GC/MS
MCPB	95.5	2.8	LC/MS/MS	アラクロール	81.1	3.4	GC/MS
MPMC	88.5	0.4	GC/MS	アラニカルブ [®]	98.3	8.6	LC/MS/MS
o, p'-DDT	78.9	4.6	GC/MS	アラマイト	95.0	6.3	LC/MS/MS
p, p'-DDD	82.6	9.0	GC/MS	アルシ [®] カルブ [®]	104.2	3.8	LC/MS/MS
p, p'-DDE	72.3	10.7	GC/MS	アルト [®] キシカルブ [®]	88.3	8.0	LC/MS/MS
p, p'-DDT	73.3	4.5	GC/MS	アルト [®] リン	48.6	4.6	GC/MS
swep	88.5	5.6	GC/MS	アレスリン 1	88.2	7.8	GC/MS
TCMTB	113.6	12.5	LC/MS/MS	アレスリン 2	87.2	1.0	GC/MS
trans-メトコナゾ [®] ール	109.9	8.6	LC/MS/MS	イオト [®] スルフロメチル	104.7	0.7	LC/MS/MS
XMC	85.9	0.7	GC/MS	イザゾ [®] ホス	89.6	6.2	GC/MS
α -BHC	84.8	1.5	GC/MS	イソウロン	108.9	7.2	LC/MS/MS
β -BHC	80.8	4.6	GC/MS	イソカルホ [®] ホス	89.3	6.1	GC/MS
γ -BHC	83.7	4.2	GC/MS	イソキサジ [®] フェンエチル	94.7	4.8	LC/MS/MS
δ -BHC	81.4	3.2	GC/MS	イソキサチオン	88.5	3.2	GC/MS
α -エンド [®] スルファン	77.7	9.4	GC/MS	イソキサチオンオキソン	0.0	0.0	GC/MS
β -エンド [®] スルファン	86.2	8.7	GC/MS	イソキサルトール	103.7	5.7	LC/MS/MS
エンド [®] スルファンサルフェート	74.4	5.3	GC/MS	イソフェンホス	85.2	2.9	GC/MS
α -クロルフェンビ [®] ンホス	86.4	6.9	GC/MS	イソフェンホスオキソン	93.7	3.4	GC/MS
β -クロルフェンビ [®] ンホス	86.1	4.7	GC/MS	イソブ [®] ロカルブ [®]	87.4	5.3	GC/MS
アイオキシニル	97.0	2.5	LC/MS/MS	イソブ [®] ロチオラン	84.9	7.8	GC/MS
アクリナトリン 1	101.3	1.7	GC/MS	イソブ [®] ロハ [®] リン	81.2	3.2	GC/MS
アクリナトリン 2	79.9	4.5	GC/MS	イナ [®] ンフイト [®]	125.1	9.0	LC/MS/MS
アサ [®] コナゾ [®] ール	87.1	5.4	GC/MS	イブ [®] ロジ [®] オン	121.5	10.6	LC/MS/MS
アサ [®] メチホス	156.5	7.7	LC/MS/MS	イブ [®] ロジ [®] オン	90.2	10.1	GC/MS
アシフルオルフェン	95.4	3.0	LC/MS/MS	イブ [®] ロジ [®] オン代謝物	79.9	13.3	GC/MS
アシハ [®] ンゾ [®] ラル-S-メチル	93.3	0.8	LC/MS/MS	イブ [®] ロハ [®] リカルブ [®]	108.6	11.1	LC/MS/MS
アシ [®] ムスルフロ	105.1	2.2	LC/MS/MS	イブ [®] ロベ [®] ンホス	85.7	2.5	GC/MS
アシユラム	93.0	10.7	LC/MS/MS	イマサ [®] キン	112.9	5.8	LC/MS/MS
アシ [®] ンホスエチル	88.1	3.8	GC/MS	イマサ [®] メタ [®] ベ [®] ンズ [®] メチルエステル	79.6	6.5	GC/MS
アシ [®] ンホスメチル	116.5	3.9	LC/MS/MS	イマサ [®] モックスアンモニウム塩	91.8	5.0	LC/MS/MS
アセキノシル	51.2	1.8	LC/MS/MS	イマサ [®] リル	112.5	7.6	LC/MS/MS

農薬名	回収率	RSD (%)	測定	農薬名	回収率	RSD (%)	測定
イミダクロプリド	100.2	3.2	LC/MS/MS	カブタホール	0.0	0.0	GC/MS
イミペニコナゾール	107.4	3.7	LC/MS/MS	カルタップ	102.1	7.8	LC/MS/MS
イミペニコナゾール脱ヘンジール	144.6	7.4	LC/MS/MS	カルハルリル	108.8	6.1	LC/MS/MS
インダノファン	113.0	6.2	LC/MS/MS	カルフェントラゾンエチル	83.4	1.7	GC/MS
イントキサカルブ	98.4	0.7	LC/MS/MS	カルブローミト	94.3	0.7	GC/MS
ウニコナゾール P	81.4	3.2	GC/MS	カルヘタミト	0.0	0.0	GC/MS
エスプロカルブ	76.8	4.6	GC/MS	カルヘンタジム	102.6	3.8	LC/MS/MS
エタメツフロンメチル	102.8	0.4	LC/MS/MS	カルホキシシ	80.8	6.3	GC/MS
エチオフェンカルブ	90.5	5.5	GC/MS	カルホスルファン	80.1	1.8	GC/MS
エチオン	86.0	6.0	GC/MS	カルホフラン	86.0	3.0	GC/MS
エチクロセート	88.9	4.2	LC/MS/MS	キサロホップエチル	104.6	2.9	LC/MS/MS
エチプロール	86.9	4.3	GC/MS	キナルホス	82.5	6.2	GC/MS
エテイフェンホス	91.3	0.4	GC/MS	キノキシフェン	81.5	3.4	GC/MS
エトキサゾール	86.3	4.6	GC/MS	キノクラミン	69.8	7.8	GC/MS
エトキシスルフロ	104.5	2.6	LC/MS/MS	キノメチオナート	76.8	19.8	LC/MS/MS
エトフェンプロックス	84.4	3.4	LC/MS/MS	キャブタン	0.0	0.0	GC/MS
エトフメセート	86.3	4.5	GC/MS	キントゼン	63.0	16.1	GC/MS
エトプロホス	84.1	4.7	GC/MS	クミルロン	116.0	0.6	LC/MS/MS
エトペンサニト	103.2	2.3	LC/MS/MS	クレゾキシムメチル	97.7	4.6	LC/MS/MS
エトリジアゾール	56.0	3.5	GC/MS	クレトジム	116.1	3.2	LC/MS/MS
エトリムホス	75.2	4.5	GC/MS	クロキントセットメキシル	92.6	7.6	LC/MS/MS
エホキシコナゾール	110.8	6.9	LC/MS/MS	クロジナホッププロホルキール	102.3	5.0	LC/MS/MS
エマメクチン安息香酸塩 8, 9Z	100.5	6.8	LC/MS/MS	クロジナホップ酸	106.7	8.4	LC/MS/MS
エマメクチン安息香酸塩 B1a	99.1	6.1	LC/MS/MS	クロチアニジン	97.0	6.7	LC/MS/MS
エマメクチン安息香酸塩 B1b	101.1	2.2	LC/MS/MS	クロビラリト	96.8	9.1	LC/MS/MS
エマメクチン安息香酸塩 アミノ B1a	101.1	11.1	LC/MS/MS	クロフェンセット	110.0	0.3	LC/MS/MS
エマメクチン安息香酸塩 アミノ B1b	102.7	11.8	LC/MS/MS	クロフェンテジン	85.0	3.2	LC/MS/MS
エマメクチン安息香酸塩ホルミルアミノ B1a	98.0	5.4	LC/MS/MS	クロブロップ	92.7	0.7	LC/MS/MS
エマメクチン安息香酸塩メチルホルミルアミノ B1a	90.8	6.8	LC/MS/MS	クロマジン	82.9	6.0	GC/MS
エマメクチン安息香酸塩メチルホルミルアミノ B1b	119.1	10.1	LC/MS/MS	クロマフェノジト	106.8	6.5	LC/MS/MS
エンドリン	81.2	2.9	GC/MS	クロメトキシニル	79.4	3.5	GC/MS
オキサジメソリン	87.0	5.9	GC/MS	クロメブロップ	94.2	8.5	LC/MS/MS
オキサジメキシル	120.7	1.4	LC/MS/MS	クロランスラムメチル	107.0	8.7	LC/MS/MS
オキサジメクロメホン	92.1	1.4	LC/MS/MS	クロリタゾン	88.9	6.6	LC/MS/MS
オキサミル	81.3	7.9	LC/MS/MS	クロリムロンエチル	103.7	1.8	LC/MS/MS
オキシカルホキシシ	102.6	1.4	LC/MS/MS	クロルスルフロ	123.7	4.7	LC/MS/MS
オキシフルオルフェン	82.1	5.1	GC/MS	クロルタールジメチル	84.8	5.0	GC/MS
オキサホコナゾールフルマル酸塩	133.7	10.7	LC/MS/MS	クロルニトロフェン	84.2	3.6	GC/MS
オリサストロビン(原体)	117.5	2.7	LC/MS/MS	クロルビリホス	83.8	8.4	GC/MS
オリサストロビン 5Z	102.5	4.1	LC/MS/MS	クロルビリホスメチル	85.8	6.6	GC/MS
オリザリン	104.2	2.7	LC/MS/MS	クロルフェナピル	85.1	7.9	GC/MS
オルトフェニルフェノール	80.5	2.9	GC/MS	クロルブファム	92.6	20.6	LC/MS/MS
カスサホス	76.6	7.5	GC/MS	クロルフルアズロン	91.1	5.4	LC/MS/MS
カフェンストロール	86.2	2.7	GC/MS	クロルブロファム	81.7	1.4	GC/MS
カブタフォル分解物	75.7	0.6	GC/MS	クロルメコート	141.1	5.9	LC/MS/MS

農薬名	回収率	RSD (%)	測定	農薬名	回収率	RSD (%)	測定
クロロクソロン	116.2	1.9	LC/MS/MS	シフルトリン 3	81.3	4.4	GC/MS
クロロタロニル	0.0	0.0	GC/MS	シフルトリン 4	83.3	3.9	GC/MS
クロネブ	73.7	4.9	GC/MS	シフルフェナミト	108.3	2.9	LC/MS/MS
クロロベンジレート	88.5	6.9	GC/MS	ジフルフェニカン	103.7	4.9	LC/MS/MS
サイネビリン 1	82.9	9.3	GC/MS	ジフルヘンズロン	82.7	4.7	GC/MS
サイネビリン 2	88.4	5.9	GC/MS	シフルメトフェン(原体)	98.4	7.0	LC/MS/MS
サリチオン	83.3	6.8	GC/MS	シフルメトフェン代謝物 B1	85.7	0.7	LC/MS/MS
シアゾファミト	119.6	5.7	LC/MS/MS	シプロコナゾール	83.9	2.5	GC/MS
シアナジン	73.4	2.9	GC/MS	シプロジニル	97.0	7.2	LC/MS/MS
シアノフェンホス	93.4	2.2	GC/MS	シペルメトリン 1	86.2	4.0	GC/MS
シアノホス	92.3	5.4	GC/MS	シペルメトリン 2	83.6	3.6	GC/MS
シアフェンチウロン	0.0	0.0	GC/MS	シペルメトリン 3	79.2	7.2	GC/MS
シアフェンチウロン分解物 1	30.5	2.7	GC/MS	シペルメトリン 4	77.4	9.1	GC/MS
ジエトフェンカルブ	85.8	4.0	GC/MS	ジヘレリン	93.2	1.4	LC/MS/MS
ジオキサカルブ 1	76.7	2.5	GC/MS	シマジン	92.5	6.6	GC/MS
ジオキサカルブ 2	87.4	1.7	GC/MS	シメコナゾール	107.5	8.3	LC/MS/MS
ジオキサチオン	103.6	17.0	LC/MS/MS	ジメタメトリン	87.5	3.5	GC/MS
シクラニルト	95.8	4.5	LC/MS/MS	ジメチレン	93.6	3.4	GC/MS
シクロエート	113.4	14.8	LC/MS/MS	ジメチルモール	99.3	4.2	LC/MS/MS
シクロキシジム	107.6	5.7	LC/MS/MS	ジメチルピソホス	84.8	11.8	GC/MS
ジクロシメット 1	82.3	3.9	GC/MS	ジメテナミト	82.6	6.2	GC/MS
ジクロシメット 2	83.9	2.1	GC/MS	ジメトエート	80.8	5.6	GC/MS
ジクロスラム	103.3	2.0	LC/MS/MS	ジメトモルフ(E)	117.3	4.9	LC/MS/MS
ジクロフェンチオン	78.9	6.1	GC/MS	ジメトモルフ(Z)	108.3	3.9	LC/MS/MS
ジクロルアニト	75.1	15.2	LC/MS/MS	シメトリン	79.7	5.3	GC/MS
シクロプロトリン	82.2	2.5	LC/MS/MS	ジメヒレート	100.1	5.5	GC/MS
ジクロヘニル	55.8	4.4	GC/MS	シモキサニル	96.2	2.5	LC/MS/MS
ジクロホップメチル	89.1	5.7	GC/MS	シラフルオフェン	58.8	1.7	LC/MS/MS
ジクロラン	86.9	5.5	GC/MS	シンメチリン	88.0	7.8	GC/MS
ジクロルブロップ	95.2	4.1	LC/MS/MS	スピノサト A	106.1	2.1	LC/MS/MS
ジクロルホス	147.5	13.1	LC/MS/MS	スピノサト D	102.3	2.0	LC/MS/MS
ジコホール	83.1	1.4	GC/MS	スピロキサミン	109.0	6.5	LC/MS/MS
ジスルホトン	74.6	5.8	GC/MS	スピロジクロフェン	92.5	2.9	LC/MS/MS
ジチオピル	72.9	1.3	GC/MS	スピロメシフェン(原体)	102.3	1.5	LC/MS/MS
ジテフラン	101.5	1.1	LC/MS/MS	スピロメシフェン代謝物	109.8	2.6	LC/MS/MS
シハトリン 1	86.0	7.2	GC/MS	スルフェントラツン	127.5	10.9	LC/MS/MS
シハトリン 2	84.1	3.1	GC/MS	スルプロホス	81.6	4.5	GC/MS
シハロホップブチル	90.8	3.4	GC/MS	スルホスルフロン	106.2	3.1	LC/MS/MS
ジフェナミト	100.9	7.4	GC/MS	セクブメトン	87.2	3.3	GC/MS
ジフェニル	45.9	6.5	GC/MS	セトキシジム(原体)	95.2	2.0	LC/MS/MS
ジフェニルアミン	76.6	6.9	GC/MS	ゾキサミト	94.1	7.2	LC/MS/MS
ジフェノコナゾール	107.1	2.1	LC/MS/MS	ターハシル	51.9	8.5	GC/MS
ジフェンゾート	101.4	3.6	LC/MS/MS	タiazinon	80.5	3.4	GC/MS
シフルトリン 1	81.6	9.8	GC/MS	タiazレート	105.6	3.3	LC/MS/MS
シフルトリン 2	81.1	2.1	GC/MS	タiamon	111.3	5.4	LC/MS/MS

農薬名	回収率	RSD (%)	測定	農薬名	回収率	RSD (%)	測定
チアクロプリト	100.0	6.5	LC/MS/MS	トリアレート	67.0	6.0	GC/MS
チアシニル	99.7	6.6	LC/MS/MS	トリクアミト	92.9	10.5	LC/MS/MS
チアゾピル	122.8	1.4	LC/MS/MS	トリクロピル	93.2	2.4	LC/MS/MS
チアベンタゾール	102.1	2.7	LC/MS/MS	トリクロルホン	112.0	2.1	LC/MS/MS
チアトキサム	94.6	2.9	LC/MS/MS	トリシクラゾール	111.7	1.0	LC/MS/MS
チオジカルブ	103.4	9.5	LC/MS/MS	トリチコナゾール	104.5	0.7	LC/MS/MS
チオシクラム	95.8	2.0	LC/MS/MS	トリテモルフ	99.0	4.5	LC/MS/MS
チオフアネート	114.3	1.2	LC/MS/MS	トリネキサハックエチル	115.2	2.8	LC/MS/MS
チオフアネートメチル	98.7	0.8	LC/MS/MS	トリブホス	77.7	4.2	GC/MS
チオベンカルブ	77.4	3.3	GC/MS	トリフルスルフロンメチル	108.1	14.9	LC/MS/MS
チオメトン	80.1	3.0	GC/MS	トリフルミゾール	105.2	2.0	LC/MS/MS
チフエンスルフロンメチル	116.3	2.4	LC/MS/MS	トリフルミゾール代謝物	82.3	3.1	GC/MS
チフルサミト	93.0	4.1	GC/MS	トリフルムロン	102.3	2.7	LC/MS/MS
テイルトリン	79.6	5.9	GC/MS	トリフルラリン	81.0	2.3	GC/MS
テクナゼン	66.0	5.1	GC/MS	トリフロキシストロビン	90.0	8.3	GC/MS
テクロフタラム	94.3	3.2	LC/MS/MS	トリフロキシスルフロン	103.2	3.6	LC/MS/MS
テスメテイファム	106.9	2.4	LC/MS/MS	トルクロホスメチル	83.1	5.4	GC/MS
テスメリン	82.1	2.6	GC/MS	トルフェンピラト	86.2	0.3	GC/MS
テトラクロルピホス	86.6	1.0	GC/MS	ナブロアニト	85.6	3.2	GC/MS
テトラコナゾール	109.3	7.6	LC/MS/MS	ナブロハミト	88.9	4.6	GC/MS
テトラジホン	81.0	10.2	GC/MS	ナレト	74.5	4.0	LC/MS/MS
テトラメトリン 1	91.1	2.0	GC/MS	ニコスルフロン	113.0	3.0	LC/MS/MS
テトラメトリン 2	84.5	2.8	GC/MS	ニテンピラム	98.6	5.6	LC/MS/MS
テニルクロール	90.0	4.1	GC/MS	ニトラリン	73.1	0.5	GC/MS
テブコナゾール	87.8	1.8	GC/MS	ニトタールイゾプロピル	81.2	2.1	GC/MS
テブチウロン	134.5	10.0	LC/MS/MS	ノハルロン	108.4	7.4	LC/MS/MS
テブフェノシト	102.8	8.7	LC/MS/MS	ノルフルラゾン	112.7	4.1	LC/MS/MS
テブフェンピラト	93.1	9.7	LC/MS/MS	ハククロブトラゾール	108.5	4.0	LC/MS/MS
テブラロキシシム 1	95.3	8.0	LC/MS/MS	ハミトチオン	105.4	2.3	LC/MS/MS
テブラロキシシム 2	120.3	15.3	LC/MS/MS	ハミトチオンスルホン	97.9	1.4	LC/MS/MS
テフルトリン	77.4	0.7	GC/MS	ハラチオン	85.2	2.6	GC/MS
テフルベンスロン	89.1	7.8	LC/MS/MS	ハラチオンメチル	87.8	2.6	GC/MS
テメトン-S-メチル	134.2	21.5	LC/MS/MS	ハルフェンプロックス	75.1	1.3	GC/MS
テルタメトリン 1	86.3	1.8	GC/MS	ハロキシホップ	111.6	8.2	LC/MS/MS
テルタメトリン 2	83.8	5.3	GC/MS	ヒオレスメトリン	88.4	8.2	LC/MS/MS
テルブカルブ	85.6	5.9	GC/MS	ヒコリナフェン	95.4	7.0	LC/MS/MS
テルブトリン	85.5	5.0	GC/MS	ヒテルタノール	102.5	6.6	LC/MS/MS
テルブホス	77.8	4.2	GC/MS	ヒフェナセート	74.9	6.7	GC/MS
テルブメトン	86.3	5.1	GC/MS	ヒフェノックス	86.5	1.8	GC/MS
トラルコキシシム	100.8	5.8	LC/MS/MS	ヒフェントリン	79.2	5.7	GC/MS
トラロメトリン	82.8	9.9	LC/MS/MS	ヒハロニルブトキシト	89.7	7.5	GC/MS
トリアシメノール	106.3	11.9	LC/MS/MS	ヒハロホス	87.2	4.1	GC/MS
トリアシメホン	109.8	5.2	LC/MS/MS	ヒメキサゾール	104.7	4.1	LC/MS/MS
トリアスルフロン	123.7	1.0	LC/MS/MS	ヒメトロシン	87.2	3.8	LC/MS/MS
トリアゾホス	86.2	3.2	GC/MS	ヒラクロストロビン	108.1	0.9	LC/MS/MS

農薬名	回収率	RSD (%)	測定	農薬名	回収率	RSD (%)	測定
ビ°ラクロニル	104.4	5.6	LC/MS/MS	フェンハ°レレート2	88.0	2.0	GC/MS
ビ°ラクロホス	84.1	2.8	GC/MS	フェンビ°ロキシメート(E)	99.6	1.7	LC/MS/MS
ビ°ラソ°キシフェン	80.4	2.8	GC/MS	フェンビ°ロキシメート(Z)	96.6	2.1	LC/MS/MS
ビ°ラソ°ホス	87.6	5.1	GC/MS	フェンブ°コナゾ°ール	86.2	7.7	GC/MS
ビ°ラソ°リネート	102.6	1.7	LC/MS/MS	フェンブ°ロハ°トリン	85.1	5.7	GC/MS
ビ°ラフルフェンエチル	91.3	5.9	GC/MS	フェンブ°ロビ°モルフ	35.2	3.8	GC/MS
ビ°リタ°フェンチオン	92.9	7.7	LC/MS/MS	フェンヘキサミト°	0.0	0.0	GC/MS
ビ°リタ°ベン	80.8	1.7	GC/MS	フェンメテ°イファム	111.5	6.0	LC/MS/MS
ビ°リタ°リル	53.3	2.9	LC/MS/MS	フサライド°	84.5	6.3	GC/MS
ビ°リチオハ°ックナトリウム塩	94.4	7.4	LC/MS/MS	フ°タクロール	84.3	3.6	GC/MS
ビ°リフェノックス1	83.1	3.7	GC/MS	フ°タフェナシル	101.6	4.6	LC/MS/MS
ビ°リフェノックス2	84.6	4.1	GC/MS	フ°タミホス	89.6	2.6	GC/MS
ビ°リフタリト°	107.5	5.6	LC/MS/MS	フ°チレート	101.9	19.7	LC/MS/MS
ビ°リフ°チカルブ°	64.5	0.6	GC/MS	フ°ビ°リメート	82.5	0.2	GC/MS
ビ°リフ°ロキシフェン	83.0	3.5	GC/MS	フ°フ°ロフェジ°ン	92.2	1.5	LC/MS/MS
ビ°リミカーブ°	104.7	3.1	LC/MS/MS	フラチオカルブ°	105.8	1.0	LC/MS/MS
ビ°リミシ°フェン	84.7	2.4	GC/MS	フラムブ°ロップ°メチル	94.5	4.3	LC/MS/MS
ビ°リミノハ°ックメチル-E	90.0	5.8	GC/MS	フラムブ°ロップ°メチル	90.8	7.2	GC/MS
ビ°リミノハ°ックメチル-Z	91.4	4.8	GC/MS	フラメトビ°ル	90.3	1.1	GC/MS
ビ°リミホスメチル	85.6	11.9	GC/MS	フリラゾ°ール	100.5	6.0	LC/MS/MS
ビ°リメタニル	87.4	2.9	GC/MS	フルアクリビ°リム	84.2	6.4	GC/MS
ビ°レトリン	91.3	3.4	LC/MS/MS	フルアジ°ナム	92.1	1.8	LC/MS/MS
ビ°ロキロン	80.9	4.1	GC/MS	フルオメツロン	111.1	10.6	LC/MS/MS
ビ°ンクソ°リン	83.0	7.8	GC/MS	フルキンコナゾ°ール	103.3	4.1	LC/MS/MS
ファミキサト°ン	78.4	3.2	GC/MS	フルシ°オキソニル	16.6	8.7	GC/MS
フィブ°ロニル	77.7	12.6	GC/MS	フルシトリネート1	82.1	4.3	GC/MS
フェナミホス	86.4	4.6	GC/MS	フルシトリネート2	71.7	4.9	GC/MS
フェナリモル	87.0	5.0	GC/MS	フルシラゾ°ール	89.5	4.5	GC/MS
フェントロチオン	87.0	3.7	GC/MS	フルスルファミト°	96.4	3.2	LC/MS/MS
フェノキサニル1	92.6	4.6	GC/MS	フルチアセットメチル	108.7	4.1	LC/MS/MS
フェノキサニル2	88.9	2.1	GC/MS	フルトラニル	96.9	6.9	GC/MS
フェノキサブ°ロップ°エチル	90.6	3.8	GC/MS	フルトリアホル	88.5	5.3	GC/MS
フェノキシカルブ°	105.3	1.5	LC/MS/MS	フルハ°リネート1	83.4	1.7	GC/MS
フェノトリン1	79.0	4.8	GC/MS	フルハ°リネート2	79.5	1.6	GC/MS
フェノトリン2	78.3	5.0	GC/MS	フルフェナセット	118.2	4.9	LC/MS/MS
フェノブ°カルブ°	82.7	1.3	GC/MS	フルフェノクスロン	98.2	4.5	LC/MS/MS
フェリムゾ°ン-E	79.8	1.3	GC/MS	フルフェンビ°ルエチル	118.2	4.5	LC/MS/MS
フェリムゾ°ン-Z	80.9	3.5	GC/MS	フルヘ°ンシ°アミト°	113.1	8.0	LC/MS/MS
フェンアミト°ン	104.5	5.3	LC/MS/MS	フルミオキサジ°ン	92.8	3.1	GC/MS
フェンクワロホス	77.6	5.7	GC/MS	フルミクロラックハ°ンチル	85.7	4.4	GC/MS
フェンスルホチオン	92.1	2.6	GC/MS	フルメツラム	104.2	5.5	LC/MS/MS
フェンチオン	105.6	4.2	LC/MS/MS	フルリト°ン	111.8	1.0	LC/MS/MS
フェントエート	88.4	5.4	GC/MS	フルロキシビ°ル	76.1	1.7	LC/MS/MS
フェントラサ°ミト°	99.1	1.2	LC/MS/MS	フ°レチラクロール	87.7	3.9	GC/MS
フェンハ°レレート1	83.4	4.5	GC/MS	フ°ロクロラス°	83.6	2.0	GC/MS

農薬名	回収率	RSD (%)	測定	農薬名	回収率	RSD (%)	測定
プロシミト	81.9	3.7	GC/MS	ベンコナゾール	107.8	2.8	LC/MS/MS
プロチオホス	77.6	4.2	GC/MS	ベンシクロン	93.2	3.5	LC/MS/MS
プロニカミド(原体)	101.5	2.3	LC/MS/MS	ベンゾビシクロン	111.2	1.1	LC/MS/MS
プロニカミド代謝物 TFNA	96.2	1.4	LC/MS/MS	ベンゾフェナップ	104.0	3.6	LC/MS/MS
プロニカミド代謝物 TFNG	82.1	6.2	LC/MS/MS	ベンタイオカルブ	87.6	5.5	GC/MS
プロバキザホップ	95.5	5.7	LC/MS/MS	ベンチアバリカルブイソプロピル	106.4	9.2	LC/MS/MS
プロバクロール	84.3	8.8	GC/MS	ベンデイメタリン	78.0	2.5	GC/MS
プロバニル	106.4	11.7	LC/MS/MS	ベントキサゾン	117.2	11.2	LC/MS/MS
プロバホス	85.8	6.6	GC/MS	ベンフラカルブ	85.0	6.1	GC/MS
プロバモカルブ	100.9	4.3	LC/MS/MS	ベンフルレリン	77.7	2.4	GC/MS
プロバルキット1	82.5	2.6	GC/MS	ベンフレセート	87.8	6.2	GC/MS
プロバルキット2	94.8	3.4	GC/MS	ホサロン	85.4	2.4	GC/MS
プロビコナゾール	109.2	3.5	LC/MS/MS	ホスカリト	84.4	4.1	GC/MS
プロビザミト	78.4	5.1	GC/MS	ホスチアゼート	110.2	1.8	LC/MS/MS
プロビトキシメソ	101.5	4.8	LC/MS/MS	ホスファミトン-1	94.1	1.3	GC/MS
プロブアム	83.8	2.1	GC/MS	ホスファミトン-2	86.6	3.6	GC/MS
プロブエノホス	100.0	7.2	LC/MS/MS	ホスメット	87.9	5.9	GC/MS
プロベキサシオンカルシウム塩	89.8	2.2	LC/MS/MS	ホノホス	82.6	6.4	GC/MS
プロベナゾール1	80.3	2.4	GC/MS	ホメサフェン	96.7	1.9	LC/MS/MS
プロベナゾール2	86.5	6.1	GC/MS	ホルクロルフェニエロン	109.9	8.0	LC/MS/MS
プロボキスル	90.5	7.7	GC/MS	ホルヘット	80.0	3.1	GC/MS
プロマシル	139.8	2.2	LC/MS/MS	ホルヘット分解物	81.2	9.0	GC/MS
プロメカルブ1	76.7	12.8	GC/MS	ホレート	70.3	3.0	GC/MS
プロメカルブ2	93.4	2.1	GC/MS	マラオキシロン	88.9	7.4	GC/MS
プロメトリン	84.0	5.0	GC/MS	マラチオン	87.3	2.8	GC/MS
プロメトン	88.2	6.6	GC/MS	マイクロブタニル	107.7	5.8	LC/MS/MS
プロモキシニル	96.6	1.4	LC/MS/MS	メカルバム	101.7	6.8	LC/MS/MS
プロモブチト	81.7	7.8	GC/MS	メコブロップ	91.8	1.5	LC/MS/MS
プロモブチト脱臭素体	79.2	6.7	GC/MS	メソミル	98.9	1.3	LC/MS/MS
プロモブプロレート	84.6	6.1	GC/MS	メソミルオキシム	98.0	2.4	LC/MS/MS
プロモホス	82.6	3.8	GC/MS	メタアルテヒト	102.5	2.1	LC/MS/MS
プロモホスエチル	79.3	5.5	GC/MS	メタクリホス	79.5	3.7	GC/MS
フロラスタム	87.9	6.3	LC/MS/MS	メタヘンズチアズロン	96.6	11.5	LC/MS/MS
ヘキサクロロベンゼン	38.6	1.4	GC/MS	メタミトホス	92.4	1.8	LC/MS/MS
ヘキサコナゾール	102.1	7.8	LC/MS/MS	メタミトロン	95.9	1.5	LC/MS/MS
ヘキサノン	139.4	5.7	LC/MS/MS	メタラキシル	83.3	2.7	GC/MS
ヘキサノン	51.2	10.8	GC/MS	メチオカルブ	84.6	5.7	LC/MS/MS
ヘキサフルムロン	107.3	2.2	LC/MS/MS	メチタチオン	85.9	3.7	GC/MS
ヘキシチアゾクス	90.9	8.0	LC/MS/MS	メチルタムロン	0.0	0.0	GC/MS
ヘナラキシル	95.1	5.4	GC/MS	メトキシクロール	88.1	5.7	GC/MS
ヘノキサコール	94.3	7.5	GC/MS	メトキシフェニジト	114.6	1.2	LC/MS/MS
ヘブタクロル	73.4	5.0	GC/MS	メトブレン	65.1	1.2	GC/MS
ヘブタクロルエポキシサイト	72.5	4.8	GC/MS	メトブトリン	85.3	5.8	GC/MS
ヘルメトリン1	78.0	4.1	GC/MS	メトミノストロビゾン-Z	96.4	3.4	GC/MS
ヘルメトリン2	81.3	3.1	GC/MS	メトミノストロビゾン-E	87.3	5.2	GC/MS

農薬名	回収率	RSD (%)	測定
メトラクロール	82.8	5.8	GC/MS
メトリアジン	86.3	7.5	GC/MS
メトカルブ	82.9	3.9	GC/MS
メハニヒリム	86.9	5.5	GC/MS
メヒコートクロリト	146.4	1.9	LC/MS/MS
メヒンホス	78.7	4.5	GC/MS
メフェナセツ	86.6	4.7	GC/MS
メフェンヒルジエチル	101.3	6.3	LC/MS/MS
メプロニル	87.9	3.0	GC/MS
モノクロトホス	91.1	4.4	LC/MS/MS
モノリニロン	106.4	3.9	LC/MS/MS
モリネート	105.7	9.9	LC/MS/MS
ラクトフェン	92.7	15.2	LC/MS/MS
リニロン	94.3	8.9	GC/MS
リムスルフロン	103.0	6.4	LC/MS/MS
ルフェスロン	105.1	2.9	LC/MS/MS
レスメトリン 1	79.9	1.6	GC/MS
レスメトリン 2	81.8	4.6	GC/MS
レナシル	96.1	11.2	LC/MS/MS