

資料

## 茶の残留農薬一斉分析における精製法の検討

岩屋 あまね                      下堂 蘭 栄 子                      福司山 郁 恵  
榎 元 清 美                      佐久間 弘 匡

### 1 はじめに

2006年5月29日から食品中の農薬等のポジティブリスト制度が施行され、多成分試験法である「GC/MSによる農薬等の一斉試験法（農産物）」（以下「一斉法」という。）が厚生労働省から通知された<sup>1)</sup>。

一斉法の通知前は、茶中の農薬等を測定する場合、茶の熱湯抽出液について検査が行われていたが、一斉法では茶そのものを検査する方法に変更された。この一斉法に従い茶試料の前処理を実施すると、茶由来の夾雑成分が非常に多く、精製工程での除去が不十分なため、夾雑成分に妨害されて測定できない農薬が多い、RTがずれる、測定機器の汚染が著しい等の問題が発生した。

茶由来の夾雑物の主成分はカフェインであるが、中野らの調査<sup>2)</sup>により、カフェイン除去にはシリカゲル精製が有効であること、また、グラファイトカーボン（以下「GC」という。）とアミノプロピルシリル化シリカゲル（以下「NH<sub>2</sub>」という。）の積層ミニカラムを2連で使用することで精製効果が上がることが分かっている。

そこで、中野らの方法<sup>2)</sup>を参考に、試料液の精製工程を強化した試験法（以下「改良法」という。）で検査を行い、その効果及び妥当性について検討したので、報告する。

### 2 調査方法

#### 2. 1 試料

行政試験依頼のあった県内産の茶を用いた。

#### 2. 2 対象農薬

一斉法の検査対象農薬のうち、表2の183項目の基準値設定農薬を対象とした。

#### 2. 3 試薬等

##### 2. 3. 1 試薬及び試液

農薬標準品及び農薬混合標準液は、和光純薬工業(株)製の標準品を用いた。

アセトン、*n*-ヘキサン、アセトニトリル及びトルエンは、和光純薬工業(株)製の残留農薬試験用を用いた。

塩化ナトリウム（残留農薬試験用）及びりん酸トリフェニル（特級）は、関東化学(株)製を、りん酸二水素カリウム（特級）及びりん酸水素二カリウム（特級）は、和光純薬工業(株)製を用いた。

試料液の精製用固相ミニカラムには、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（ジーエルサイエンス(株)製 InertSep C18(1g)、以下「ODSミニカラム」という。）、GCミニカラム（ジーエルサイエンス(株)製 InertSep GC(2g)）、エチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲル（ジーエルサイエンス(株)製 InertSep PSA(1g)、以下「PSAミニカラム」という。）及びシリカゲルミニカラム（ジーエルサイエンス(株)製 InertSep SI(1g)、以下「SIミニカラム」という。）を用いた。

#### 2. 3. 2 標準原液及び混合標準液の調製

各農薬標準品は、それぞれ1mg/mLとなるようにトルエンに溶かし、溶けにくい場合は少量のアセトンに溶解後トルエンで定容して調製し、冷凍庫（-20℃以下）に保管した。これらを混合して、各20μg/mLとなるようにトルエンで調製して混合標準原液とし、冷凍庫（-20℃以下）に保管した。

混合標準原液と市販の農薬混合標準液を混合して、各2μg/mLとなるようにアセトンで調製し、検量線用混合標準液及び添加回収試験用標準液として使用した。

#### 2. 4 装置

装置は以下のものを使用した。

- ・超純水装置：日本ミリポア(株)製 Milli-Q Gradient A-10
- ・粉碎器：松下電器産業(株)製 MX-X62
- ・ホモジナイザー：KINEMATICA社製 ポリトロンホ

モジナイザーPT-3100(シャフト: DA3020/2)

- 濃縮装置: 柴田科学(株)製ロータリーエバポレーター R-200, バキュームシステムB-179及び低温循環水 C-503
- GC/MSシステム: サーモフィッシャーサイエンティフィック(株)製ガスクロマトグラフTRACE GC Ultra, 同社製オートサンプラーTriplus AS, 同社製質量分析装置PolarisQ

## 2. 5 試験溶液の調製

改良法は、一斉法に準拠し、以下のとおり実施した。なお、試験フローを図1に示した。

茶葉を粉砕器で、425 $\mu$ mの標準ふるいを通るように粉砕した後、5.0gをとり試験に供した。添加回収試験を行う試料には、20 $\mu$ g/mLの農薬混合標準液を0.5mL加え(試料中0.1 $\mu$ g/g)、30分室温放置後同様に試験に供した。

試料に水20mLを添加し15分放置後、アセトニトリル50mLを加え、3分間ホモジナイズした後、ろ紙(No. 5A)を用いて吸引ろ過した。ろ紙上の残留物にアセトニトリル20mLを加え、再度ホモジナイズした後吸引ろ過した。得られたろ液をメスフラスコに合わせ、アセトニトリルで100mLに定容し、抽出液とした。

あらかじめ塩化ナトリウム10g及び0.5mol/Lりん酸緩衝液(pH7.0) 20mLを入れた分液ろうとに抽出液20mLを移し、10分間振とうし、静置した後、分離した水層を除去した。

アセトニトリル層をあらかじめアセトニトリル10mlで洗浄したODSミニカラムに注入し、さらにアセトニトリル2mLで分液ろうとを洗浄し、その洗浄液を注入し、全溶出液を採った。この全溶出液を40 $^{\circ}$ C以下で乾固直前まで減圧濃縮し、高純度窒素ガスで溶媒を除去後、アセトニトリル及びトルエン(3:1)混液4mLを加えて溶解した。

GCミニカラムとPSAミニカラムを連結させたもの(以下、「GC+PSAミニカラム」という。)を、あらかじめアセトニトリル及びトルエン(3:1)混液20mLで洗浄しておき、そのGC+PSAミニカラムに試料溶解液を注入した後、アセトニトリル及びトルエン(3:1)混液40mLで洗い込み、全溶出液を採った。この全溶出液を40 $^{\circ}$ C以下で乾固直前まで減圧濃縮し、高純度窒素ガスで溶媒を除去後、アセトン及びn-ヘキサン(3:17)混液2mLを加えて溶解した。この溶液をあらかじめアセトン及びn-ヘキサン(3:17)混液10mLで洗浄したSIミニカラムに注入した後、アセトン及びn-ヘキサン(3:17)混液20mL

試料5.0g

- std添加(30分放置)
- 水20mL添加(15分放置)
- アセトニトリル 50+20mL
- ホモジナイズ(3分)

吸引ろ過

- アセトニトリルで100mLに定容

20mL分取

- NaCl 10g
- 0.5mol/Lりん酸緩衝液(pH7.0) 20mL

振とう(10分)

アセトニトリル層

精製(ODSミニカラム)

- アセトニトリル2mL

濃縮(40 $^{\circ}$ C以下)

- アセトニトリル/トルエン(3:1) 4mL

精製(GC+PSAミニカラム)

- アセトニトリル/トルエン(3:1) 40mL

濃縮(40 $^{\circ}$ C以下)

- アセトン/n-ヘキサン(3:17) 2mL

精製(SIミニカラム)

- アセトン/n-ヘキサン(3:17) 20mL

濃縮(40 $^{\circ}$ C以下)

- 0.5 $\mu$ g/mLりん酸トリフェニル含有  
アセトン/n-ヘキサン(1:1) 1mL

GC/MS測定

図1 試験フロー

を注入し、全溶出液を40 $^{\circ}$ C以下で乾固直前まで減圧濃縮し、窒素ガスで溶媒を除去した。残留物に0.5 $\mu$ g/mLりん酸トリフェニル含有アセトン及びn-ヘキサン(1:1)混液1mLを加え、溶解したものを試験溶液とした。

## 2. 6 測定条件

GCカラムは、ジーエルサイエンス社製キャピラリーカラムInertCap5MS/Sil+GD(長さ30m, 内径0.25mm, 膜厚0.25 $\mu$ m, GD:不活性化処理済みガードカラム(長さ10m, 内径0.25mm))を用いた。カラムは分析毎にガードカラムの先端を約30cm切って使用した。

カラム温度は、50 $^{\circ}$ Cで1分保持した後、25 $^{\circ}$ C/分で125 $^{\circ}$ Cまで昇温し、さらに、10 $^{\circ}$ C/分で300 $^{\circ}$ Cまで昇温し、10

分間保持した。

試験溶液の注入は、添加農薬を含まない試料の試験溶液を2回注入して起爆注入とし、その後、検量線用標準液と試料を低濃度側から交互に注入した。

トランスファーライン温度は280℃、イオン源は230℃で測定した。また、イオン化法はEIモード、イオン化電圧は70eV、測定モードはSCANモード (m/z 50-500)、キャリアガスは超高純度ヘリウムで測定した。

### 3 結果及び考察

#### 3.1 茶由来夾雑物の除去について

一斉法では、ODSミニカラムで脂質等の疎水性物質を、GC/NH<sub>2</sub>積層ミニカラム (500mg/500mg) で色素や脂肪酸等を除去する精製工程がある。しかし、一斉法の精製法では夾雑物の除去が不十分で、最終的な試験溶液は黄緑色に着色し、底にはカフェインと思われる白色の析出物が沈殿していた。その試験溶液をGC/MSで測定した結果、図2-1に示すようにカフェインの巨大な夾雑ピークがあり、この時間帯に出てくる目的物質の測定を妨害していた。また、巨大夾雑ピーク後に出てくる目的物質についてはRTが大幅にずれる傾向が見られた。GC/MSの汚染状況もひどく、ライナーは黄色に変色し、イオン源も著しく汚染されていたため、測定後のメンテナンスに長時間を要した。

改良法ではGCを500mgから2gに増量したミニカラムに、NH<sub>2</sub>よりも酸性物質等の除去能が高いPSAのミニカ

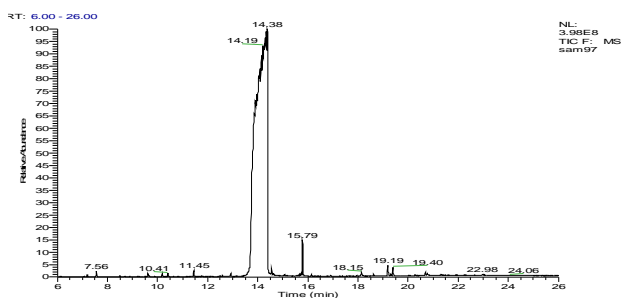


図2-1 お茶のTICクロマトグラム (一斉法)

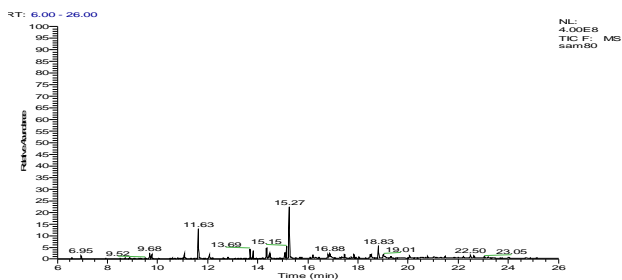


図2-2 お茶のTICクロマトグラム (改良法)

ラムを連結させたものを用い、色素及び脂肪酸の除去能力を強化した。更に、カフェイン除去効果のあるSIミニカラム<sup>2)</sup>による精製工程も追加した。

その結果、白色析出物がなく、透明な試験溶液が得られた。また、GC/MSの測定結果も、図2-2に示すとおり、カフェインのピークが大幅に減少し、問題となっていた目的物質の検出妨害、目的物質のRTのずれ及び測定機器の汚染等が改善された。

#### 3.2 試験法の妥当性について

改良法が妥当であるかどうか、国が策定した妥当性評価ガイドライン<sup>3)</sup>に沿って次のとおり評価を行った。

添加回収試験 (添加濃度: 0.1µg/g, n=5) の2回分のデータを用いて、平均回収率、併行精度、室内精度及び選択性について検討した。なお、評価の基準として、平均回収率が70~120%、併行精度が15%以下、室内精度が20%以下かつ選択性のある (妨害ピークが無い) 項目を良好とした。

183項目について調査を行った結果、表2に示すとおり、137項目で良好な結果が得られ、改良法での検査が可能であると考えられた。一斉法で実施した場合は、測定可能な項目は183項目中93項目であり、測定可能な項目数は大幅に (147%) 増加した。

結果が良好でなかった46項目のうち41項目は回収率が悪く、4項目は回収率は良好だったが併行精度又は室内精度の結果が悪く、1項目は回収率・精度ともに良好だったが妨害ピークが見られた。

回収率が良好でない41項目のうち38項目 (93%) は回収率が70%を下回っていた。概して回収率の悪い項目はばらつきも大きく、全体の結果が悪かった。

#### 3.3 固相ミニカラム通液試験

回収率が70%未満であった38項目について、今回新たに用いた3種類の固相ミニカラム (GC, PSA, SI) の通液試験を以下のとおり実施した。

固相ミニカラムをそれぞれコンディショニングし、添加回収試験と同じ濃度になるように調製した標準液 (0.05µg/mL) 2mLを各々の固相ミニカラムに負荷し、改良法と同じ条件で各々溶出し、溶出液の溶媒を除去後、りん酸トリフェニル含有アセトン及び*n*-ヘキサン (1:1) 混液1mLを加えて溶解して、GC/MSで測定した。

その結果、表1に示すとおり、回収率が70%未満だったものは、GCミニカラムで9項目、SIミニカラムで20項目あり、SIミニカラムによる回収率低下の影響が大きいことが分かった。カフェインと性質の近い物質がSIミニ

カラムに保持されたまま回収できていないと考えられた。そこで、溶出液の量を増やしたところ、回収率とともに夾雑物も増加した。SIミニカラムによる精製は、今後の検討課題である。なお、PSAミニカラムで回収率が70%未満だった項目はなかった。

表1 固相ミニカラム通液試験結果

回収率が70%未満だった項目	
GCミニカラム	SIミニカラム
カルボキシシ	アザコナゾール
クロルタルジメチル	オキサジキシル
ジスルホトン	オメトエート
スピロキサミン	ジクロトホス
チオメトン	シプロコナゾール
デメトン-S-メチル	スピロキサミン
フェナミホス	トリシクラゾール
フェンチオン	2-(1-ナフチル)アセタミド
モノクロトホス	ノルフルラゾン
	ピテルタノール
	フェナミホス
	フェンスルホチオン
	フェンブコナゾール
	フルトリアホール
	フルリドン
	ヘキサコナゾール
	ヘキサジノン
	ペンコナゾール
	ホスファミドン
	モノクロトホス

### 3. 4 定量下限値

定量下限値は、検量線の範囲内でS/N=10以上となる最小の濃度を求め、試料中濃度に換算した。ピークが複数に分かれるものは、最小値をその農薬の定量下限値とした。

その結果、ほとんどの農薬の定量下限値は0.004～0.005mg/kgで、一律基準の0.01mg/kg以下であった。

妥当性評価の結果は良好だが定量下限値が基準値を上回った農薬は、アジンホスメチル、フィプロニル、メフェナセットの3項目であった。定量下限値は、測定時の機器の状態に大きく影響を受けるため、この3項目の定量下限値については、改善の余地があると考えられた。

## 4 まとめ

一斉法により茶中の農薬を分析すると、茶由来の夾雑

物により多くの問題点が発生した。そのため、精製工程を強化した改良法により検査を行い、改良法の妥当性についても評価を行った結果、以下のような知見が得られた。

- 1) 試料精製用の固相ミニカラムについて、GCを500mgから2gに増やし、NH<sub>2</sub>よりも脂肪酸の除去能が高いPSAを使用し、また、カフェイン除去効果のあるSIミニカラムによる精製工程も追加した。その結果、カフェインを主とする茶由来の夾雑物が減少し、一斉法で生じた数々の問題点が改善された。
- 2) 改良法の妥当性について検討したところ、184項目中137項目について良好な結果が得られ、一斉法よりも測定可能な項目が大幅に増加した。
- 3) 改良法で回収率が低かった項目について、新たに用いた固相ミニカラムの通液試験を実施したところ、SIミニカラムに保持されたまま回収できない物質が多いことが分かった。また、GCミニカラムによる保持の影響が見られた項目もあった。
- 4) 定量下限値はほとんどの項目で良好であった。定量下限値が基準値を上回った項目については、今後検討の余地があると考えられる。

## 参考文献

- 1) 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1129002号）、2005年11月29日
- 2) 中野昌枝，小田真也，他；茶中の残留農薬分析法の検討，第45回全国衛生化学技術協議会年会講演集，77～78，2008年11月13日
- 3) 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），2007年11月15日

表2 改良法の妥当性評価結果 (その1)

基準値設定農薬		分析対象物質	回収率 (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)	妨害ピーク有(+)/無(-)
1	EPN	EPN	77	5.1	6.2	-
2	TCMTB	TCMTB	57	5.8	15.0	-
3	アザコナゾール	アザコナゾール	5	147.8	147.8	-
4	アジンホスメチル	アジンホスメチル	100	6.5	9.2	-
5	アセトクロール	アセトクロール	83	7.2	9.1	-
6	アトラジン	アトラジン	82	3.4	6.0	-
7	アニロホス	アニロホス	88	3.8	4.4	-
8	アメトリン	アメトリン	70	4.6	8.5	-
9	アラクロール	アラクロール	85	4.4	5.9	-
10	イサゾホス	イサゾホス	74	7.0	7.0	-
11	イソフェンホス	イソフェンホス	79	8.1	9.1	-
		イソフェンホスオキソン	67	19.0	19.0	-
12	イソプロカルブ	イソプロカルブ	80	7.2	11.5	-
13	イソプロチオラン	イソプロチオラン	80	5.1	10.7	-
14	イプロベンホス	イプロベンホス	85	4.2	12.4	-
15	イマザメタベンズメチルエステル	イマザメタベンズメチルエステル(1-2)	73	7.1	8.6	-
16	ユニコナゾール-P	ユニコナゾール-P	68	7.3	7.3	-
17	エスプロカルブ	エスプロカルブ	79	4.1	13.3	-
18	エタルフルラリン	エタルフルラリン	72	5.2	5.3	-
19	エディフェンホス	エディフェンホス	79	5.5	7.6	-
20	エトキサゾール	エトキサゾール	99	8.6	9.3	-
21	エトフメセート	エトフメセート	82	6.7	10.1	-
22	エトプロホス	エトプロホス	89	8.9	8.9	-
23	エトリムホス	エトリムホス	70	3.9	10.8	-
24	エンドスルファン	エンドスルファン( $\alpha$ )	76	8.4	8.4	-
		エンドスルファン( $\beta$ )	80	8.2	14.3	-
25	オキサジアゾン	オキサジアゾン	76	6.4	8.4	-
26	オキサジキシル	オキサジキシル	18	39.1	39.1	-
27	オキシフルオルフェン	オキシフルオルフェン	75	5.7	6.3	-
28	オメトエート	オメトエート	0	-	-	-
29	オリザリン	オリザリン	75	17.0	37.4	-
30	カズサホス	カズサホス	103	7.6	19.3	-
31	カフェンストロール	カフェンストロール	86	3.9	10.6	-
32	カルフェントラゾンエチル	カルフェントラゾンエチル	79	4.2	8.7	-
33	カルボキシシン	カルボキシシン	29	22.9	75.4	-
34	キナルホス	キナルホス	92	5.7	7.5	-
35	キノキシフェン	キノキシフェン	70	6.5	10.4	-
36	キノクラミン	キノクラミン	82	7.6	7.6	-
37	キントゼン	キントゼン	71	8.7	10.2	-
38	クレソキシムメチル	クレソキシムメチル	79	7.1	8.2	-
39	クロマゾン	クロマゾン	78	7.4	7.4	-
40	クロルエトキシホス	クロルエトキシホス	65	10.2	14.9	-
41	クロルタールジメチル	クロルタールジメチル	67	3.2	3.2	-
42	クロルデン	クロルデン( <i>cis</i> )	68	4.1	9.5	-
		クロルデン( <i>trans</i> )	75	5.9	6.0	-
43	クロルピリホスメチル	クロルピリホスメチル	73	4.8	6.4	-
44	クロルフェンソン	クロルフェンソン	71	2.3	2.3	-
45	クロルフェンビンホス	クロルフェンビンホス(E)	88	6.6	13.1	-
		クロルフェンビンホス(Z)	80	4.9	5.0	-
46	クロルブファム	クロルブファム	97	3.4	4.2	-
47	クロルプロファム	クロルプロファム	87	2.8	3.4	-
48	クロルベンシド	クロルベンシド	82	5.7	5.7	-
49	クロルベンジレート	クロルベンジレート	79	5.3	9.4	-
50	クロロネブ	クロロネブ	89	8.9	10.2	-
51	シアナジン	シアナジン	68	5.9	9.3	-
52	シアノホス	シアノホス	84	5.6	5.6	-
53	ジエトフェンカルブ	ジエトフェンカルブ	83	4.2	8.5	-
54	ジクロシメット	ジクロシメット(1-2)	83	2.9	12.2	-
55	ジクロトホス	ジクロトホス	13	18.2	41.8	-
56	ジクロロフェンチオン	ジクロロフェンチオン	69	4.0	13.0	-
57	ジクロホップメチル	ジクロホップメチル	75	2.9	7.0	-
58	ジクロラン	ジクロラン	90	4.0	8.3	-
59	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	77	3.4	3.4	-

表2 改良法の妥当性評価結果 (その2)

基準値設定農薬	分析対象物質	回収率 (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)	妨害ピーク有(+)/無(-)
60 ジスルホトン	ジスルホトン	41	27.5	33.2	-
	ジスルホトンスルホン	114	5.1	6.1	-
61 シニドンエチル	シニドンエチル	74	6.5	9.7	-
62 シハロホップブチル	シハロホップブチル	76	5.1	6.7	-
63 ジフェナミド	ジフェナミド	102	5.2	5.2	-
64 ジフルフェニカン	ジフルフェニカン	76	4.6	8.6	-
65 シプロコナゾール	シプロコナゾール(1-2)	45	21.7	43.2	-
66 シマジン	シマジン	91	5.3	5.3	-
67 ジメタメトリン	ジメタメトリン	81	4.2	6.8	-
68 ジメチルピホス	ジメチルピホス(E)	85	4.9	4.9	-
	ジメチルピホス(Z)	79	5.0	10.7	-
69 ジメテナミド	ジメテナミド	76	3.8	7.6	-
70 シメトリン	シメトリン	80	2.8	15.8	-
71 ジメピペレート	ジメピペレート	231	12.3	54.7	+
72 スピロキサミン	スピロキサミン(1-2)	26	6.3	74.7	-
73 スピロジクロフェン	スピロジクロフェン	71	11.8	11.8	-
74 ゴキサミド	ゴキサミド	121	13.3	39.0	-
75 ターバシル	ターバシル	88	6.5	10.8	-
76 チオベンカルブ	チオベンカルブ	84	4.2	9.5	-
77 チオメトン	チオメトン	43	27.7	39.7	-
78 チフルザミド	チフルザミド	77	5.8	7.1	-
79 テクナゼン	テクナゼン	76	8.9	11.7	-
80 テトラクロルピホス	テトラクロルピホス	79	4.5	4.5	-
81 テニルクロール	テニルクロール	92	6.3	6.3	-
82 テブコナゾール	テブコナゾール	70	29.5	65.3	-
83 テフルトリン	テフルトリン	74	4.3	4.7	-
84 デメトン-S-メチル	デメトン-S-メチル	67	20.9	30.5	-
85 テルブトリン	テルブトリン	91	4.3	10.4	-
86 テルブホス	テルブホス	71	5.5	5.5	-
87 トリアジメホン	トリアジメホン	87	5.0	9.9	-
88 トリアゾホス	トリアゾホス	86	5.9	12.1	-
89 トリアレート	トリアレート	75	3.8	9.2	-
90 トリシクラゾール	トリシクラゾール	23	129.1	182.6	-
91 トリブホス	トリブホス	86	8.5	16.6	-
92 トリフロキシストロビン	トリフロキシストロビン	87	5.0	5.0	-
93 トルクロホスメチル	トルクロホスメチル	74	4.4	7.4	-
94 トルフェンピラト	トルフェンピラト	86	5.5	9.5	-
95 2-(1-ナフチル)アセタミド	2-(1-ナフチル)アセタミド	14	129.2	182.6	-
96 ナプロパミド	ナプロパミド	84	7.6	7.6	-
97 ニトロタールイソプロピル	ニトロタールイソプロピル	75	6.0	9.2	-
98 ノルフルラゾン	ノルフルラゾン	47	38.4	42.3	-
99 パクロブトラゾール	パクロブトラゾール	88	9.2	9.7	-
100 ピコリナフェン	ピコリナフェン	73	6.2	7.3	-
101 ビテルタノール	ビテルタノール(1-2)	39	25.0	28.8	-
102 ビフェノックス	ビフェノックス	86	5.9	7.0	-
103 ビペロニルブトキシド	ビペロニルブトキシド	110	1.6	3.4	-
104 ビペロホス	ビペロホス	76	3.9	7.4	-
105 ビラゾホス	ビラゾホス	84	6.3	6.7	-
106 ビラフルフェンエチル	ビラフルフェンエチル	77	7.7	7.7	-
107 ビリダフェンチオン	ビリダフェンチオン	83	6.2	7.5	-
108 ビリブチカルブ	ビリブチカルブ	85	5.2	5.2	-
109 ビリプロキシフェン	ビリプロキシフェン	85	5.0	5.0	-
110 ビリミノバックメチル	ビリミノバックメチル(E)	76	4.2	4.2	-
	ビリミノバックメチル(Z)	77	3.6	9.0	-
111 ビリメタニル	ビリメタニル	77	3.9	5.7	-
112 ビロキロン	ビロキロン	81	7.4	10.7	-
113 ビンクロゾリン	ビンクロゾリン	78	5.2	12.0	-
114 フィプロニル	フィプロニル	82	3.2	8.0	-
115 フェナミホス	フェナミホス	49	31.4	43.5	-
116 フェナリモル	フェナリモル	86	8.7	8.7	-
117 フェノキサニル	フェノキサニル	79	3.4	7.9	-
118 フェノチオカルブ	フェノチオカルブ	92	3.1	9.9	-
119 フェノトリン	フェノトリン(1-2)	99	6.1	6.2	-
120 フェンアミドン	フェンアミドン	78	9.0	10.8	-

表2 改良法の妥当性評価結果(その3)

	基準値設定農薬	分析対象物質	回収率 (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)	妨害ピーク 有(+)/無(-)
121	フェンクロルホス	フェンクロルホス	75	5.3	16.2	-
122	フェンスルホチオン	フェンスルホチオン	3	316.2	316.2	-
123	フェンチオン	フェンチオン	62	9.6	14.9	-
124	フェンプロコナゾール	フェンプロコナゾール	11	7.8	141.6	-
125	フェンプロピモルフ	フェンプロピモルフ	75	4.2	5.6	-
126	フサライド	フサライド	84	9.3	12.6	-
127	ブタクロール	ブタクロール	86	6.8	6.8	-
128	ブタミホス	ブタミホス	78	2.5	4.9	-
129	ブピリメート	ブピリメート	72	4.0	4.1	-
130	ブプロフェジン	ブプロフェジン	78	11.4	14.0	-
131	フラムプロップメチル	フラムプロップメチル	89	5.9	18.7	-
132	フルアクリピリム	フルアクリピリム	105	7.7	19.3	-
133	フルキンコナゾール	フルキンコナゾール	72	6.1	6.1	-
134	フルジオキソニル	フルジオキソニル	76	3.3	5.2	-
135	フルチアセットメチル	フルチアセットメチル	80	4.3	14.9	-
136	フルトラニル	フルトラニル	77	3.6	6.8	-
137	フルトリアホール	フルトリアホール	18	16.1	142.1	-
138	フルフェンピルエチル	フルフェンピルエチル	79	2.7	2.7	-
139	フルミオキサジン	フルミオキサジン	64	8.5	15.8	-
140	フルミクロラックベンチル	フルミクロラックベンチル	80	4.9	15.3	-
141	フルリドン	フルリドン	30	9.6	12.4	-
142	プレチラクロール	プレチラクロール	74	4.1	4.2	-
143	プロシミドン	プロシミドン	92	7.8	15.8	-
144	プロバクロール	プロバクロール	80	4.4	7.5	-
145	プロパジン	プロパジン	78	3.2	4.4	-
146	プロパニル	プロパニル	91	3.1	6.9	-
147	プロバホス	プロバホス	76	6.7	8.2	-
148	プロパルギット	プロパルギット	96	5.9	6.8	-
149	プロピザミド	プロピザミド	98	7.3	16.4	-
150	プロヒドロジャスモン	プロヒドロジャスモン(1-2)	114	11.2	21.9	-
151	プロボキスル	プロボキスル	84	5.2	18.6	-
152	プロマシル	プロマシル	87	5.5	7.2	-
153	プロメトリン	プロメトリン	90	8.8	19.0	-
154	プロモプロピレート	プロモプロピレート	72	6.8	6.8	-
155	プロモホス	プロモホス	92	7.8	7.8	-
156	プロモホスエチル	プロモホスエチル	93	8.7	9.0	-
157	ヘキサコナゾール	ヘキサコナゾール	54	26.3	33.9	-
158	ヘキサジノン	ヘキサジノン	5	95.6	95.6	-
159	ベナラキシル	ベナラキシル	82	3.5	3.9	-
160	ベノキサコル	ベノキサコル	79	4.7	8.2	-
161	ヘブタクロル	ヘブタクロル	65	9.1	9.1	-
		ヘブタクロルエホキシド	69	4.4	4.4	-
162	ペンコナゾール	ペンコナゾール	64	15.6	15.9	-
163	ペンディメタリン	ペンディメタリン	75	4.6	8.4	-
164	ベンフルラリン	ベンフルラリン	70	3.8	3.8	-
165	ベンフレゼート	ベンフレゼート	73	4.1	5.3	-
166	ホスチアゼート	ホスチアゼート(1-2)	88	7.6	13.3	-
167	ホスファミドン	ホスファミドン	1	316.2	316.2	-
168	ホスメット	ホスメット	75	5.0	6.0	-
169	ホルモチオン	ホルモチオン	16	69.0	69.0	-
170	ホレート	ホレート	72	17.5	20.8	-
171	マラチオン	マラチオン	83	4.8	4.8	-
172	メカルバム	メカルバム	73	3.3	5.3	-
173	メタラキシル及びメフェノキサム	メタラキシル(異性体メフェノキサム)	78	4.2	5.5	-
174	メトキシクロル	メトキシクロル	91	5.7	7.3	-
175	メトブレレン	メトブレレン(1-2)	403	16.5	142.2	-
176	メトラクロール	メトラクロール	86	3.9	8.5	-
177	メビンホス	メビンホス	40	20.5	20.5	-
178	メフェナセット	メフェナセット	90	5.0	5.9	-
179	メフェンピルジエチル	メフェンピルジエチル	77	4.2	4.2	-
180	メプロニル	メプロニル	93	5.7	5.7	-
181	モノクロトホス	モノクロトホス	23	79.3	158.2	-
182	レスメトリン	レスメトリン(1-2)	61	13.9	13.9	-
183	レナシル	レナシル	100	7.8	7.8	+