

GC/MSによる農産物中の残留農薬一斉分析法の検討 (第2報)

葛岡修二 伊勢香織 鈴木恵子
酒井昌昭 宮下妙子 矢野公一

要 旨

平成18年度に報告したガスクロマトグラフ質量分析計 (GC/MS) を用いた多種農薬の一斉分析法について、アセトニトリルによる抽出後の塩析時にリン酸緩衝液を添加する操作を加え、添加回収試験の回収率が向上するか検討を行った。添加回収試験の回収率が50%から150%の範囲にあったものは161農薬中101農薬 (63%) から145農薬 (90%) へと増加し、リン酸緩衝液の添加が回収率の向上に有効であった。また、GC/MS測定時にイオン源部の温度設定を高くすることで目的物質の感度が向上することが示唆された。

1. 緒 言

現在国内、国外において使用が確認されている農薬は700種を超えている。2006年5月29日以降、法に定められていない農薬・動物用医薬品などの食品中への残留を原則禁止するポジティブリスト制度による規制が実施されているため、これら全ての農薬が食品中への残留について法的規制の対象となっている。分析機関においては、ポジティブリスト制度の実効性を高めるため、多種の農薬を効率的に分析すること、検査データの信頼性を確保することの重要性がより高まっている。

当所では、ポジティブリスト制度への対応を主な目的として、GC/MSを用いた農産物中の残留農薬一斉分析法¹⁾ (以下、前報と表記する) について検討を行い、平成18年度に報告したところであるが、検査対象の拡大と検査精度向上のための改良法の検討は恒常的な課題である。

そこで、前報の前処理法およびGC/MSによる測定について改良が可能であるか検討を行なった。

前処理については、より多くの農薬を同時に安定して測定することを目的とし、試料を有機溶媒

で抽出した後にリン酸緩衝液 (pH 7.0) を添加する操作を加え、添加回収試験の回収率向上を試みた。

また、GC/MS測定については、イオン源内部で生成したイオンの脱イオン化などによる損失が特に顕著となる0.02ppm程度の低濃度の農薬標準溶液の測定に着眼し、イオン源部の温度を通常より高く設定することにより、イオン源内部での目的物質の損失を減少させ、感度を向上させることが可能であるか、および検量線の直線性が向上するかの検討を行なった。

2. 方 法

2-1 前処理法の検討

8種の農産物 (玄米、大豆、とうもろこし、キャベツ、ほうれんそう、ばれいしょ、リンゴ、オレンジ) を対象に 161種の農薬標準品を混合した標準溶液を用いて添加回収試験を行った。

2-1-1 試 薬

特に表記のない試薬については残留農薬分析用を用いた。

オクタデシルシリル化シリカゲル (ODS) ミニカラムは、Bond Elute MEGA BE-C18 (1000mg ; VARIAN社製) を使用する直前にアセトニトリル 10ml でコンディショニングしたものを用いた。

トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル/エチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲル (SAX/PSA) 積層ミニカラムは、Bond Elute MEGA BE-SAX/PSA (500mg/500mg VARIAN社製) を使用する直前に30%アセトン/ヘキサン溶液10ml でコンディショニングしたものを用いた。

0.5mol/L リン酸緩衝液 (pH7.0) は、リン酸水素二カリウム (特級) 52.7 g およびリン酸二水素カリウム (特級) 30.2 g を量り採り、水に溶解した後、1mol/L水酸化ナトリウムまたは1mol/L塩酸を用いてpHを7.0に調整し、水を加えて1Lとしたものを用いた²⁾。

2-1-2 試験溶液の調製法および装置条件

試験溶液の調製方法を図 1 に示した。アセトニトリルを用いた抽出を行い、塩析により水分を除去する際にリン酸緩衝液 (pH7.0) を添加する操作を加えた点が前報と異なる。脂質などの夾雑物の除去を目的としてODSミニカラムによる精製を行ない、その後、脂肪酸などの酸性夾雑物および色素類などの除去を目的としてSAX/PSA積層ミニカラムを用いて精製^{3, 4, 5, 6)}を行う点は前報と同様である。

2-1-3 添加回収試験における農薬標準品添加量および定量方法

添加回収試験は秤量した試料 (25g) について 0.04 μ g/gとなるよう混合標準溶液を添加し、30分間放置した後、抽出操作を行った。回収率の計算は絶対検量線法によって行った。GC/MS注入後に異性体等を生じ、クロマトグラム上に複数のピークが検出された農薬については、リテンションタイムの早いものから順に1~4の番号を付け (表 1)、それぞれについて解析した。ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC/MS) の仕様および操作条件を表 2 に示した。

2-2 GC/MSイオン源温度が感度に及ぼす影響に

についての検討

GC/MS による測定では、目的物質の注入口での熱分解、カラム中での分解および吸着に加え、イオン源内部での損失により、注入された目的物質の全量が検出器まで到達してはいない。これらの損失による測定値への影響は、目的物質の注入量が少なくなるほど相対的に大きくなると考えられる。

近年ではイオン源素材の改良などにより、イオン源をより高温に設定し測定を行なうことが可能となった。イオン源の高温操作は、イオン源内部でのイオン化効率の向上と、内壁への衝突などによる脱イオンの減少に寄与し、目的物質の損失を減少させることで測定感度を向上させる可能性が報告されている⁷⁾。

そこで、イオン源の温度設定をこれまで用いてきた設定である 230 と、より高く設定した 300 とし、イオン源温度設定の違いが測定結果に及ぼす影響について以下の方法で比較を行った。

2-2-1 対象農薬

方法2-1で用いた161種農薬 (異性体等含め全181ピーク) 混合標準溶液を用いた。

2-2-2 シグナル強度の比較

イオン源の温度を 230 (LT) および 300 (HT) に設定し、それぞれ 0.02ppm の混合農薬標準溶液を供する操作を 3 反復行なった後、各々の農薬のピーク面積の平均値について比較を行った。同様にシグナル/ノイズ比 (S/N 比) の平均値について比較を行った。ピーク面積および S/N 比の比較には t 検定を用いた。

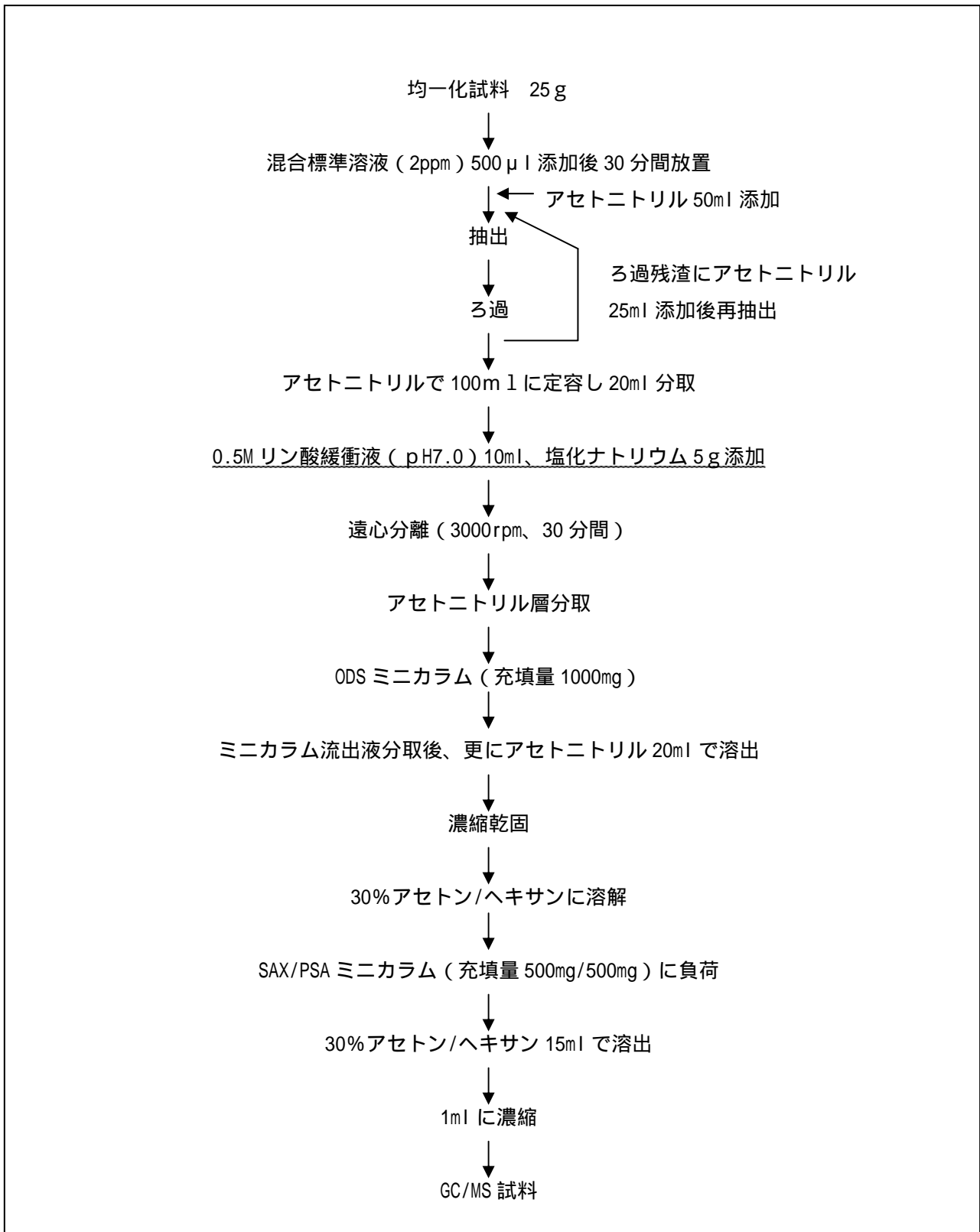


図1 試験溶液の調製法
(下線部が新たに加えた操作)

表1 GC/MSによるクロマトグラムで複数のピークが検出された農薬

農薬名 (ピーク No.)
アレスリン (1,2)、シハロトリン (1,2)、ジフェノコナゾール (1,2)、シフルトリン (1~4)、シペルメトリン (1~4)、テトラメスリン (1,2)、ピテルタノール (1,2)、フルバリネート (1,2)、プロピコナゾール (1,2)、ペルメトリン (1,2)、ホスチアゼート (1,2)

表2 ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC/MS) 装置と操作条件

装置:	Agilent Technologies N6890	検出器:	Agilent Technologies 5795B	キャリアガス:	ヘリウム
注入口温度:	250	検出器温度:	280	イオン源温度:	230
注入量:	2 µl			四重極温度:	150
カラム:	HP-5MS (30m × 0.25 µm id × 0.25 µm)				
オープン温度:	70 (2min)	25 /min	150 3 /min	200 8 /min	280 20 /min
	300)	ポスト温度 300	ポストタイム 5min		
コンスタントプレッシャーモードでリテンションタイムロッキング機能を使用 リテンションロック対象物質: クロルピリホスメチル (16.598 分)					

2-2-3 検量線の比較

イオン源の温度を 230 (LT) および 300 (HT) に設定し、それぞれ 0.02、0.05、0.1、0.5、1.0ppm の 5 濃度の農薬標準品を供し検量線を作成する操作を 3 反復行なった。各農薬成分の検量線について、一次式と仮定した検量線の相関係数の 3 反復の平均値を比較の指標とした。

3. 結果及び考察

3-1 前処理法の検討

添加回収試験の結果を表 3 および表 4 に示した (末尾に示す)。添加回収試験を行った 8 種の農産物全てにおいて、回収率が 50% から 150% の範囲にあった農薬は、145 農薬 (前報では 101 農薬) であり、試料の有機溶媒による抽出後にリン酸緩衝液を加える操作が回収率の向上に有効であると考えられた。

3-2 GC/MSイオン源温度が感度に及ぼす影響についての検討

3-2-1 シグナル強度の比較

GC/MS イオン源の温度設定を 230 (LT) および 300 (HT) とし、それぞれ 0.02ppm の混合農薬標準溶液を供した。HT では LT に比べ 47 種の農薬成分についてクロマトグラム上のピーク面積値が有意 ($p < 0.05$) に増加し、23 種の成分では有意ではないがピーク面積値が増加する傾向 ($0.05 < p < 0.1$) があつた (表 5) ことから、イオン源部の温度を高く設定することにより目的物質のイオン化および四重極部への導入が効率的に行われ、検出器へと到達する目的物質の量が増加することが示唆された。

さらに、HT および LT における S/N 比の比較を行なったところ、HT では LT に比べ 22 種の成分で S/N 比の有意 ($p < 0.05$) な増加、10 種の成分では

有意ではないが増加する傾向 ($0.05 < p < 0.1$) があつた (表 6)。また、ピーク面積値が有意に増加および増加の傾向を示した 70 成分の中で S/N 比が増加したものが 17 成分あり、これらは目的とするピークのシグナルが特に増強されたと考えられる。

反対に、HT において LT に比較してピーク面積値が有意に減少したものは 1 成分、S/N 比が有意に減少したものは 3 成分と、ピーク面積および S/

N 比が増加した成分に対し、減少した成分はごく僅かであった。この結果は、通常のイオン源温度 (LT) によるイオン源内部では、目的物質の損失が起こっていたが、イオン源の高温操作 (HT) により損失が減少し、それに伴い検出器へと到達する物質が増加したことを示唆していると考えられる。

表 5, イオン源温度の違いによる GC/MS クロマトグラムピーク面積の変化 (n=3)

農薬名	ターゲットイオン(m/Z)	ピーク面積		t検定における危険率(p)	農薬名	ターゲットイオン(m/Z)	ピーク面積		t検定における危険率(p)
		230	300				230	300	
p<0.05									
テルブホス	213	4753	6180	0.006	ピラクロホス	360	1497	1916	0.035
プロピザミド	173	12530	18467	0.009	ピテルタノール1	170	7475	11735	0.022
クロロタロニル	266	4603	5218	0.015	ペルメトリン1	183	2796	3663	0.003
ジクロフェンチオン	279	9403	12156	0.047	ペルメトリン2	183	8041	10016	0.003
パラチオンメチル	263	1690	2183	0.017	シペルメトリン2	181	1490	2240	0.015
ピリミホスメチル	290	3642	4670	0.031	ピリミジフェン	184	12649	21355	0.007
フェンチオン	278	7138	8811	0.024	フェンバレレート2	167	4475	6055	0.033
クロルフェンピンホス	267	4628	6693	0.018	フルバリネート1	250	4319	6392	0.043
イソフェンホス	213	4334	5706	0.007	ジフェノコナゾール1	323	807	1762	0.001
トリアジメノール1	112	7815	10136	0.003	ジフェノコナゾール2	323	1155	2076	0.006
フェントエート	274	3586	5082	0.021	デルタメトリン	181	3848	5215	0.034
トリフルミゾール	278	5152	9647	0.010	イミベンコナゾール	375	311	731	0.006
ブタクロール	176	6644	8192	0.028	0.05<p<0.1				
ヘキサコナゾール	214	2345	3379	0.019	ベンフルラリン	292	8958	12166	0.061
フェナミホス	303	1767	2511	0.000	キントゼン	237	2545	3050	0.086
フルトラニル	173	23625	31747	0.024	フェニトロチオン	277	1550	1863	0.075
オキサジアゾン	175	18339	21521	0.047	エスプロカルブ	222	6023	6985	0.090
フェノキサニル	189	4775	6226	0.022	キナルホス	146	5403	6408	0.084
クロルベンジレート	251	19845	24884	0.035	アレスリン2	123	6890	8656	0.051
クロルプロピレート	251	19588	24762	0.032	パクロブトラゾール	236	4334	5178	0.084
ピリミナバックメチルE	302	8232	10122	0.017	プロパホス	304	3090	3784	0.058
スルプロホス	322	2133	2822	0.009	テトラクロルピンホス	329	6047	7759	0.096
クロルニトロフェン	317	1128	1721	0.022	ブタミホス	286	1458	1982	0.071
シアノフェンホス	157	12131	16021	0.001	pp'-DDE	246	11078	12614	0.082
レナシル	153	4961	7425	0.048	フルジオキシニル	248	6198	8322	0.060
プロピコナゾール1	173	883	1413	0.027	プレチラクロール	162	6286	7505	0.097
プロピコナゾール2	173	4258	7221	0.001	エンドリン	317	635	803	0.054
ピリミナバックメチルZ	302	6484	7878	0.032	クレソキシムメチル	116	18801	22451	0.068
ジフルフェニカン	266	14496	21824	0.003	エチオン	231	6735	9230	0.052
ピリダフェンチオン	340	1772	2287	0.032	テブフェンピラド	318	3252	4243	0.053
プロムプロピレート	341	5804	7796	0.015	レプトホス	171	8788	10665	0.081
EPN	157	6885	8445	0.046	ハルフェンブロックス	265	4176	5726	0.057
フェナリモル	139	4688	6034	0.016	シペルメトリン3	181	1325	1544	0.097
シハロトリン	181	6283	9121	0.026	フルシトリネート2	199	1680	2056	0.065
アクリナトリン	181	7744	10993	0.003	フェンバレレート1	167	2105	2911	0.076
					フルバリネート2	250	4415	5948	0.062

表6, イオン源温度の違いによる GC/MS クロマトグラムピーク面積の変化 (n=3)

農薬名	ターゲットイオン(m/z)	S/N比		検定における危険率(p)
		230	300	
p<0.05				
ベンフルラリン	292	30.2	42.7	0.049
キントゼン	237	7.3	12.3	0.026
PCA	265	18.4	28.8	0.002
ジクロフェンチオン	279	22.6	45.6	0.004
トリアジメホン	57	3.2	5.6	0.045
キナルホス	146	5.6	7.8	0.021
トリフルミゾール	145	3.8	8.3	0.046
フェナミホス	303	3.5	5.2	0.023
シプロコナゾール	222	2.0	3.1	0.006
クロルプロピレート	251	15.2	36.4	0.006
op'-DDT	235	9.5	13.7	0.009
プロピコナゾール2	173	7.9	13.9	0.004
テブコナゾール	125	6.8	12.5	0.014
ピリミノバックメチル2	302	19.3	26.9	0.012
ジフルフェニカン	266	25.2	38.6	0.014
ホサロン	182	17.0	18.6	0.037
フェナリモル	139	8.6	12.5	0.023
ジアリホル	208	4.8	7.6	0.020
ピテルタノール1	170	12.5	19.0	0.035
フルバリネート2	250	5.0	6.6	0.024
ジフェノコナゾール1	323	1.9	3.3	0.029
ジフェノコナゾール2	323	1.7	3.1	0.012
0.05<p<0.1				
テフルトリン	177	33.0	40.3	0.068
チオベンカルブ	100	20.5	32.1	0.084
トリアジメノール1	112	7.9	10.7	0.066
フルトラニル	173	25.8	37.5	0.054
プレチラクロール	162	11.7	15.8	0.069
プロピコナゾール1	173	2.0	3.5	0.064
テニルクロール	127	23.5	34.8	0.065
ピラクロホス	360	4.0	6.3	0.057
シフルトリン2	163	1.2	1.7	0.082
ピリミジフェン	184	25.4	47.8	0.059

3-2-2 検量線の比較

GC/MS 測定では、測定に供する溶液中の物質濃度が低くなるほど分析中の各部での損失による影響を受けやすく、検量線を作成した際に、低濃度側で物質濃度に対するクロマトグラムのピーク強度が著しく弱くなることで、検量線の直線性が低下する現象が観察される。そこで、イオン源の高温操作が検量線の直線性におよぼす影響について、一次式と仮定した検量線の相関係数を指標として評価した。

原点を含まない直線として検量線を作成し、その相関係数を比較したところ HT では LT に比べ、27 種の農薬で相関係数が 1 に近づく傾向にあった(表7)。

以上の結果から、イオン源部の温度設定を高く

することにより、感度の向上が期待される農薬成分があり、検量線作成の際に検量線の直線性を向上させる可能性が示唆された。しかし、イオン源の高温操作はイオン源そのものへの損傷が懸念される点、およびマススペクトルの各イオンの比率を変化させることによりライブラリーとの一致率に影響を及ぼす可能性がある点などについては今後検討が必要と考える。

表7, イオン源温度の違いによる GC/MS クロマトグラム検量線相関係数の変化 (n=3)

農薬名	ターゲットイオン(m/z)	相関係数		検定における危険率(p)
		230	300	
p<0.05				
-BHC	219	0.9962	0.9989	0.015
プロフェノホス	208	0.9986	0.9996	0.033
プロピコナゾール1	173	0.9905	0.9977	0.036
ピテルタノール1	170	0.9824	0.9974	0.044
ピテルタノール2	170	0.9701	0.9945	0.040
ハルフェンブロックス	265	0.9860	0.9960	0.028
シベルメトリン4	181	0.9915	0.9990	0.048
ジフェノコナゾール1	323	0.9756	0.9948	0.014
0.05<p<0.1				
プロパホス	304	0.9984	0.9992	0.092
ニトロフェン	283	0.9829	0.9946	0.092
フェノキサニル	189	0.9971	0.9992	0.098
レナシル	153	0.9932	0.9987	0.095
プロピコナゾール2	173	0.9946	0.9992	0.078
テブコナゾール	125	0.9942	0.9989	0.082
ピリチカルブ	165	0.9944	0.9983	0.089
EPN	157	0.9869	0.9958	0.098
ピフェントリン	181	0.9982	0.9998	0.096
フェンプロパトリン	97	0.9967	0.9996	0.082
テブフェンピラド	318	0.9983	0.9997	0.069
シハロトリン	181	0.9929	0.9986	0.098
アクリナトリン	181	0.9904	0.9984	0.092
ベルメトリン1	183	0.9948	0.9991	0.089
シフルトリン1	163	0.9882	0.9986	0.072
フルシトリネート2	199	0.9892	0.9983	0.068
フェンバレレート2	167	0.9910	0.9990	0.064
フルバリネート2	250	0.9863	0.9973	0.087
デルタメトリン	181	0.9906	0.9983	0.091

4. 結 語

GC/MSを用いた農産物中残留農薬一斉分析法について前処理中の塩析の際にリン酸緩衝液を添加する操作を加えることにより回収率の向上を試みた。

回収率が50%から150%の範囲にあった農薬は、161農薬中145農薬(前報では101農薬)であり、試料の有機溶媒による抽出後にリン酸緩衝液を加える操作が回収率の向上に有効であると考えられた。

また、GC/MS測定の際にイオン源部の温度設定をこれまでの230 から300 へと高くすることで、70種の農薬成分では感度の向上が期待され、検量

線作成の際に検量線の直線性を向上させる可能性が示唆された。

5. 文 献 等

- 1) 葛岡修二, 伊勢香織, 鈴木恵子 他: GC/MSによる農産物中の残留農薬一斉分析法の検討.
札幌市衛生研究所年報, 33: 63-76, 2006
- 2) 平成18年5月29日付食安発第0124001号厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知別添「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」
- 3) 氏家愛子, 佐藤信俊: GC/MS及びLC/MS/MSを使用した残留農薬同時一斉分析における精製法の検討. 第42回全国衛生化学技術協議会年会講演集, 56-57, 2005
- 4) 氏家愛子, 佐藤信俊: 残留農薬ポジティブリスト制度導入に向けたGC/MS, LC/MS/MS同時一斉分析法. 宮城県保健環境センター年報, 23, 55-59, 2005
- 5) 秋山由美, 吉岡直樹, 松岡智郁: ポジティブリスト制施行に向けた分析対象農薬の拡大(その2). 第42回全国衛生化学技術協議会年会講演集, 44-45, 2005
- 6) 秋山由美, 矢野美穂, 三橋隆夫 他: 固相抽出法を用いた農産物中残留農薬のGC/MSによる多成分一斉分析. 食品衛生学雑誌, 37, 351-362, 1996
- 7) Charles Thomson, Carolyn Broadbent, Harry Prest: Guidance in implementing high ion source temperatures.
www.agilent.com/chem/jp

表3-1 添加回収試験 (n=3) による回収率 (%) と相対標準偏差 (RSD)

成分名	農産物		玄米		大豆		とうもろこし		キャベツ	
	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD
EPN	100.0	6.2	95.5	14.7	88.9	2.9	85.6	5.4		
o p' - DDT	82.5	9.0	89.4	11.7	71.4	4.2	78.7	5.3		
p p' - DDD	95.8	3.7	93.1	12.8	88.4	3.9	90.4	4.9		
p p' - DDE	84.3	4.8	96.5	14.4	72.6	3.8	88.6	4.9		
p p' - DDT	82.6	6.5	108.1	17.8	74.5	5.1	83.7	5.7		
-BHC	92.2	4.6	152.0	44.7	91.1	2.5	83.8	9.9		
-BHC	99.6	5.7	101.9	5.5	90.7	7.3	96.7	8.3		
-BHC	92.8	4.7	94.3	13.9	87.1	5.2	84.6	8.1		
-BHC	94.2	5.5	63.9	22.8	93.4	2.7	90.2	6.5		
アクリナトリン	104.9	5.3	101.1	12.8	83.5	2.9	85.4	4.8		
アジンホスメチル	114.5	8.8	92.4	26.2	72.0	0.9	99.6	2.6		
アセフェート	31.9	3.8	64.7	65.9	5.6	0.0	7.0	82.6		
アミラズ	*1		*1		*1		*1			
アラクロール	106.9	6.2	107.3	19.4	95.9	2.5	93.0	7.1		
アルドリン	86.4	5.3	105.1	21.7	84.5	4.7	80.2	8.9		
アレスリン1	141.5	7.2	119.5	8.1	95.6	4.3	98.4	3.4		
アレスリン2	108.9	7.4	49.8	74.8	92.1	4.9	94.8	6.6		
イソキサチオン	102.7	8.4	114.2	4.3	69.7	13.6	74.0	10.9		
イソフェンホス	111.5	8.3	107.6	13.2	101.8	4.0	96.3	6.3		
イプロジオン	102.6	4.3	91.2	9.8	97.2	2.7	100.5	5.5		
イプロジオン代謝物	100.3	5.5	95.4	9.5	103.3	9.3	89.5	5.1		
イプロベンホス	107.0	5.1	104.9	13.7	96.9	3.2	91.6	6.4		
イミベンコナゾール	137.0	9.7	147.9	0.0	115.8	2.9	109.9	3.3		
エクロメゾール	90.2	12.8	42.1	42.4	97.0	2.0	81.4	15.0		
エスフェンバレレート	114.7	6.7	104.0	9.3	93.6	3.8	96.8	4.8		
エスプロカルブ	104.2	6.3	111.1	13.6	95.0	3.4	91.1	6.3		
エチオン	102.7	5.9	108.9	13.3	88.2	3.1	88.0	4.8		
エディフェンホス	142.2	11.7	106.2	5.9	91.7	8.3	88.6	6.8		
エトプロホス	107.3	6.0	104.1	17.6	107.2	3.5	97.6	8.6		
-エンドスルファン	105.7	13.6	86.2	2.2	113.1	17.0	89.3	6.0		
-エンドスルファン	100.6	5.5	114.5	12.2	87.1	5.3	88.9	5.1		
エンドスルファンスルフェート	91.7	6.7	101.5	18.6	78.6	3.7	23.0	17.8		
エンドリン	78.5	6.6	94.0	16.6	50.5	18.7	57.7	5.1		
オキサジアゾン	109.8	4.9	95.9	4.4	83.2	3.6	95.9	5.1		
オメトエート	12.2	94.9	88.8	39.2	19.4	5.7	4.4	79.7		
カズサホス	106.0	6.8	83.4	7.2	97.4	5.0	88.2	8.7		
カフェンストロール	98.3	8.6	111.3	13.7	57.8	32.3	95.3	4.0		
カプタホール	43.9	24.2	11.3	423.2	19.6	41.7	34.4	8.2		
カルバリル	131.5	7.6	111.6	6.6	115.2	4.0	110.6	8.1		
キナルホス	107.0	5.2	119.3	19.9	92.8	4.4	94.1	5.9		
キノメチオネート	17.5	16.9	75.9	66.4	19.0	6.1	30.2	37.7		
キャプタン	2.7	159.8	124.0	23.5	223.9	17.4	67.5	27.3		
キントゼン	90.3	7.5	103.5	20.7	87.6	2.8	83.9	11.8		
PCA	92.3	5.3	102.6	16.2	93.4	4.6	89.9	7.8		
PCTA	85.8	4.6	105.2	21.6	81.6	3.7	86.7	8.3		
クレソキシムメチル	105.9	6.1	110.5	20.1	88.2	3.8	91.2	4.6		
trans-クロルデン	91.4	7.0	105.0	13.6	83.2	4.7	89.0	6.8		
cis-クロルデン	89.4	7.9	100.0	14.1	83.8	3.8	89.9	4.8		
オキシクロルデン	88.2	5.1	101.6	18.3	114.4	4.3	91.2	4.5		
trans-ノナクロル	88.4	6.5	108.7	17.7	88.8	5.3	87.5	10.6		
cis-ノナクロル	80.8	5.6	91.0	14.4	72.3	4.1	83.6	3.5		
クロルニトロフェン	94.5	6.2	120.3	24.1	83.6	3.9	88.9	5.8		

*1: ピークが検出されなかった。 *2: 妨害ピークのため回収率の計算が不能であった。

表3-2 添加回収試験 (n=3) による回収率 (%) と相対標準偏差 (RSD)

農産物 成分名	玄米		大豆		とうもろこし		キャベツ	
	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD
クロルピリホス	106.9	5.5	110.0	10.5	84.6	3.6	85.8	5.1
クロルピリホスメチル	101.1	4.9	100.5	14.2	96.4	3.1	89.9	6.0
クロルフェンピホス	112.1	5.3	109.9	20.8	100.3	3.0	96.8	5.8
クロルプロピレート	99.3	5.3	84.2	6.0	85.7	3.9	90.7	4.9
クロルプロファミ	104.3	6.0	103.3	13.3	92.2	2.1	95.0	7.4
クロルベンジレート	99.4	5.3	106.2	12.5	85.7	3.9	90.7	4.9
クロロタロニル	48.6	6.0	82.5	70.5	10.6	2.9	16.9	27.7
サリチオン	105.5	6.6	102.8	21.0	101.1	4.2	93.2	7.9
シアノフェンホス	102.6	3.7	105.9	13.6	86.8	3.3	77.6	5.1
シアノホス	110.2	9.0	100.9	11.3	83.6	7.5	94.9	4.3
ジアリホール	96.8	6.0	102.5	16.7	78.7	3.5	81.9	5.0
ジエトフェンカルブ	110.6	6.2	100.8	14.1	72.1	6.1	92.5	6.5
ジクロトホス	87.4	12.5	103.6	18.2	70.1	1.4	83.8	9.5
ジクロフェンチオン	103.4	6.9	107.8	11.1	95.5	3.9	88.5	8.4
ジクロフルアニド	24.4	22.0	64.1	40.1	*2		16.4	22.2
ジクロラン	114.5	5.9	144.8	9.6	102.8	2.1	106.9	12.0
ジクロルボス	76.5	10.9	99.0	21.9	97.5	3.0	83.0	12.5
ジコホール	91.0	16.2	88.2	35.2	61.9	2.0	80.8	1.6
DCBP	138.2	4.9	132.5	11.1	150.5	18.4	132.1	8.4
ジスルホトン	95.0	7.3	64.0	15.0	88.7	4.1	84.8	2.7
シハロトリン	105.7	4.3	112.5	12.4	87.4	3.3	92.0	3.5
ジフェノコナゾール1	116.5	7.0	96.7	10.5	113.1	2.2	110.8	1.0
ジフェノコナゾール2	102.2	11.3	114.5	19.6	104.9	1.6	110.2	4.0
シフルトリン1	118.2	7.7	107.1	7.3	51.6	12.7	98.6	8.4
シフルトリン2	107.4	3.5	101.8	9.3	90.3	5.7	91.2	4.4
シフルトリン3	102.0	5.9	103.8	11.9	63.7	10.6	69.7	4.2
シフルトリン4	103.5	12.2	110.4	10.4	78.8	6.9	91.9	1.1
ジフルフェニカン	97.7	4.9	78.6	10.4	86.3	3.8	89.8	5.1
シプロコナゾール	104.5	7.4	102.3	17.4	86.6	4.5	87.6	3.6
シペルメトリン1	108.4	6.0	100.6	6.9	126.8	1.6	103.6	10.1
シペルメトリン2	112.3	4.2	103.9	5.8	92.8	6.9	95.2	3.7
シペルメトリン3	105.2	8.5	121.3	19.9	74.2	2.7	92.5	23.4
シペルメトリン4	120.0	5.9	110.8	7.7	79.6	8.1	97.6	2.9
ジメチルピホス	104.1	5.9	130.6	31.2	84.6	3.5	91.8	6.0
ジメトエート	112.6	6.1	114.5	3.6	97.3	5.1	98.5	5.5
スルプロホス	92.7	4.7	95.9	22.5	82.4	4.0	87.4	4.4
ダイアジノン	111.6	14.1	99.4	12.4	100.3	5.0	93.1	9.2
チオベンカルブ	107.0	4.8	109.3	11.2	99.9	2.8	95.8	5.6
ディルドリン	129.3	6.8	176.6	64.2	17068.3	4.0	95.6	10.8
テトラクロルピホス	100.5	5.9	93.4	16.9	92.9	3.1	91.3	5.2
テトラジホン	120.5	6.3	107.7	9.0	120.5	38.5	92.1	7.6
テトラメスリン1	109.2	5.7	101.2	11.8	84.1	2.5	94.1	3.9
テトラメスリン2	102.0	5.4	102.9	13.9	87.3	3.3	88.9	3.9
テニルクロール	100.2	5.0	209.6	43.0	88.2	3.2	83.7	4.4
テブコナゾール	124.9	6.2	98.6	4.6	98.8	9.7	95.8	3.9
テブフェンピラド	95.6	4.7	95.7	18.3	79.8	4.1	90.8	5.5
テフルトリン	104.4	6.4	106.3	10.6	94.1	3.3	88.6	7.4
デルタメトリン	120.4	6.3	127.0	16.6	86.9	5.3	92.8	4.5
テルブホス	99.8	6.6	98.5	13.5	91.4	4.6	81.8	8.3
トリアジメノール	121.7	5.7	114.3	10.8	103.6	2.8	90.5	4.6

*1: ピークが検出されなかった。 *2: 妨害ピークのため回収率の計算が不能であった。

表3-3 添加回収試験 (n=3) による回収率 (%) と相対標準偏差 (RSD)

成分名	農産物		大豆		とうもろこし		キャベツ	
	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD
トリアジメホン	165.8	6.6	63.9	57.8	109.4	21.0	91.1	15.0
トリアゾホス	103.2	5.9	97.4	14.0	85.0	3.5	-30.7	-21.1
トリクロホスメチル	100.6	5.5	121.3	22.0	95.6	4.1	90.0	6.8
トリクロルホン	40.4	7.9	79.9	26.9	19.3	36.0	31.1	11.1
トリフルミゾール	105.1	4.9	*2		90.5	3.9	64.8	6.6
トリフルラリン	98.0	6.6	103.2	14.0	89.1	2.2	86.5	9.1
ニトラリン	101.2	13.7	92.0	34.3	83.6	1.4	82.5	7.3
ニトロフェン	103.6	5.1	105.0	15.4	87.9	5.5	92.2	6.9
パクロブトラゾール	105.6	5.1	103.1	14.5	90.1	8.2	88.6	4.9
バミドチオン	83.6	15.4	88.8	29.9	61.0	10.8	76.7	9.5
パラチオン	107.7	6.3	157.6	37.5	95.1	3.7	91.0	5.1
パラチオンメチル	107.4	7.1	103.1	20.3	107.7	2.6	99.2	6.3
ハルフェンプロックス	91.1	4.4	108.0	18.1	81.9	1.7	86.1	4.8
ピテルタノール1	111.9	5.4	107.2	6.9	12.7	20.4	93.4	4.4
ピテルタノール2	87.7	19.5	126.1	13.6	25.6	92.4	87.6	4.5
ピフェノックス	104.1	7.6	97.8	15.9	81.2	2.6	95.5	4.8
ピフェントリン	91.3	5.2	97.0	12.4	79.5	4.0	88.1	4.5
ピラクロホス	105.5	5.7	109.9	19.6	87.3	2.0	99.3	4.0
ピリダフェンチオン	98.5	6.4	95.7	25.5	90.1	3.1	91.6	3.2
ピリブチカルブ	103.6	5.2	96.9	7.8	88.1	3.3	89.3	5.0
ピリプロキシフェン	102.0	4.7	102.9	10.4	94.9	2.7	94.8	4.2
ピリミカルブ	104.5	6.6	119.6	21.7	97.0	3.2	89.3	6.4
ピリミジフェン	111.1	5.8	102.3	10.9	98.4	2.6	98.8	4.7
ピリミノバックメチルE	101.3	6.3	105.2	19.6	86.6	4.8	90.0	5.0
ピリミノバックメチルZ	99.9	4.5	96.5	13.7	85.2	4.0	89.3	5.0
ピリミホスメチル	105.0	5.0	83.0	8.3	92.1	4.1	91.9	6.1
フェナミホス	105.0	6.2	105.8	22.8	95.4	5.1	94.0	5.5
フェナリモル	104.5	4.5	108.3	19.0	97.2	4.3	79.9	5.3
フェニトロチオン	108.0	5.7	92.0	11.9	101.5	2.6	97.4	4.3
フェノキサニル	112.1	10.2	107.2	8.7	91.0	6.0	89.8	6.5
フェンクロルホス	104.0	5.7	104.7	14.1	94.4	3.5	88.6	7.0
フェンスルホチオン	80.3	6.0	93.2	7.1	76.1	10.7	103.8	3.1
フェンチオン	105.6	6.7	97.4	25.1	92.1	3.9	91.6	5.4
フェントエート	101.9	4.8	113.9	17.2	95.9	3.0	98.1	5.5
フェンバレレート1	110.8	7.1	108.0	11.8	104.5	3.3	94.2	5.2
フェンバレレート2	111.4	5.7	108.4	11.1	94.5	3.9	94.5	5.0
フェンプロパトリン	104.9	6.0	106.8	7.7	153.8	63.8	76.1	6.4
フォルペット	83.4	7.3	101.1	22.0	72.8	9.8	102.8	12.3
フサライド	105.6	8.2	851.6	64.2	106.5	3.2	100.1	6.3
ブタクロール	106.7	6.1	113.1	12.0	90.9	2.6	90.7	4.8
ブタミホス	106.6	4.6	91.9	6.8	86.1	3.9	93.9	7.3
フルジオキサニル	107.9	13.8	107.1	9.9	102.0	3.2	99.4	5.1
フルシトリネート1	104.4	5.5	106.9	12.9	90.7	3.2	93.2	4.6
フルシトリネート2	115.5	5.5	110.5	9.4	92.5	2.6	90.8	5.0
フルトラニル	104.6	5.0	367.0	54.8	43.2	9.7	94.3	5.1
フルバリネート1	104.4	5.4	101.1	11.5	87.8	2.0	91.1	4.3
フルバリネート2	105.3	6.4	99.2	11.9	77.7	2.9	91.4	4.9
プレチラクロール	101.3	4.4	112.2	18.6	81.1	5.0	92.0	4.3
プロシミドン	100.6	6.3	98.8	13.0	99.6	10.5	92.8	6.9
プロチオホス	94.5	3.6	102.3	11.9	*2		93.4	5.0

*1: ピークが検出されなかった。 *2: 妨害ピークのため回収率の計算が不能であった。

表3-4 添加回収試験 (n=3) による回収率 (%) と相対標準偏差 (RSD)

農産物 成分名	玄米		大豆		とうもろこし		キャベツ	
	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD
プロパニル	119.9	4.7	118.4	6.4	118.4	2.4	111.3	6.8
プロパホス	107.9	4.1	79.8	18.7	86.9	4.5	89.8	8.1
プロピコナゾール1	147.3	5.6	101.3	7.8	83.7	0.7	*2	
プロピコナゾール2	96.9	3.0	109.3	18.3	87.9	2.5	89.5	4.2
プロピザミド	105.5	5.6	101.5	14.0	100.0	3.3	92.8	6.6
プロフェノホス	88.6	1.9	90.6	12.3	30.6	113.8	107.1	9.0
プロムプロピレート	97.5	6.0	109.0	15.0	84.6	4.6	89.6	4.9
プロモホスメチル	1090.5	5.2	375.8	96.8	1107.2	3.3	1076.6	5.9
ヘキサコナゾール	105.8	4.6	104.5	16.1	83.0	10.6	94.1	6.7
ヘブタクロル	91.8	5.8	105.6	17.2	85.6	5.1	79.5	11.4
ヘブタクロルエポキシド	99.4	4.5	103.4	10.6	86.1	5.5	86.2	7.4
ペルメトリン1	90.1	5.9	102.6	11.8	77.0	25.5	88.3	4.5
ペルメトリン2	37.4	29.0	118.1	17.4	54.7	8.0	90.1	4.5
ペンコナゾール	105.6	5.5	48.9	64.7	93.5	3.4	92.5	5.3
ペンディメタリン	103.6	7.1	101.8	15.5	90.8	2.7	90.1	5.2
ベンフルラリン	96.8	7.9	79.6	31.6	88.8	2.8	84.3	8.6
ホサロン	97.0	7.4	90.9	12.9	77.8	8.7	91.2	4.3
ホスチアゼート1	106.1	7.8	108.3	12.7	97.8	1.9	94.4	5.0
ホスチアゼート2	107.9	6.6	107.7	12.6	96.7	4.3	94.9	3.3
ホスファミドンZ	111.4	7.9	102.0	16.8	102.6	1.9	87.5	9.4
ホスメット	99.9	5.5	78.9	19.4	92.0	2.2	88.9	3.7
ホノホス	98.5	7.7	99.4	15.4	89.6	30.7	65.7	10.2
ホルモチオン	96.7	9.0	90.0	26.7	62.5	2.1	86.5	6.7
ホレート	99.4	6.7	91.1	21.2	91.4	3.1	62.2	9.2
マラチオン	112.4	6.3	103.2	13.6	93.9	3.5	87.7	3.4
メタクリホス	95.9	6.9	82.7	16.1	100.5	2.9	91.7	9.7
メタミドホス	6.2	102.8	72.8	33.6	5.3	30.3	251.6	25.7
メチダチオン	108.3	6.3	99.6	15.6	92.8	2.4	92.0	3.2
メトキシクロル	86.6	9.1	110.5	17.9	71.9	2.4	82.3	7.3
メトラクロール	108.2	6.8	84.7	7.0	92.4	2.5	90.6	5.0
メピンホス	101.1	6.8	33.3	113.1	102.8	2.6	95.9	10.6
メフェナセット	107.4	5.3	86.3	0.0	98.7	1.7	100.4	4.3
メプロニル	114.2	4.9	88.6	5.7	88.1	4.2	98.0	4.1
モノクロトホス	68.3	21.3	100.5	24.5	93.7	3.8	67.2	11.5
モリネート	90.7	7.8	28.0	96.2	80.7	3.3	70.0	13.1
レナシル	106.5	8.1	96.8	11.3	83.6	9.9	67.9	7.5
レプトホス	82.8	4.4	100.3	25.3	77.2	4.2	85.1	4.3

*1: ピークが検出されなかった。 *2: 妨害ピークのため回収率の計算が不能であった。

表4-1 添加回収試験 (n=3) による回収率 (%) と相対標準偏差 (RSD)

成分名	ほうれんそう		ばれいしょ		りんご		オレンジ	
	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD
EPN	83.9	14.3	77.5	2.3	78.3	14.7	101.6	5.2
o p'-DDT	50.0	19.1	75.8	2.4	73.8	20.0	92.7	4.8
p p'-DDD	81.3	18.6	81.5	5.5	81.6	16.8	99.1	4.7
p p'-DDE	77.1	14.8	83.5	3.3	83.7	16.5	91.4	3.6
p p'-DDT	45.0	26.9	81.0	3.4	82.3	14.6	93.9	4.6
-BHC	80.2	16.1	84.0	8.3	75.9	17.2	92.0	4.0
-BHC	92.8	22.9	74.8	3.7	86.8	18.6	93.5	15.2
-BHC	67.8	13.8	75.5	4.8	75.3	17.3	94.3	3.4
-BHC	79.9	15.7	75.2	13.1	80.9	17.0	94.0	7.6
アクリナトリン	93.7	13.5	79.7	3.5	83.0	16.0	103.2	6.9
アジンホスメチル	93.6	8.6	84.7	2.9	96.8	15.0	92.0	24.6
アセフェート	0.8	0.6	74.3	0.0	*2		61.9	23.0
アミラズ	*1		*1		*1		*1	
アラクロール	91.2	15.7	85.6	2.8	91.5	16.1	111.8	3.9
アルドリン	82.2	14.9	79.6	9.1	75.6	15.8	99.9	3.6
アレスリン1	101.7	11.5	89.4	4.2	97.0	11.3	132.1	7.3
アレスリン2	90.7	10.1	65.1	53.7	92.8	14.7	113.3	4.9
イソキサチオン	60.4	15.0	83.1	4.1	92.2	20.1	107.3	3.9
イソフェンホス	101.7	15.2	90.2	5.6	94.8	16.5	110.8	7.5
イプロジオン	93.4	13.3	88.0	5.2	85.8	32.5	107.7	21.4
イプロジオン代謝物	81.5	11.1	80.7	5.5	102.0	14.5	95.6	4.8
イプロベンホス	92.5	15.0	82.5	6.3	92.6	14.6	112.8	4.3
イミベンコナゾール	123.5	5.1	94.0	6.2	111.1	9.1	137.4	22.5
エクロメゾール	67.6	27.5	58.0	55.6	65.4	32.1	89.2	7.2
エスフェンバレレート	92.2	8.3	91.0	6.0	97.5	14.8	111.6	6.6
エスプロカルブ	90.1	14.3	86.4	2.4	88.2	15.9	107.7	4.3
エチオン	88.5	13.1	82.5	5.0	85.5	14.8	104.7	2.9
エディフェンホス	128.9	15.7	78.4	1.4	90.4	17.4	133.1	5.6
エトプロホス	98.0	15.2	86.5	13.6	94.3	15.7	110.8	2.7
-エンドスルファン	104.8	16.2	83.3	4.3	85.3	15.7	114.8	9.1
-エンドスルファン	84.8	20.3	84.6	5.9	81.3	15.0	115.1	2.4
エンドスルファンスルフェート	68.2	13.3	81.8	1.3	76.6	16.5	89.7	7.3
エンドリン	61.3	2.5	61.3	19.3	51.3	18.7	110.1	39.2
オキサジアゾン	93.8	14.0	76.3	22.5	89.9	14.3	104.4	3.2
オメトエート	1.9	22.1	30.9	137.0	1.5	9.0	39.9	25.4
カズサホス	95.0	14.2	80.1	6.3	89.9	14.5	107.9	3.9
カフェンストール	80.7	20.8	71.8	11.0	103.4	12.1	111.2	6.2
カプタホール	8.4	28.3	71.4	11.8	78.4	1.8	214.0	7.6
カルバリル	107.5	10.2	88.7	3.0	97.9	19.7	138.6	4.1
キナルホス	92.9	14.4	87.3	0.8	91.3	15.3	109.7	4.3
キノメチオネート	23.8	24.0	42.7	67.3	24.5	38.2	17.1	32.2
キャプタン	11.3	28.2	89.6	4.5	686.8	48.9	610.5	42.7
キントゼン	83.2	14.4	72.1	3.6	70.6	16.0	97.3	3.0
PCA	92.4	14.6	82.6	2.9	82.4	15.5	104.9	3.8
PCTA	83.5	13.7	81.2	6.4	81.1	14.1	101.2	5.1
クレソキシムメチル	88.3	15.0	86.0	4.0	74.6	21.4	105.9	4.9
trans-クロルデン	79.1	15.6	85.0	3.3	84.8	14.9	99.2	1.7
cis-クロルデン	63.2	14.1	84.8	4.3	84.7	15.7	93.3	2.5
オキシクロルデン	73.3	14.6	90.4	9.0	112.6	21.9	90.8	6.4
trans-ノナクロル	65.5	13.9	82.0	8.2	75.4	15.4	96.1	4.7
cis-ノナクロル	67.6	14.6	80.2	3.6	72.2	15.7	85.4	3.8
クロルニトロフェン	81.5	13.5	76.8	3.3	80.2	15.0	100.9	5.0

*1: ピークが検出されなかった。 *2: 妨害ピークのため回収率の計算が不能であった。

表4-2 添加回収試験 (n=3) による回収率 (%) と相対標準偏差 (RSD)

成分名	ほうれんそう		ばれいしょ		りんご		オレンジ	
	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD
クロルピリホス	94.1	12.9	78.6	3.1	80.1	14.5	65.3	69.2
クロルピリホスメチル	90.6	14.5	83.0	4.2	84.6	15.1	103.1	5.2
クロルフェンピホス	99.1	12.5	83.3	11.6	89.2	16.5	111.1	2.5
クロルプロピレート	84.9	13.9	94.5	11.9	86.7	14.8	99.9	4.6
クロルプロファミ	94.2	15.1	75.5	3.9	84.4	15.6	114.6	4.1
クロルベンジレート	85.0	13.9	85.7	1.5	86.6	14.8	100.1	4.6
クロロタロニル	20.3	28.1	68.3	16.2	57.8	13.2	57.5	31.4
サリチオン	95.8	12.9	66.0	39.0	84.7	16.0	111.4	2.6
シアノフェンホス	87.1	15.2	81.1	10.2	86.7	15.2	98.8	4.9
シアノホス	29.7	63.4	78.5	11.8	70.1	11.8	100.8	7.2
ジアリホール	82.5	11.7	81.3	5.0	86.9	15.4	90.7	7.1
ジエトフェンカルブ	99.3	19.3	86.5	3.5	93.1	13.4	115.3	10.1
ジクロトホス	76.6	12.2	51.9	36.6	79.6	12.1	92.6	7.2
ジクロフェンチオン	92.2	13.6	83.7	4.7	85.0	18.4	105.3	4.3
ジクロフルアニド	14.1	23.4	76.8	7.7	79.2	21.6	99.4	13.3
ジクロラン	111.1	16.9	92.9	7.6	59.4	20.8	140.1	1.3
ジクロルボス	65.8	23.9	68.9	14.7	58.9	43.3	112.6	7.5
ジコホール	43.5	29.7	81.3	2.8	77.0	17.2	74.1	20.9
DCBP	99.0	17.2	112.8	21.7	136.0	14.7	169.6	6.5
ジスルホトン	62.6	4.3	62.4	15.0	77.5	15.5	105.1	4.2
シハロトリン	92.2	13.9	83.9	5.3	86.8	14.8	107.2	4.9
ジフェノコナゾール1	97.2	5.1	104.7	3.5	106.5	8.1	122.3	3.8
ジフェノコナゾール2	92.5	4.7	95.0	8.0	105.6	10.2	111.4	6.8
シフルトリン1	87.3	6.5	87.7	2.1	97.8	19.6	103.1	7.4
シフルトリン2	84.5	10.3	77.6	15.1	91.8	16.4	112.8	4.6
シフルトリン3	79.5	13.1	68.6	13.1	63.2	8.7	97.4	10.4
シフルトリン4	82.7	20.8	88.0	8.4	85.8	7.5	105.2	5.6
ジフルフェニカン	83.5	13.7	81.2	8.2	83.2	15.2	98.0	3.9
シプロコナゾール	86.6	13.5	79.7	2.3	85.4	13.9	102.3	4.4
シベルメトリン1	88.1	9.4	88.4	11.8	100.1	5.0	109.6	3.6
シベルメトリン2	92.4	11.5	77.6	14.7	93.3	13.5	110.4	5.5
シベルメトリン3	81.9	9.7	74.3	14.9	70.4	11.5	100.6	4.3
シベルメトリン4	95.9	10.0	88.0	2.6	94.8	14.3	108.6	4.8
ジメチルピホス	90.7	14.6	102.5	22.3	88.0	15.4	106.2	5.1
ジメトエート	83.0	18.5	84.2	2.6	71.4	17.5	108.2	6.4
スルプロホス	76.9	10.8	79.4	6.8	84.2	16.6	100.4	4.7
ダイアジノン	111.6	14.7	81.3	9.6	90.1	9.8	110.4	8.7
チオベンカルブ	94.3	14.1	86.5	2.8	94.8	13.3	117.8	5.3
ディルドリン	*2		94.0	7.6	81.9	11.9	*2	
テトラクロルピホス	76.8	13.2	83.3	2.7	91.7	15.8	96.4	6.4
テトラジホン	89.9	18.1	84.1	10.6	91.1	17.6	110.3	5.5
テトラメスリン1	93.8	12.5	86.5	9.7	89.8	13.8	103.9	4.0
テトラメスリン2	85.2	13.8	84.6	2.4	86.5	15.8	104.0	4.9
テニルクロール	83.1	15.0	79.0	13.7	86.9	15.9	102.4	5.3
テブコナゾール	106.8	18.6	86.0	3.4	96.2	17.7	123.6	8.1
テブフェンピラド	81.5	13.3	90.5	5.6	85.1	17.5	97.1	4.7
テフルトリン	89.6	15.9	83.4	2.8	84.8	15.8	111.5	4.4
デルタメトリン	86.2	6.8	91.1	8.5	93.6	14.6	108.5	7.6
テルブホス	87.1	12.6	71.0	12.9	78.3	15.3	101.8	3.8
トリアジメノール	103.5	15.1	88.2	7.7	89.1	14.0	114.1	6.7

*1: ピークが検出されなかった。 *2: 妨害ピークのため回収率の計算が不能であった。

表4-3 添加回収試験 (n=3) による回収率 (%) と相対標準偏差 (RSD)

成分名	ほうれんそう		ばれいしょ		りんご		オレンジ	
	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD
トリアジメホン	63.6	29.5	71.2	22.9	105.9	18.8	123.8	6.3
トリアゾホス	97.5	15.5	75.0	1.0	84.3	17.2	103.2	4.8
トリクロホスメチル	86.3	13.5	82.1	8.0	86.1	15.7	105.0	3.7
トリクロルホン	25.8	28.6	39.9	74.1	28.2	43.7	101.9	27.7
トリフルミゾール	62.3	15.2	83.6	2.9	88.1	13.5	104.0	3.1
トリフルラリン	87.3	13.6	75.4	1.1	74.7	18.0	102.2	2.9
ニトラリン	73.6	18.0	75.4	6.8	66.5	8.5	90.9	12.2
ニトロフェン	88.2	13.8	80.0	3.8	85.0	12.3	105.5	3.3
パクロプロラゾール	89.1	43.3	84.5	2.2	92.4	18.2	103.3	3.7
バミドチオン	366.3	13.3	45.4	61.1	70.8	8.0	69.5	10.3
パラチオン	91.2	13.1	73.1	17.1	86.6	16.3	108.5	5.7
パラチオンメチル	92.7	17.7	84.9	2.7	90.2	12.7	107.6	5.2
ハルフェンプロックス	71.6	13.3	82.1	6.1	83.2	14.0	96.9	4.3
ピテルタノール1	93.3	10.4	87.1	1.3	93.5	12.4	118.6	4.6
ピテルタノール2	*2		78.2	13.1	89.5	12.7	127.8	4.7
ピフェノックス	81.8	16.2	86.0	6.9	86.8	13.2	109.8	8.0
ピフェントリン	81.7	14.8	83.2	2.3	84.8	15.1	101.1	4.8
ピラクロホス	93.6	11.9	88.3	2.1	93.2	12.5	106.1	6.6
ピリダフェンチオン	89.8	12.9	84.0	1.9	82.4	13.7	99.9	5.8
ピリブチカルブ	88.1	12.6	86.0	1.3	84.0	15.6	108.1	4.2
ピリプロキシフェン	89.3	13.1	81.2	6.3	94.5	16.1	106.7	4.9
ピリミカルブ	91.5	15.2	88.2	3.9	85.5	16.5	107.5	2.7
ピリミジフェン	93.4	9.5	87.8	4.8	97.3	13.5	108.7	0.2
ピリミバックメチルE	85.2	14.8	85.0	3.0	87.2	14.5	99.7	5.2
ピリミバックメチルZ	81.3	14.4	86.5	2.0	82.6	16.7	99.7	4.5
ピリミホスメチル	90.5	14.3	82.9	6.0	87.0	16.7	105.9	3.6
フェナミホス	79.0	11.3	87.4	3.6	84.6	13.8	112.9	6.3
フェナリモル	88.7	10.4	86.9	3.6	92.5	16.1	107.2	4.2
フェニトロチオン	91.6	15.3	82.6	4.1	92.2	14.4	107.6	4.1
フェノキサニル	99.5	9.7	86.5	2.1	91.2	15.3	111.9	10.0
フェンクローホス	87.0	14.2	83.7	1.7	85.1	15.5	104.8	5.5
フェンスルホチオン	66.1	12.8	126.6	29.2	99.3	19.3	85.7	9.0
フェンチオン	86.1	11.0	83.5	1.3	87.8	14.5	102.7	4.1
フェントエート	90.7	13.7	89.3	4.3	88.5	17.6	101.6	3.7
フェンバレレート1	93.8	7.8	87.8	0.6	93.9	14.2	110.3	3.1
フェンバレレート2	84.4	8.7	88.6	1.1	93.3	15.5	98.1	6.1
フェンプロパトリン	132.9	8.5	86.2	2.1	104.3	16.0	129.2	17.4
フォルペット	90.9	1.0	99.3	4.9	93.7	12.1	97.6	10.4
フサライド	90.7	12.8	388.8	106.1	98.6	13.5	105.4	2.1
ブタクロール	86.1	14.4	86.2	5.0	89.6	16.3	108.2	3.9
ブタミホス	85.4	15.1	83.4	4.4	85.4	18.7	111.1	8.5
フルジオキサニル	93.0	12.6	88.7	1.4	83.6	0.9	104.7	3.3
フルシトリネート1	85.8	9.0	88.3	2.2	92.4	15.7	100.0	6.5
フルシトリネート2	90.2	10.4	87.9	0.7	94.0	14.0	108.5	6.6
フルトラニル	90.1	13.5	84.4	10.2	89.7	14.5	118.8	9.9
フルバリネート1	86.1	8.2	85.6	1.7	89.2	15.1	98.8	6.5
フルバリネート2	85.7	7.2	90.2	5.6	90.1	15.6	99.2	5.6
プレチラクロール	85.7	16.1	88.7	0.8	91.6	16.3	95.0	5.3
プロシミドン	11.2	66.3	84.7	4.2	97.3	13.9	109.1	6.1
プロチオホス	81.4	15.0	87.9	3.3	88.3	17.4	139.8	4.5

*1: ピークが検出されなかった。 *2: 妨害ピークのため回収率の計算が不能であった。

表4-4 添加回収試験 (n=3) による回収率 (%) と相対標準偏差 (RSD)

農産物 成分名	ほうれんそう		ばれいしょ		りんご		オレンジ	
	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD	平均	RSD
プロパニル	112.1	14.2	91.2	7.1	99.7	10.3	132.9	4.0
プロパホス	53.1	27.8	65.1	46.6	88.3	13.7	108.0	1.9
プロピコナゾール1	111.5	10.5	81.6	3.5	90.5	8.7	135.3	3.0
プロピコナゾール2	79.6	16.8	85.8	4.1	98.6	10.5	104.6	4.9
プロピザミド	91.6	14.9	88.1	3.3	80.8	16.5	107.6	4.2
プロフェノホス	99.3	21.5	102.7	14.0	90.8	14.2	101.1	11.6
プロムプロビレート	85.0	12.7	83.7	3.1	80.8	15.3	100.5	4.1
プロモホスメチル	969.1	12.3	700.9	61.8	1008.9	15.5	1075.8	5.0
ヘキサコナゾール	90.8	16.0	85.1	5.6	84.2	12.0	102.7	4.7
ヘブタクロル	61.7	16.1	79.4	4.7	74.8	16.3	97.3	5.9
ヘブタクロルエポキシド	86.6	9.6	87.4	10.8	79.1	15.1	100.1	3.6
ペルメトリン1	85.1	11.1	86.5	2.4	88.4	14.1	113.8	7.3
ペルメトリン2	79.4	13.8	84.6	4.5	89.1	14.8	95.7	5.9
ペンコナゾール	95.9	15.5	79.2	15.3	88.5	13.7	107.4	5.2
ペンディメタリン	88.2	15.0	81.7	2.3	83.1	15.4	104.1	3.7
ベンフルラリン	83.3	14.0	58.9	43.6	75.6	15.9	98.0	3.5
ホサロン	83.8	10.5	84.0	4.4	88.8	16.8	95.4	8.8
ホスチアゼート1	95.0	13.9	91.0	1.5	93.6	12.7	111.0	4.4
ホスチアゼート2	96.6	13.1	87.5	7.1	93.0	12.5	110.6	5.6
ホスファミドンZ	98.3	13.9	83.1	0.9	90.5	13.6	107.6	3.7
ホスメット	85.8	11.6	83.3	2.7	87.9	14.6	87.7	17.7
ホノホス	90.6	14.2	84.6	21.3	72.3	28.3	103.2	3.5
ホルモチオン	92.5	15.0	80.1	1.6	84.4	8.9	99.5	12.3
ホレート	82.5	12.7	76.1	4.3	78.0	16.0	111.1	3.1
マラチオン	95.5	13.7	84.2	1.5	88.2	16.9	140.3	5.1
メタクリホス	84.3	15.1	82.1	7.0	70.0	21.0	90.4	2.1
メタミドホス	*2		37.7	52.4	19.3	0.2	467.2	70.9
メチダチオン	259.5	6.5	85.8	4.2	94.4	14.6	117.1	8.0
メトキシクロル	43.4	24.5	83.7	1.3	82.1	16.2	91.6	5.4
メトラクロール	92.4	15.5	84.4	2.8	88.8	14.9	109.4	3.8
メピンホス	91.8	16.5	87.8	2.2	91.1	17.6	105.9	4.3
メフェナセット	94.0	11.7	90.2	0.4	95.8	13.8	110.8	4.8
メプロニル	92.3	14.0	78.9	1.1	95.4	14.3	118.4	6.1
モノクロトホス	43.6	14.4	55.2	46.3	62.1	7.4	68.4	16.6
モリネート	80.7	15.3	78.4	2.9	71.7	22.4	91.2	4.1
レナシル	93.1	12.5	76.5	4.2	76.1	11.9	110.2	5.4
レプトホス	73.9	14.2	79.1	5.1	82.9	16.5	88.7	7.3

*1: ピークが検出されなかった。 *2: 妨害ピークのため回収率の計算が不能であった。

Studies on Simultaneous Determination of Pesticide Residues in Agricultural Products by GC/MS

Shuji Kuzuoka , Kaori Ise , Keiko Suzuki,
Masaaki Sakai , Taeko Miyashita and Koichi Yano

In the previous studies on simultaneous determination of pesticide residues in agricultural products by GC/MS, 101 chemicals out of 161 showed appropriate recovery rate (50-150%). In the present study, the number of agricultural chemicals which showed appropriate recovery rate increased from 101 to 145 when phosphate buffer solution was added during salting out procedure of the pretreatment. Our data also indicated that higher temperature of the ion source of GC/MS improves sensitivity in 70 agricultural chemicals.