

平成8年度の札幌市における残留農薬の検出状況について

阿部 敦子 鈴木 恵子 太田 紀之
佐藤 勇次 藤田 晃三

要 旨

平成8年度の収去検査において、塩素系、ピレスロイド系、リン系、窒素系、N-メチルカーバメート系の5系統の系統分析を行った。農作物と野菜果物加工品合計113検体について検査したところ、そのうち33検体から農薬を検出したが、食品衛生法あるいは農薬取締法の基準値を超えるものはなかった。

1. 緒 言

輸入品を含めた農産物やその加工品の残留農薬については、生産地における農薬使用状況に関する情報がほとんど得られないため、多種類の農薬を同時に分析し、検出状況を把握することがまず必要である。今回は、当所において従来行っていたゲル浸透クロマトグラフィー(GPC)を用いた前処理操作のうち、リン系、塩素系、ピレスロイド系、窒素系、N-メチルカーバメート系の5系統において共通する部分をまとめ、さらに効率化を図った。

平成8年度の収去検査にこの方法を応用したのでその概要を報告する。

2. 方 法

2-1 試 薬

標準溶液は林純薬(株)製、又は和光純薬(株)製の標準品を用いて、約1000 μ g/mlのアセトン溶液を調製した後、表1に示したとおり混合、希釈した。

N-メチルカーバメート系の塩酸溶液は、Milli-R X12PlusとMilli-Qで処理した水を有害金属測定用塩酸とpHメーターを用いてpHを3にあわせ、調製し

た。

GPC用溶媒、及びN-メチルカーバメート系の移動相(メタノール、テトラヒドロフラン、アセトニトリル)は高速液体クロマトグラフィー用を、N-メチルカーバメート系反応液の0-フタルアルデヒド(OPA)と2-メルカプトエタノールは生化学用、4-ほう酸ナトリウムは特級を用いた。

その他の溶媒、試薬は残留農薬試験用を用いた。
2-2 前処理方法

サンプリング及び試料の調製法は前回の報告¹⁾通りであるが、玉ねぎ、ねぎについては、試料を均質化する段階で凍結後に試料100gに対して2mlのリン酸を加えてから行う方法に改めた。

フローシートを図1に示した。

2-3 装置と操作条件

GPC装置、ガスクロマトグラフ、高速液体クロマトグラフおよびそれらの操作条件を表2から表6に示した。

2-4 定量方法

試料濃度(μ g/g)は、混合標準液と試料溶液のピーク面積から算出した試験溶液濃度(μ g/ml)を希釈倍率とサンプリング重量で補正して求めた。ただし、ガスクロで定量する農薬のうち同時に行

っている添加回収試験の回収率が150%を超えるものを検出したときは、標準添加法で濃度を測定しなおした。

農薬を検出した試料は、質量分析機などにより確認を行った。

2-5 添加回収試験

秤量後の試料に、添加用標準液を表7の濃度になるように加え、30分以上放置した後試験を行った。

3. 結果および考察

3-1 添加回収試験結果

結果を表7に示した。

ガスクロマトグラフィーの場合、農薬がカラム等を通過する際に、吸着等により減少する割合が、標準溶液よりも試料溶液のほうが少ない（以下このことをマトリックス効果と呼ぶ）ために回収率が100%を大きく超える傾向は、リン系のイソキサチオン、ピラクロホス、アジンホスメチル、塩素系のキャプタンなどで強く現れた。特に注入口やカラム先端が汚れてきたときには、添加試料のピークが出るにもかかわらず標準溶液のクロマトグラムにピークが見られないリン系のESPスルホンとプロパホスのピークが分離しない塩素系のキャプタン、リン系のメピンホス、窒素系のカルバリルなどのピークがブロードになるなどの異常が現れた。この際、注入口のインサートを交換しカラムの先端を約20cm折ることにより改善することができた。

添加回収試験の結果回収されていない農薬のうち、ごぼうとかぼちゃに添加したpp'-DDDは、ピークの分離が悪いため、op'-DDTピークの肩となっていた。キャプタン、カプタホールなどは、農作物中の成分によって変化する可能性があることが知られているが、かぼちゃと大根について、玉ねぎに行ったのと同様に、試料均質化の際にリン酸を添加し同様に再検査したところ、回収された。大根のTPNについても同様であった。さやえんどうの

プロパニル、アスパラのホスファミドン、レイシのジスルホトンについても同様に検討してみる必要があると思われる。

3-2 実試料の調査結果

平成8年4月から平成9年3月までの期間に収去検査として持ち込まれた輸入及び国内産の農産物等13検体のうち、リン系については108検体、塩素およびピレスロイド系41検体、窒素系21検体、N-メチルカーバメート系16検体について検査を行った。結果を表8に示した。

農産物については食品衛生法の基準値または農薬取締法の登録保留基準値を上回ったものは無かった。基準のない加工食品については、ママレードのカルバリル、グリーンピースのキャプタンはそれぞれ、夏みかんの皮の食品衛生法の基準である1.0ppm、豆類の登録保留基準の5.0ppmと比較して十分に小さい値であると考えられる。

4. 結 語

GPC 多成分分析法により 108 種の農薬について系統的な分析が可能となった。

今後は、回収されない農薬についてその理由等の検討、マトリックス効果が農作物あるいは農薬の違いによってどのように現れるかを調査し、効率的にこれを除去して定量する方法の検討等を行うと共に、添加回収試験の結果を利用して、食品検査の業務管理基準に適合したバリデーションが行えるよう、試験法を改良したい。

5. 文 献

- 1) 阿部敦子他：札幌市衛生研究所年報，22，109-116，1995

Pesticide Residues in Food Collected in Sapporo City during Fiscal 1996

Atsuko Abe, Keiko Suzuki, Noriyuki Oota,
Yuji Sato, Kozo Fujita

Multiresidue analysis method for 108 pesticides of 5 classes (53 organophosphorous, 25 organochlorine, 12 pyrethroid, 5 organonitrogen and 13 N-methyl carbamate) was determined.

By this method, 20-kind pesticides were detected in 34 out of 113 food samples tested during fiscal 1996. All the detected concentration were less than the regulation limits of Food Sanitation Law or Agricultural Chemicals Regulation Law.

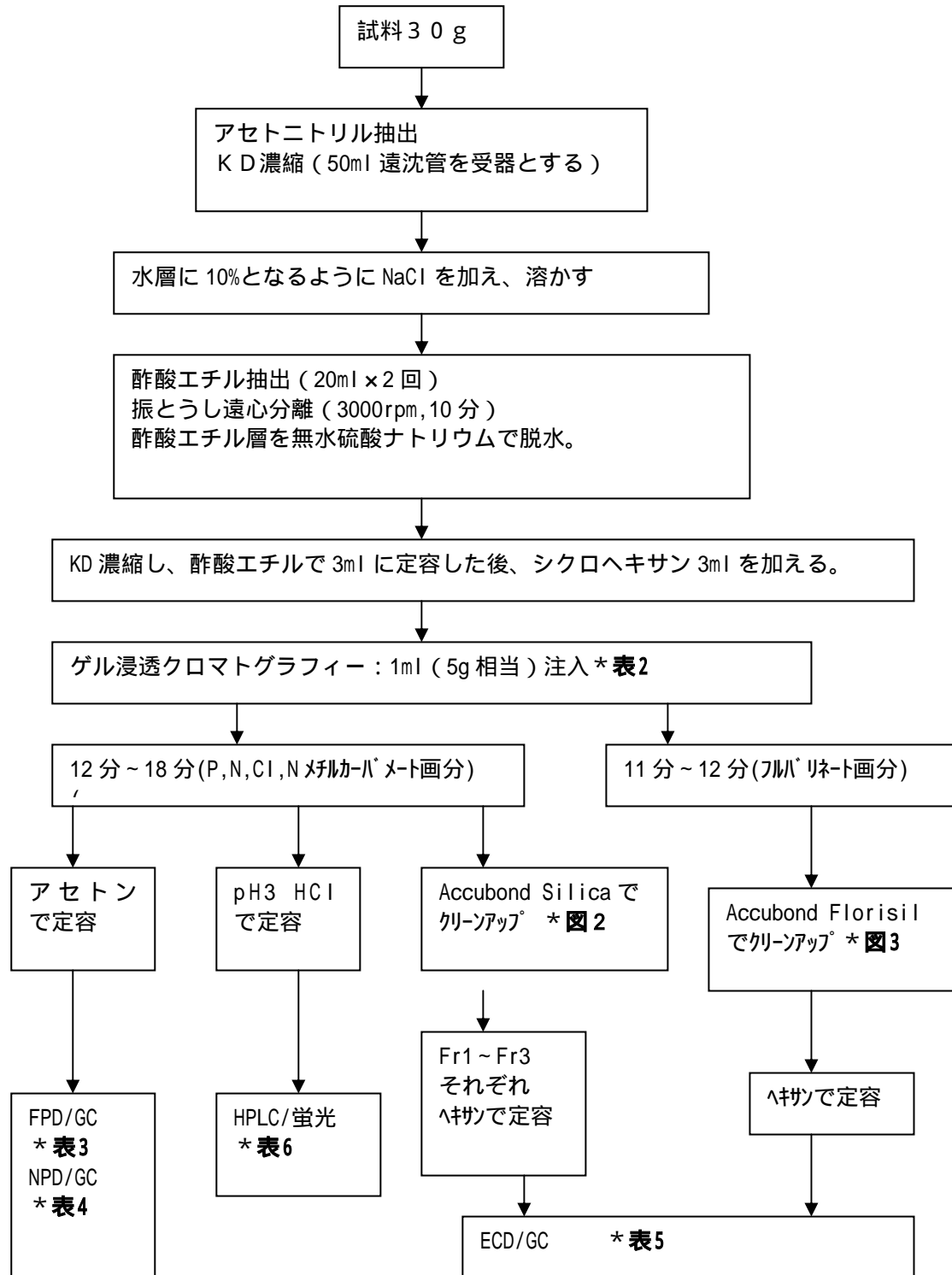


図1 試料溶液の調製フローシート

表1 測定用及び添加回収試験用混合標準溶液とその濃度

塩素系およびピレスロイド系(n-ヘキサン溶液)

CI 29	濃度(μg/ml)	
	添加用	GC測定用
- B H C	0.4	0.02
C N A	0.4	0.02
- B H C	0.4	0.02
-BHC	0.4	0.02
プロピザミド	2.0	0.10
- B H C	0.4	0.02
クロタロニル	0.4	0.02
ヘプタクロル	0.4	0.02
アルトリン	0.4	0.02
ジコホル	2.0	0.10
ヘプタクロルイソキント	0.4	0.02
キャプタン	2.0	0.10
プロシミドン	2.0	0.10
PP'-DDE	0.4	0.02
ディルトリン	0.4	0.02
イントリン	0.4	0.02
クロルベンジレート	2.0	0.10
PP'-DDD	0.4	0.02
OP'-DDT	0.4	0.02
クロロクロロフェン	0.4	0.02
PP'-DDT	0.4	0.02
カクタホル	2.0	0.10
プロムプロピレート	2.0	0.10
メキシクロル	2.0	0.10
シハロトリン	1.0	0.05
ヘルメトリン	4.0	0.20
シヘルメトリン	4.0	0.20
フルハリネート	2.0	0.10
デルタメトリン	2.0	0.10

CI 15	濃度(μg/ml)	
	添加用	GC測定用
イクロメザール	2.0	0.10
キントゼン	0.4	0.02
プロパニル	2.0	0.10
アレスリン	2.0	0.10
イントスルファン	1.0	0.05
クロロフェン	2.0	0.10
イントスルファン	1.0	0.05
ニトラリン	2.0	0.10
テトラメスリン	10.0	0.50
フェンプロパトリン	2.0	0.10
ピフェノクス	1.0	0.05
シフルトリン	4.0	0.20
フルシトリネート	2.0	0.10
フェンバレート	2.0	0.10
トラロメトリン	2.0	0.10

リン系

添加用混合標準溶液

P 3 5 : 表7-2のジクロリスからピラクロリスまでの各々を2μg/ml 含むアセトン溶液

P 2 0 : 表7-2のピリスからアジリスまでの各々を2μg/ml 含むアセトン溶液

ガスクロマトグライ用混合標準溶液

P 3 5、P 2 0 おのをおのをアセトンで10倍希釈したもの

Nメチルカーバメート系

添加用混合標準溶液

C 1 3 : 表7-3のメチルからメチルまでの各々を20μg/ml 含むアセトン溶液

高速液体クロマトグライ用混合標準溶液

C 1 3 を用時 p H 3 の塩酸溶液で希釈して0.02 μg/ml から2 μg/ml までの標準列を作成

窒素系

添加用およびガスクロマトグラフィー用混合標準溶液

表7-4の知ルブ、ロアムからピリタノールまでの各々を2 μg/ml 含むアセトン溶液

表2 GPC装置とその操作条件

装置：SCL-10A(コントローラ)、SIL-10A(オートサンプラ)、LC-10AS(ポンプ) FRC-10A(フラクションコレクタ)、DGL-2A(デガッサ) カラム：Envirogel (19×300mm) 移動相：酢酸エチル:シロヘキサン = 1 : 1 流量：4ml / 分 カラム温度：室温 分取画分：11分～12分；フルリネート, フルシリネート 12分～18分；その他のP,N,Cl,ピレスロイド、Nメチルカバメート

表3 ガスクロマトグラフ (FPD) 装置とその操作条件

装置：島津 GC15A 検出器：FPD(Pフィルタ) キャリアガス：ヘリウム 1.2kg / cm ² 注入口：250 スプリットス(2分) 注入量：2 μ l 検出器温度：280 メークアップガス：窒素 20ml / 分 カラムとオープン温度： DB1701(30×0.32×0.25) 60 (2分) - 15 /分—210 (2分) - 3 /分 - 260 (1分) DB210(30×0.32×0.25) 60 (2分) - 20 /分—180 (2分) - 5 /分 - 240 (15分) DB1301(30×0.25×0.25) 60 (2分) - 15 /分—210 (2分) - 3 /分 - 260 (1分)
--

表4 ガスクロマトグラフ (FTD) 装置とその操作条件

装置：島津 GC15A 検出器：FPD(Pフィルタ) キャリアガス：ヘリウム 1.2kg / cm ² 注入口：250 スプリットス(2分) 注入量：2 μ l 検出器温度：280 メークアップガス：窒素 20ml / 分 カラムとオープン温度： DB210(30×0.32×0.25) 60 (2分) - 20 /分—180 (2分) - 5 /分 - 240 (15分) DB17(30×0.25×0.25) 60 (2分) - 20 /分—210 (2分) - 5 /分 - 280 (0分)

表5 ガスクロマトグラフ (ECD) 装置とその操作条件

装置：HP5890 キャリアガス：ヘリウム 20cm/秒(50 ; constant flow) 注入口：270 スプリットス(2分) 注入量：2 μ l 検出器温度：300 メークアップガス：窒素 60ml / min カラム：DB5(30×0.32×0.25) オープン温度 50 (2分) - 15 /分—150 (2分) - 8 /分 - 230 (4分) - 25 /分 - 280 (10分)
--

表6 Nメチルカバメート系農薬測定用装置とその操作条件

装置 : Carbamate System(Waters)

カラム : Carbamate Analysis(3.9×150mm) カラム温度 : 40

反応槽温度 : 80 分解液 : 0.05N NaOH

反応液 : 100mg/l OPA、50 μl/l 2-メチルトイタノール含有 0.05M4 ほう酸 Na 溶液

移動相 :

時間 (min)	流速 (ml/min)	水 (%)	メタノール (%)	THF (%)	曲線
0.0	1.0	88.0	12.0	0.0	0
0.1	1.0	90.0	0.0	10.0	11
20.0	1.0	70.0	0.0	30.0	7
30.0	1.0	88.0	12.0	0.0	11

時間 (min)	流速 (ml/min)	水 (%)	メタノール (%)	CH ₃ CN (%)	曲線
0.0	1.5	88.0	12.0	0.0	0
4.0	1.5	88.0	12.0	0.0	1
4.1	1.5	68.0	16.0	16.0	3
25.0	1.5	50.0	25.0	25.0	10
40.0	1.5	88.0	12.0	0.0	9

時間 (min)	流速 (ml/min)	水 (%)	メタノール (%)	CH ₃ CN (%)	曲線
0.0	1.0	90.0	0.0	10.0	0
5.0	1.0	90.0	0.0	10.0	6
25.0	1.0	60.0	0.0	40.0	8
30.0	1.0	40.0	0.0	60.0	2
35.0	1.0	90.0	0.0	10.0	10

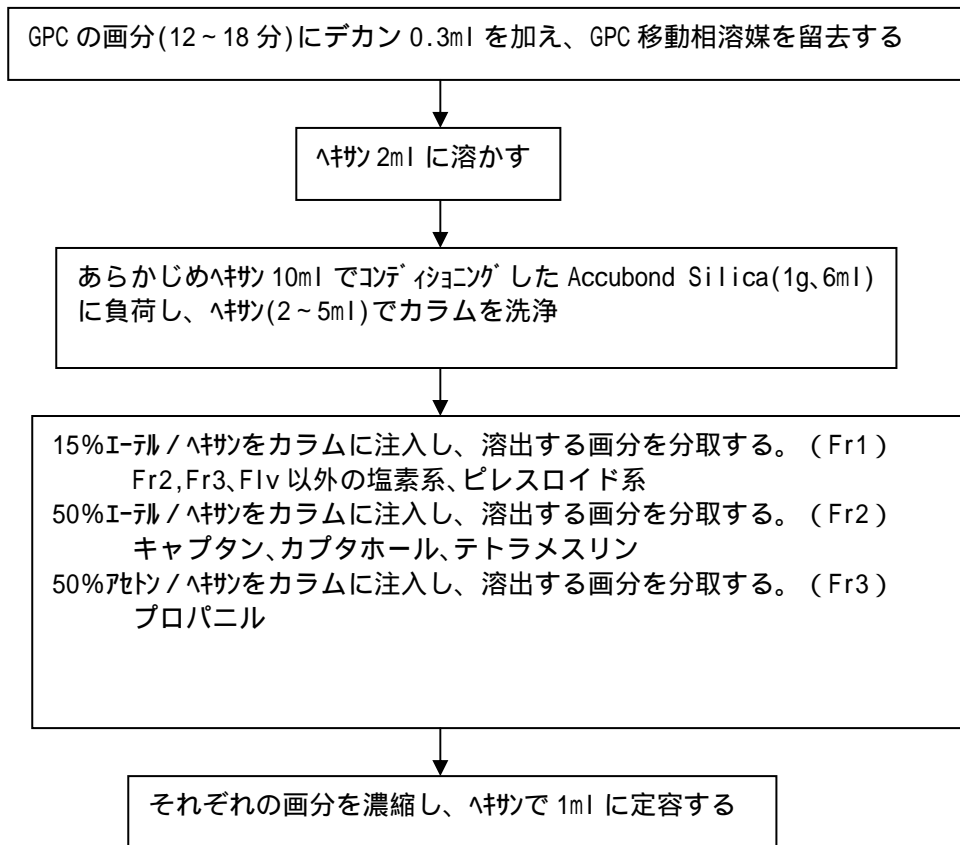


図2 Accubond Silica による塩素系及びピレスロイド系農薬のクリーンアップ

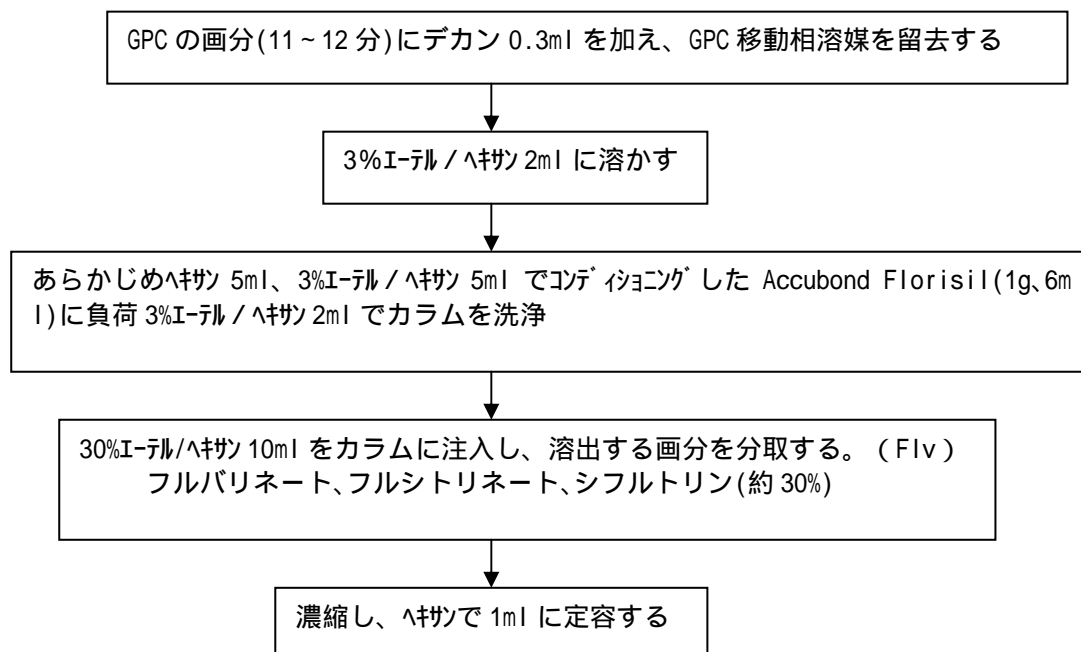


図3 Accubond Florisil によるフルバリネート、フルシトリネートのクリーンアップ

表7-1 添加回収試験結果（有機塩素系、ピレスロイド系）

農 薬 名	添加濃度 μg/g試料	農 作 物 名 (単位：%)								
		ブロッコリー	ごぼう	畑	かぼちゃ	みかん	さやえんどう	大根	ぶどう	ピスタチオ
- BHC	0.004	55.0	59.5	77.5	79.0	89.5	72.5	74.5	66.5	65.0
CNA	0.004	34.5	0.0	77.0	84.0	74.5	54.5	63.0	69.0	18.0
- BHC	0.004	67.3	112.0	106.0	90.0	142.0	54.5	125.0	79.0	112.0
-BHC	0.004	51.7	28.5	67.2	88.9	112.0	77.0	55.0	61.5	93.5
ブロコリー	0.05	103.0	94.4	296.0	256.0	260.0	271.0	114.0	247.0	222.0
- BHC	0.004	61.0	86.7	87.5	87.5	89.0	78.5	*2	74.5	64.0
クロロピリフェス	0.004	43.0	0.0	86.5	25.1	98.5	62.0	0.0	88.2	73.5
ヘキサクロシクロピリフェス	0.004	63.5	86.7	109.0	218.0	316.0	72.5	*2	59.5	305.0
アルドリネ	0.004	63.0	59.1	88.5	31.1	71.0	16.9	55.5	12.3	50.0
ジシメトール	0.02	90.3	91.0	75.8	207.0	170.0	62.2	96.3	48.5	166.0
ヘキサクロシクロピリフェス	0.004	63.5	136.0	81.5	91.5	103.0	87.5	80.5	77.5	72.5
キャプタン	0.02	57.9	350.0	44.1	0.0	94.4	161.0	0.0	115.0	53.7
ブロシメトール	0.02	93.2	141.0	92.9	124.0	113.0	12.9	62.8	110.0	112.0
PP'-DDE	0.004	82.3	86.0	96.0	45.9	42.5	39.5	84.8	40.1	27.6
ディルトリン	0.004	65.5	77.0	87.4	86.1	94.5	91.0	106.0	70.0	70.5
エンドスルファン	0.004	78.5	106.0	99.5	117.0	101.0	104.0	78.0	79.5	76.5
クロロピリフェス	0.02	121.0	53.2	57.6	114.0	67.0	113.0	91.3	100.0	97.0
PP'-DDD	0.004	80.0	0.0	109.0	0.0	19.0	99.9	169.0	89.0	68.8
OP'-DDT	0.004	75.0	149.0	109.0	200.0	127.0	70.3	78.0	67.5	94.5
クロロピリフェス	0.004	116.0	162.0	161.0	167.0	182.0	154.0	78.5	96.0	160.0
PP'-DDT	0.004	730.0	94.0	110.0	148.0	160.0	138.0	166.0	83.0	133.0
カプタール	0.02	80.9	161.0	53.5	8.5	94.8	98.4	52.5	116.0	75.3
ブロシメトール	0.02	101.0	138.0	144.0	136.0	119.0	131.0	90.6	115.0	94.8
メトキシクロピリフェス	0.02	93.9	173.0	204.0	124.0	128.0	97.0	83.3	89.1	100.0
シハロトリン	0.01	46.2	158.0	37.6	38.6	*1	44.5	71.6	134.0	*1
ヘルメトリン	0.04	93.2	130.0	131.0	123.0	*1	109.0	178.0	93.2	*1
シヘルメトリン	0.04	90.7	125.0	145.0	113.0	*1	139.0	193.0	114.0	*1
フルバリネート	0.02	95.9	83.3	72.0	117.0	*1	44.0	82.3	102.0	*1
デルタメトリン	0.02	90.6	104.0	131.0	153.0	146.0	168.0	108.0	101.0	144.0
エクロメソール	0.02	87.5	91.3	103.0	90.8	79.2	113.0	*2		
キントゼン	0.004	68.5	101.0	95.0	70.5	109.0	64.0	93.5		
ブロピル	0.02	165.0	50.3	33.1	*1	121.0	0.0	*1		
アレスリン	0.02	94.8	120.0	101.0	103.0	61.7	94.0	168.0		
エンドスルファン	0.01	67.8	102.0	94.2	91.9	31.2	77.2	92.4		
ニトロフェン	0.02	104.0	172.0	154.0	87.7	104.0	125.0	151.0		
エンドスルファン	0.01	81.8	32.8	88.5	113.0	93.0	85.8	87.4		
ニトラリン	0.02	153.0	229.0	469.0	87.4	76.0	199.0	87.8		
テトラメスリン	0.1	167.0	52.0	93.5	*1	110.0	120.0	171.0		
フェンプロパトリン	0.02	109.0	119.0	120.0	117.0	82.7	80.7	183.0		
ピフェナクス	0.01	119.0	189.0	191.0	11.6	100.0	147.0	206.0		

シフトリン	0.04	97.2	81.8	91.1	97.3	57.4	92.3	156.0
アルシトリン	0.02	111.0	118.0	126.0	148.0	88.7	52.4	73.2
フェンバレー	0.02	137.0	121.0	119.0	153.0	102.0	130.0	243.0
トラロメリン	0.02	81.0	127.0	132.0	121.0	88.7	108.0	194.0

* 1 : 該当画分を分析していないため、データなし

* 2 : 妨害ピークにより測定できない

* 3 : 標準溶液のピークが出ないため回収率を計算できない

表7-2 添加回収試験結果(リン系)

農薬名	農作物名 (単位：%)														
	白菜	レタ	レタ	スナップ	アスパラ	洋なし	レモン	玉ねぎ	玄米	小麦粉	トマト	レモン	マンゴ	さやえんどう	キャベツ
ジクロロホス	64.6	92.1	159.0	124.0	90.3	99.5	147.0	139.0	85.3	59.7	149.0	100.0	130.0	106.0	108.0
メタクリホス	62.0	65.0	102.0	85.0	46.1	87.9	92.6	98.8	93.9	72.8	116.0	93.4	118.0	97.1	98.4
エトプロホス	84.4	94.3	121.0	112.0	75.1	96.6	101.0	105.0	93.7	77.1	127.0	110.0	126.0	100.0	96.7
ホレート	60.2	68.9	34.9	90.6	70.6	88.2	82.1	80.7	57.7	66.6	125.0	107.0	120.0	91.7	87.2
サリチオン	71.4	68.4	94.7	111.0	83.2	92.4	97.8	117.0	110.0	77.0	133.0	107.0	126.0	112.0	108.0
ダ イジ ン	74.6	72.4	113.0	91.8	78.9	85.2	79.8	92.3	99.3	83.8	118.0	107.0	103.0	92.9	135.0
エトリムホス	76.3	79.0	117.0	98.4	79.2	89.6	87.7	103.0	104.0	84.0	121.0	103.0	119.0	101.0	454.0
イプロホス	111.0	115.0	141.0	154.0	92.3	99.9	107.0	130.0	124.0	80.9	140.0	125.0	134.0	81.3	122.0
シアノホス	57.7	60.9	123.0	75.2	84.6	78.8	108.0	120.0	115.0	82.5	140.0	121.0	150.0	135.0	110.0
クロルピリホスメチル	71.2	77.6	136.0	96.4	73.7	92.4	86.8	102.0	123.0	86.7	122.0	116.0	125.0	96.9	95.4
トルクロホスメチル	89.0	92.0	97.0	127.0	61.9	90.1	91.5	79.2	103.0	84.2	114.0	102.0	117.0	91.0	95.5
ピリミホスメチル	86.3	100.0	118.0	123.0	72.8	95.4	80.9	91.7	114.0	90.4	122.0	107.0	49.6	102.0	99.7
クロルピリホス	97.3	103.0	110.0	122.0	53.4	80.1	63.4	108.0	108.0	89.9	167.0	105.0	124.0	96.3	99.2
パラチオンメチル	105.0	108.0	134.0	121.0	88.8	108.0	113.0	135.0	140.0	99.4	184.0	135.0	155.0	147.0	116.0
ホルモチオン	85.2	110.0	57.0	101.0	87.6	116.0	127.0	155.0	106.0	77.9	125.0	145.0	183.0	179.0	128.0
マラチオン	91.3	94.0	122.0	123.0	74.2	99.7	89.2	113.0	102.0	85.7	137.0	111.0	138.0	99.5	111.0
フェントロチオン	97.2	102.0	124.0	119.0	77.5	102.0	99.2	110.0	115.0	89.9	153.0	118.0	141.0	127.0	105.0
パラチオン	104.0	106.0	118.0	113.0	83.7	99.5	107.0	127.0	131.0	93.8	121.0	122.0	140.0	118.0	107.0
プロモホスメチル	90.1	90.2	113.0	105.0	80.9	92.0	92.8	107.0	110.0	86.5	134.0	108.0	123.0	93.5	100.0
キナルホス	97.9	105.0	125.0	126.0	87.1	98.5	95.8	116.0	111.0	82.7	131.0	118.0	135.0	114.0	103.0
フェントエート	101.0	111.0	121.0	135.0	81.6	101.0	100.0	115.0	106.0	78.7	123.0	112.0	126.0	98.6	99.0
プロチホス	120.0	130.0	119.0	158.0	83.4	92.6	92.2	112.0	104.0	88.5	202.0	101.0	129.0	101.0	99.4
メチダチオン	76.7	80.6	139.0	125.0	100.0	120.0	111.0	148.0	148.0	85.3	161.0	167.0	146.0	218.0	132.0
プロタミホス	101.0	117.0	174.0	123.0	84.9	117.0	129.0	128.0	130.0	91.1	225.0	132.0	175.0	166.0	98.9
フェナミホス	449.0	113.0	52.5	246.0	122.0	125.0	116.0	161.0	92.8	62.9	132.0	357.0	147.0	222.0	114.0
イソキサチオン	*3	58.6	*3	180.0	*3	*3	563.0	273.0	*3	*3	*3	*3	*3	*3	*3

エチオン	90.9	103.0	118.0	120.0	85.5	96.7	99.5	111.0	116.0	93.2	132.0	107.0	131.0	102.0	99.1
エディフェンホス	102.0	131.0	218.0	165.0	117.0	118.0	149.0	179.0	140.0	71.2	211.0	197.0	201.0	264.0	127.0
フェンスルホチオン	255.0	142.0	239.0	146.0	136.0	128.0	179.0	195.0	203.0	84.5	301.0	213.0	142.0	315.0	163.0
シアノフェンホス	73.4	87.1	151.0	90.5	90.5	98.2	99.7	117.0	114.0	86.5	132.0	132.0	152.0	138.0	108.0
EPN	100.0	111.0	146.0	118.0	92.0	109.0	115.0	119.0	154.0	98.9	155.0	154.0	164.0	169.0	130.0
ピリダフェンチオン	76.5	147.0	223.0	105.0	111.0	113.0	129.0	154.0	159.0	87.7	187.0	204.0	208.0	232.0	125.0
ホスメット	85.4	110.0	313.0	174.0	141.0	158.0	181.0	247.0	218.0	98.6	323.0	430.0	361.0	1160.0	98.9
ホサロン	88.6	92.1	219.0	131.0	112.0	109.0	115.0	150.0	158.0	107.0	179.0	174.0	213.0	391.0	147.0
ピラクロホス	136.0	252.0	*3	231.0	118.0	157.0	172.0	160.0	*3	*3	*3	*3	158.0	*3	*3
メビンホス	63.1	187.0	155.0	86.7	117.0	92.9	197.0	290.0	93.3	104.0	238.0	167.0	148.0	*3	153.0
テルブホス	63.6	139.0	12.0	121.0	97.4	72.4	84.1	171.0	59.8	81.8	151.0	113.0	119.0	114.0	96.4
ホノホス	91.9	99.9	108.0	88.1	82.6	64.1	79.4	178.0	83.2	89.6	126.0	90.7	107.0	90.9	110.0
ジスルホトン	55.7	78.0	0.0	71.9	141.0	112.0	136.0	158.0	10.4	26.5	256.0	292.0	330.0	218.0	*2
ジクロフェンチオン	107.0	112.0	135.0	96.5	86.4	65.9	80.5	188.0	88.8	98.1	129.0	93.9	112.0	78.7	99.9
ジメトエート	47.3	322.0	295.0	98.8	131.0	86.7	110.0	346.0	143.0	113.0	258.0	225.0	151.0	213.0	183.0
フェンクローホス	69.9	85.5	131.0	70.2	84.7	67.3	79.3	202.0	89.9	101.0	133.0	97.9	116.0	94.7	103.0
ホスファミドン	59.6	147.0	239.0	403.0	0.0	87.6	115.0	362.0	118.0	94.1	240.0	210.0	40.6	172.0	125.0
フェンチオン	89.6	105.0	18.6	108.0	97.0	74.4	95.9	186.0	63.4	82.1	159.0	127.0	144.0	117.0	99.1
プロモホスメチル	77.2	89.2	133.0	82.1	78.1	73.8	85.8	205.0	109.0	108.0	144.0	102.0	122.0	97.0	102.0
クロルフェビンホス(E)	109.0	123.0	168.0	95.3	87.7	71.4	103.0	218.0	111.0	103.0	153.0	123.0	119.0	131.0	104.0
イソフェンホス	119.0	136.0	178.0	113.0	97.0	70.9	97.8	213.0	92.5	101.0	163.0	104.0	142.0	105.0	109.0
クロルフェビンホス(Z)	94.2	132.0	161.0	90.8	104.0	70.0	97.9	216.0	99.3	99.1	162.0	112.0	119.0	118.0	107.0
ESPスルホン	92.7	226.0	659.0	282.0	133.0	102.0	174.0	616.0	218.0	198.0	613.0	703.0	129.0	688.0	256.0
プロパホス	86.2	143.0	28.3	140.0	92.2	77.0	74.2	242.0	67.6	75.2	150.0	152.0	115.0	122.0	84.8
テトラクロルビンホス	119.0	143.0	204.0	150.0	78.7	78.5	98.3	281.0	109.0	100.0	159.0	154.0	138.0	118.0	118.0
プロフェノホス	80.9	146.0	178.0	83.4	97.7	75.6	101.0	241.0	102.0	112.0	173.0	120.0	157.0	116.0	119.0
スルプロホス	136.0	121.0	24.9	144.0	91.1	79.0	98.1	171.0	62.8	79.6	168.0	133.0	164.0	131.0	103.0
トリアゾホス	68.8	190.0	790.0	87.0	111.0	81.0	103.0	384.0	218.0	191.0	256.0	250.0	174.0	365.0	193.0
ピペロホス	113.0	138.0	235.0	117.0	101.0	85.4	82.5	173.0	113.0	127.0	182.0	130.0	135.0	126.0	120.0
アジンホスメチル	59.3	191.0	*3	162.0	216.0	117.0	58.5	136.0	250.0	*3	*3	*3	*3	*3	*3

添加濃度は、すべて0.04 $\mu\text{g/g}$ である

- * 1 : 該当画分を分析していないため、データなし
- * 2 : 妨害ピークにより測定できない
- * 3 : 標準溶液のピークが出ないため回収率を計算できない

表7-3 添加回収試験結果 (Nメチルカーバメート系)

農 薬 名	添加濃度 μg/g試料	農作物名 (単位: %)	
		ブロッコリー	トマト
オキサミル	0.04	69.0	64.5
メソミル	0.04	88.0	70.0
アルジカルブ	0.04	29.5	49.5
メトルカルブ	0.04	118	93.5
プロホキシル	0.04	83.0	64.0
カルボフラン	0.04	90.5	62.0
ペンタイオカルブ	0.04	84.0	62.0
キシリルカルブ	0.04	70.5	60.5
XMC	0.04	66.5	59.5
エチオフェンカルブ	0.04	21.0	44.5
イソプロカルブ	0.04	53.0	69.7
フェノカルブ	0.04	73.5	51.0
メチオカルブ	0.04	108	39.0
アルジカルブ・スルホキッド*	0.04	52.8	0

*分子量比をかけたアルジカルブに換算したもの

表7-4 添加回収試験結果(窒素系)

農 薬 名	添加濃度 μg/g試料	農作物名 (単位: %)	
		イチゴ	トマト
クロルプロファム	0.4	106	89.1
カルバリル	0.4	1070	*1
レナシル	0.4	306	124.0
イプロジオン	0.4	601	121.0
ピタタノール	0.4	449	117.0

*1: 該当画分を分析していないため、データなし

表8 収去検体の検査結果

試料名 (検出検体数 / 検査検体数)	検出農薬名 (検出濃度 μg/g)
玄米 (1 / 4)	エディフェンホス (0.02)
小麦粉 (0 / 6)	
オレンジ (3 / 6)	クロルピリホス (0.03, 0.22, 0.02)
グレープフルーツ (2 / 6)	クロルピリホス (0.02) イチオン (0.10)
レモン (4 / 6)	クロルピリホス (0.06, 0.04, 0.02, 0.02)
バナナ (4 / 4)	クロルピリホス (0.04, 0.02, 0.02) ビリタノール (0.07, 0.06, 0.18) イプロジオン (0.88)
りんご (1 / 4)	クロルピリホス (0.03)
ぶどう (1 / 4)	キャプタン (0.11)
みかん (1 / 2)	メチダチオン (0.01)
レイシ (1 / 1)	パラチオン (0.06)
西洋なし (1 / 1)	クロルピリホス (0.05) シアノホス (0.04)
もも (1 / 1)	イプロジオン (0.14)
その他の果物 (0 / 12)	
さやえんどう (2 / 3)	ジメトエート (0.10) ジコホル (0.02) フェンハレート (0.011)
ピーマン (1 / 2)	スルホホス (0.06)
レタス (1 / 2)	EPN (0.02)
セロリ (1 / 1)	ヘルメトリン (0.02) オキサミル (0.085)
ナス (1 / 1)	EPN (0.03)
ほうれんそう (1 / 1)	シヘルメトリン (0.10)
その他の野菜 (0 / 25)	
ピスタチオナッツ (2 / 2)	ダイジノ (0.04, 0.03) ビリホスメチル (0.02)
ママレード (1 / 1)	カルバリル (0.09)
ジャム類 (0 / 2)	
冷凍フライドポテト (2 / 6)	クロルピロファミン (0.01, 0.007)
冷凍グリーンピース (1 / 1)	キャプタン (0.18)
冷凍コーン (0 / 3)	
乾燥果実 (0 / 6)	
合計 (33 / 113)	