食品中の残留農薬及び残留動物用医薬品の一斉分析法に関する研究（平成 24～26 年度）

農産物中の残留農薬一斉分析法の検討及び妥当性評価について

松渕亜希子　　珍田尚俊　　天明さおり*1

より効率的で高精度な残留農薬一斉分析法を構築するため，迅速簡便な分析法である QuEChERS 法を基に，新たな一斉分析法を検討した。抽出回数を増やし，固相カラムによる精製を行った結果，GC-MS/MS で 275 項目，LC-MS/MS で 161 項目について，一律基準レベルでの測定が可能となった。

検討した分析法について，7 食品（りんご，ほんれんそう，玄米，ねぎ，ばれいしょ，キャベツ，レモン）を対象に，厚生労働省通知のガイドラインに従い妥当性評価試験を実施した（添加濃度 : 0.01 μg/g 及び 0.05 μg/g，分析者 3 名が 2 濃度添加試料を 1 日 2 試行，2 日間分析）。

ガイドラインの目標値を満たした農薬の割合は，GC-MS/MS 対象農薬では，各食品で約 8 割となり，概ね良好な結果であった。LC-MS/MS 対象農薬では，ねぎ以外の 6 食品で約 8 割となり，ねぎについては精製する量を半量とすることにより，6 割から 8 割へと改善することができた。

1. はじめに

食品中の残留農薬等のポジティブリスト制度が 2006 年より施行され，規制対象品目が大幅に増大し，基準が未設定の品目については一律基準（0.01 ppm）が設けられた。そのため，一律基準レベルの低濃度で，高精度かつ網羅的に検知する一斉分析法が求められるようになった。

また，食品衛生法の規格基準への適合を判断するために用いる分析法は，厚生労働省が通知したガイドライン [1,2]に準じ，妥当性評価試験を行うことが必須となった。

当所では，GC-MS/MS 及び LC-MS/MS を用いた各種の一斉分析法により新制度に対応してきたが，　さらに作業効率と精度を向上させるため，迅速簡便法の QuEChERS 法 [3]を導入した。

QuEChERS 法は抽出と塩析を同時に行い，分散固相で精製する操作工程の少ない手法であるが，農薬と食品の種類によっては，抽出及び精製不足という問題があった。そこで，最適な抽出回数と固相カラムによる精製について検討を行った。さらに，検討した分析法について，7 食品を対象とした妥当性評価試験により妥当性を確認し，一定の知見を得たので報告する。

2. 方法

2.1 試料

ガイドラインにある例示を参考に，りんご，ほうれんそう，玄米，ねぎ，ばれいしょ，キャベツ，レモンの 7 種類を試料とした。各試料の試験部位をフードプロセッサー及びホモジナイザーを用いてペースト状になるまで磨砕均一化した後，50 mL ポリプロピレン製遠心管に 10.0 g（玄米は 5.0 g）を量り，-30℃で凍結保存した。使用する際は，試験実施日の前日または当日に解凍した。

2.2 対象農薬

GC-MS/MS では 275 項目，LC-MS/MS では 161 項目を測定した（その内 32 項目は，両機器で測定）。各対象農薬を表 3，4 に示す。

2.3 標準液及び試薬等

標準液は，市販の混合標準液と個別標準品を組み合わせて調製した。

GC-MS/MS 対象農薬は，関東化学株式会社（関東化学）製の GC/MS 用農薬混合標準溶液 61，63，31，48，51 及び Pesticide-Mix 1471 各 10 μg/mL，和光純薬工業株式会社（和光純薬）製のイプロジオン代謝物，インドキサカルブ，クロロタロニル，クロロニトロフェン，スピロメシフェン，関東化学製のスルプロホスを用い，個別標準品はアセトンで 1000 μg/mL に調製した。 さらに，全ての混合標準液及び個別標準液を合わせ，1 μg/mL となるようにアセトンで希釈し，GC-MS/MS 用混合標準液とした。

LC-MS/MS 対象農薬は，和光純薬製の LC/MS

*1 山本地域振興局福祉環境部

用農薬混合標準溶液 PL-7-2，PL-14-2，PL-15-1，PL-17-2，PL-8-1，PL-16-2 各 20 μ/mL，和光純薬製のアセタミプリド，アセフェート，イソウロン，チオファネート，チオファネートメチル，メタミドホス，ジメトエート，ブプロフェジン，ジフェノコナゾール，トリアジメノール，トリアジメホン，トリシクラゾール，フェンプロパトリン，ヘキサコナゾール，シデュロン，フラメトピル代謝物，フルジオキソニル，フルアジナム，フルスルファミド，ベンジルアデニン，ベンタゾン，フィプロニル，関東化学製のエトベンザニド，イナベンフィド，林純薬株式会社（林純薬）製のジノテフラン，トルフェンピラド，チアゾピル，メパニピリム代謝物，Dr.Ehrenstorfer GmbH 製のオメトエート，カルベンダジムを用いた。個別標準品の 500 μg/mL 液をアセトニトリル，メタノール，N,N-ジメチルホルムアミド等で調製後，全ての混合標準液と個別標準液と合わせ，1 μg/mL となるようにアセトニトリルで希釈し，LC-MS/MS 用混合標準液とした。

溶媒は，和光純薬製のアセトニトリル，アセトン，ヘキサン，トルエン（いずれも残留農薬分析用），メタノール，水（いずれも LC/MS 用），N,N-ジメチルホルムアミド（Infinity Pure）を用いた。

試薬は，和光純薬製の無水硫酸マグネシウム（特級，$MgSO_4$），塩化ナトリウム（残留農薬分析用，NaCl），クエン酸三ナトリウム二水和物（一級，Na_3 citrate $\cdot 2H_2O$），クエン酸水素二ナトリウム一・五水和物（一級，Na_2H citrate $\cdot 1.5H_2O$），酢酸アンモニウム（特級），ギ酸（LC/MS 用），塩化カルシウム（特級，$CaCl_2$）を用いた。

GC-MS/MS 測定では，疑似マトリックスとして，和光純薬製ポリエチレングリコール 300（一級，PEG300）を 2.5%となるようにアセトンで調製したもの（2.5%PEG300 液）を用いた。

また，内標（IS：Internal Standard）として，関東化学製の内部標準混合標準液（アセナフテン-d10，クリセン-d12，ペリレン-d12，フェナントレン-d10），林純薬製 9-ブロモアントラセン，和光純薬製リン酸トリフェニルを混合し，各 10 μg/mL となるようにアセトンで調製したもの（IS 液）を用いた。

精製用カラムは，GL サイエンス株式会社製のオクタデシルシリル化シリカゲルカラム（C18，InertSep C18；500 mg/6mL，1000 mg/6mL），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積層カラム（SAX/PSA，InertSep SAX/PSA ; 500 mg/500 mg/6 mL），グラファイトカーボン/エチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲル積層カラム（GC/PSA，InertSep GC/PSA ; 300 mg/500 mg/6 mL），エチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲルカラム（PSA，InertSep Jemini PSA ; 500 mg）を用いた。

また，除粒子用メンブランフィルターは ADVANTEC 社製 DISMIC（孔径 0.2 μm，親水性 PTFE）を用いた。

2.4 器具及び装置

フードプロセッサーは日立製作所製日立クッキングカッターFV-F3，ホモジナイザーは KINEMATICA 社製 POLYTRON RT3100 を用いた。遠心分離機は日立工機製 himacCR20GⅢ，久保田製作所製 KUBOTA8850 を用いた。アルミブロック恒温槽は，EYELA 製 MG-2100 を用いた。

GC-MS/MS は Thermo Fisher Scientific 社製 TRACE GC Ultra 及び同社製 TSQ Quantum，LC-MS/MS は Agilent Technologies 社製 Agilent-1100 及び AB Sciex 社製 API4000 を用いた。

2.5 測定条件

2.5.1 GC-MS/MS 測定条件

分析カラムは Agilent Technologies 社製 VF-5ms（0.25 mm i.d.×30 m，膜厚 0.25 μm）にプレカラム EZ-Guard（10 m）を接続して用いた。

オーブンの昇温条件は，70℃（1 min）→30℃/min→160℃→2.5℃/min→200℃→8℃/min→310℃（10 min）（Total：45 min），注入口温度は 250 ℃，トランスファーライン温度は 290℃とした。

注入量は 2 μL，注入法はパルスドスプリッドレスとした。

キャリアーガスはヘリウムガス（コンスタントフローモード 1 mL/min）を用い，イオン源温度は 260 ℃，イオン化法は EI，イオン化電圧は 70 eV，分析モードは Timed Multiple Reaction

Monitoring（Timed MRM）とした。

各農薬のプリカーサーイオン，プロダクトイオン等の MRM 条件は，メーカー推奨値及び文献値等を参考にして，感度が最も良好であった条件を設定した（表 3）。

2.5.2 LC-MS/MS 測定条件

分析カラムは，化学物質評価研究機構製 L-column 2（2.1 mm i.d.×150 mm，粒子径 3 μm）を使用した。移動相は A 液 0.5 mM 酢酸アンモニウム含有 0.01%ギ酸水溶液，B 液 0.5 mM 酢酸アンモニウム含有 0.01%ギ酸メタノールを使用した。カラム温度は 40℃，流速は 0.2 mL/min，注入量は 5 μL とした。

イオン化法は ESI によるポジティブ（Positive）及びネガティブモード（Negative）で行い，分析モードは Scheduled Multiple Reaction Monitoring（Scheduled MRM）とした。

イオンスプレー電圧は 5.5 kV（Positive），-4 kV（Negative）とし，イオン源温度は 500℃（Positive），400℃（Negative）とした。

HPLC のグラジエント条件は，Positive ：0 min（B 液 10%）→1 min（60%）→3 min（60%）→5 min（75%）→8 min（75%）→12 min（95%）→20 min（95%）→20.5 min（10%）→30 min（10%），Negative ：0 min（B 液 10%）→1 min（70%）→4 min（70%）→10 min（95%）→15 min（95%）→15.5 min（10%）→25 min（10%）とした。

MRM 条件は，50～100 ng/mL の範囲で調製した各農薬の標準溶液をシリンジポンプを用いて直接 MS/MS に注入し，自動最適化により決定した。自動最適化の結果，感度が最も良好であった条件を設定した（表 4）。

2.6 試験溶液の調製

試験溶液の調製法を図 1 に示す。

2.6.1 GC-MS/MS 用試験溶液の調製（GC 法）

2.6.1.1 抽出

試料 10.0 g（玄米は 5.0 g に水 10 mL を加え，常温下で 15 分間以上膨潤させたもの）に，アセトニトリル 10 mL を加え，1 分間，手で振とう（振とう）した。次に，NaCl　1 g，Na_3 citrate·$2H_2O$ 1 g，Na_2H citrate-1.5-H_2O 0.5 g，$MgSO_4$ 4 g を順に加え，1 分間激しく振とうした。振とう後，遠心分離（1800 ×g 以上，5 分間）を行い，得られたアセトニトリル層（上層）を，メスフラスコ（容量 20 mL）へ移した。

残渣にアセトニトリルを 10 mL 加え，1 分間激しく振とう後，遠心分離（1800 ×g 以上，5 分間）を行い，得られた上層を先の上層に合わせ，アセトニトリルで 20 mL に定容した。

2.6.1.2 C18 及び SAX/PSA 等による精製

先の抽出液 20 mL のうち，2 mL（玄米は 4 mL）を，アセトニトリル 10 mL でコンディショニングした C18（玄米は C18 1000 mg を使用）に注入し，アセトニトリル 10 mL で溶出した。

溶出液を約 0.5 mL 以下になるまで減圧濃縮し，アセトン：ヘキサン（3：1）混液（A 液）2 mL に溶解した（ほうれんそう，レモンの場合は，トルエン：アセトン：ヘキサン（1：3：1）混液（B 液）2 mL に溶解）。

この 2 mL を A 液 10 mL でコンディショニングした SAX/PSA に注入し，A 液 15 mL で溶出した（ほうれんそう，レモンの場合は，B 液 10 mL でコンディショニングした GC/PSA に注入し，B 液 15 mL で溶出）。

次に，溶出液を減圧濃縮し，残渣を窒素ガスで完全乾固させ，アセトン：ヘキサン（1：1）混液を加え，正確に 0.5 mL とした。さらに 2.5%PEG300 液 5 μL，IS 液 5 μL を加え，試験溶液とし，GC-MS/MS で測定した。

2.6.2 LC-MS/MS 用試験溶液の調製（LC 法）

2.6.2.1 抽出

GC 法に準じた。

2.6.2.2 C18-PSA による精製

抽出液 20 mL のうち，2.5 mL（玄米は 5 mL）をガラス試験管（1 mL 目盛り付き）に移し，それに水 500 μL を加え，アルミブロック恒温槽で 40℃に加熱しながら窒素気流下で濃縮した。約 500 μL 以下になるまで濃縮後，メタノールで 1 mL に定容した。

C18，PSA を連結し，メタノール 3 mL，1 M 酢酸アンモニウム含有，メタノール：水（1：1）混液 6 mL を順次注入し，コンディショニングを行った。これに，先の定容した溶液から 800 μL

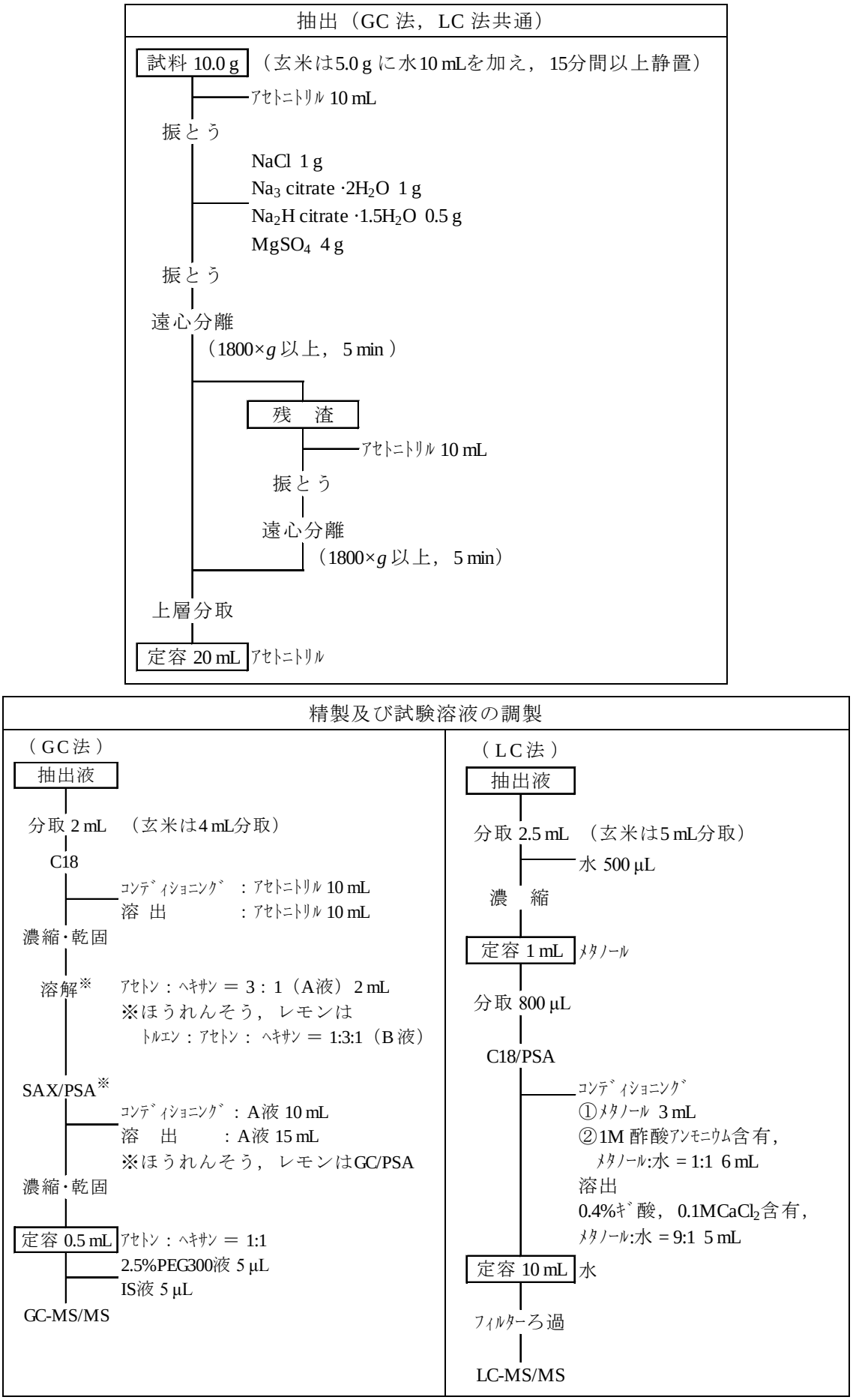
抽出（GC 法，LC 法共通）
試料 10.0 g
（玄米は5.0 g に水10 mLを加え，15分間以上静置）
ｱｾﾄﾆﾄﾘﾙ 10 mL
振とう
NaCl 1 g
Na3 citrate ·2H2O 1 g
Na2H citrate ·1.5H2O 0.5 g
MgSO4 4 g
振とう
遠心分離
（1800×g 以上，5 min ）
残　渣
ｱｾﾄﾆﾄﾘﾙ 10 mL
振とう
遠心分離
（1800×g 以上，5 min）
上層分取
定容 20 mL
ｱｾﾄﾆﾄﾘﾙ
精製及び試験溶液の調製
（GC法）
抽出液
分取 2 mL　（玄米は4 mL分取）
C18
ｺﾝﾃﾞｨｼｮﾆﾝｸﾞ　：ｱｾﾄﾆﾄﾘﾙ 10 mL
溶 出　　：ｱｾﾄﾆﾄﾘﾙ 10 mL
濃縮･乾固
溶解※　ｱｾﾄﾝ：ﾍｷｻﾝ ＝ 3：1（A液）2 mL
※ほうれんそう，レモンは
ﾄﾙｴﾝ：ｱｾﾄﾝ：ﾍｷｻﾝ ＝ 1:3:1（B 液）
SAX/PSA※
ｺﾝﾃﾞｨｼｮﾆﾝｸﾞ：A液 10 mL
溶　出　　：A液 15 mL
※ほうれんそう，レモンはGC/PSA
濃縮･乾固
定容 0.5 mL　ｱｾﾄﾝ：ﾍｷｻﾝ ＝ 1:1
2.5%PEG300液 5 µL
IS液 5 µL
GC-MS/MS
（LC法）
抽出液
分取 2.5 mL　（玄米は5 mL分取）
水 500 µL
濃　縮
定容 1 mL　ﾒﾀﾉｰﾙ
分取 800 µL
C18/PSA
ｺﾝﾃﾞｨｼｮﾆﾝｸﾞ
①ﾒﾀﾉｰﾙ 3 mL
②1M 酢酸ｱﾝﾓﾆｳﾑ含有，
ﾒﾀﾉｰﾙ:水 = 1:1 6 mL
溶出
0.4%ｷﾞ酸，0.1MCaCl2含有，
ﾒﾀﾉｰﾙ:水 = 9:1 5 mL
定容 10 mL　水
ﾌｨﾙﾀｰろ過
LC-MS/MS

図 1　試験溶液の調製法

を注入し，0.1 M 塩化カルシウム及び 0.4%ギ酸含有，メタノール：水（9：1）混液 5 mL で溶出し，10 mL メスフラスコに溶出液を回収した。

次に，溶出液に水を加え 10 mL に定容し，0.2 μm メンブランフィルターでろ過したものを試験溶液とし，LC-MS/MS で測定した。

2.7 定量法

2.7.1 GC 法の定量

検量線はマトリックス添加検量線を用い，試験溶液の調製誤差や MS の応答値の変動等を補正するために内部標準法で定量した。また，注入口やカラムの活性点への農薬の吸着を抑えるため，PEG300 を加えた。

検量線の濃度範囲は，0，4，10，20，50，100，200 ng/mL とした。GC-MS/MS 用混合標準液（1 μg/mL）をそれぞれ 2，5，10，25，50，100 μL 採り，窒素気流下で濃縮乾固した。これに，対象農薬を添加していない各食品(ブランク試料)の精製済み抽出液を 0.5 mL 加え，さらに 2.5%PEG300 液 5 μL ，IS 液 5 μL を加えたものを検量線用標準溶液とした。

異性体混合物のダイアレート，ホスファミドン，プロヒドロジャスモン，スピロキサミン，ホスチアゼート，クロルフェンビンホス，アレスリン，ジクロシメット，トリアジメノール，アラマイト，プロピコナゾール，レスメトリン，フェノトリン，シハロトリン，ペルメトリン，フルシトリネート，フェンバレレート（※）は，各異性体毎に検量線を作成して定量し，回収率を算出した。

同じく異性体混合物であるメトプレン，シプロコナゾール，プロパルギット，ビテルタノール，シフルトリン，シペルメトリン，フルバリネート，ジフェノコナゾール，イマザメタベンズメチルについては，各異性体のピークが近接しているため，1 ピークとしてまとめて定量した。

2.7.2 LC 法の定量

検量線は絶対検量線を用い，濃度範囲を 0，0.05，0.1，0.5，1，5，10 ng/mL とした。LC-MS/MS 用混合標準液（1 μg/mL）をメタノール：水（2：3）混液を用いて，各濃度になるように希釈調製した。

異性体混合物のジメトモルフ，トリアジメノール，イプロバリカルブについては，各異性体ピークが近接しているため，1 ピークとしてまとめて定量した。

フェリムゾン E，Z は各異性体が単独で含有しているが，各ピークが近接しているため，まとめて 1 ピークとして定量した。

2.8 妥当性評価試験

妥当性評価試験は，ガイドライン及び当センターの業務管理規定に準拠した。

添加濃度は 2 濃度とし，各農薬を試料中濃度が 0.01 μg/g 及び 0.05 μg/g となるように各試料に添加し，30 分以上経過してから試料の前処理を行った。

妥当性評価試験は，分析者 3 名が 2 濃度添加試料を，1 日 2 試行，2 日間分析する枝分かれ実験計画により実施した。得られた結果は，Microsoft Excel を用いて一元配置の分散分析による解析を行い，真度，併行精度，室内精度を求めた。日間の分散の期待値が併行の分散の期待値よりも小さい場合は，日間の標準偏差を 0 として計算を行った。

選択性については，食品毎のブランク試料のピーク面積が，添加濃度 0.01 μg/g に対応する濃度の標準液（GC 法 ; 20 ng/mL，LC 法 ; 1 ng/mL）から得られるピーク面積の 1/3 未満であることを条件とした。

定量限界は S/N≧10 となる検量線（GC 法は食品毎のマトリックス添加検量線）の最小濃度とし，添加濃度 0.01 μg/g 以下であることを条件とした。

3. 結果及び考察

3.1 QuEChERS 法の検討

QuEChERS 法には，Anastassiades らが最初に発表した方法[3)]やそれを発展させた方法[4-6)]があり，それぞれ特徴があるため，各法を照らし合わせて，最適な方法を検討した。

試料の粉砕は，ドライアイスや液体窒素を用いることが勧められているが，常温でペースト状になるまで磨砕均一化した。塩析・脱水には $MgSO_4$，NaCl を用い，抽出時の pH の安定化のために，クエン酸塩を用いた。

抽出回数は，食品の種類や農薬によっては，

1 回の抽出では十分回収されなかったため，2 回繰り返すことにした [7]。

精製は固相カラムで行い，GC 法には C18 と SAX/PSA（ほうれんそう，レモンの場合は C18 と GC/PSA），LC 法には，C18 と PSA を用いた。

3.2 妥当性評価試験

3.2.1 結果の評価について

ガイドラインに従い，検討した分析法の妥当性評価試験を実施し，得られた結果について表 1 のとおり分類した。分類の食品別の結果を表 2 に，農薬別の結果を表 3（GC 法），表 4（LC 法）に示す。

分類は，A（真度，精度とも目標値を満たす），B（高濃度で真度，精度の目標値を満たす，B’は低濃度で満たす場合），C（真度が 50%以上 70%未満，精度が目標値を満たす），D（A，B，B'，C 以外），E（測定不能，GC 法で該当）とした。

GC 法で E の測定不能となった要因は①検量線の直線性が無い，②ブランクピークが大きく選択性が低い，③定量下限が許容範囲外であった。

また，「2.7 定量法，2.7.1 GC 法の定量」に示した異性体混合物（※）の評価について，異性体毎の評価が異なる場合には，評価の低い方を採用した（例えば，評価が A，B に分かれる場合は B とする）。

LC 法では，事前に測定可能な農薬を選定し，評価を行った。

3.2.2 GC 法の妥当性評価試験結果について

評価 A の農薬が，各食品で約 8 割を占めた。全食品にわたり評価 A となったのは，275 成分中 142 成分であった。

評価 B，B'の農薬は，約 1 割前後であった。B'の場合が，りんご，玄米，レモンで，比較的多かった。

評価 C の農薬は，各食品で 3～5 農薬と，非常に少なかった。6 食品において，蒸気圧の高いチオメトンが該当し，濃縮操作時に揮発したと思われる [8,9]。

評価 D の農薬は，各食品で 1 割未満であった。

各食品に共通して評価が芳しくなかった農薬を大別すると，蒸気圧が比較的高く濃縮操作時に揮発しやすいもの（チオメトン，ジクロルボス，ブチレート等）[10,11]，試料成分の影響を受けやすく，標準液の添加静置時に分解が進んだと考えられるもの（クロロタロニル，ジクロフルアニド等）[10-12]，固相カラムに吸着しやすいもの（キノメチオネート，ジスルホトン，オリザリン等），感度が良くないもの（ブプロフェジン，イプロジオン代謝物等）があり，もともと物性や安定性等から一斉分析法を適用するのは難しいとされているものが多く該当した。

3.2.3 LC 法の妥当性評価試験結果について

ねぎ以外の 6 食品において，約 8 割の農薬が評価 A となった。ねぎは約 6 割にとどまった。

全食品にわたり評価 A となったのは，161 成分中 51 成分と 3 割程度となり，ねぎの結果が全体の評価を下げる主な要因となっていた。

評価 B，B’の農薬は，各食品で，1 割未満であった。

評価 C の農薬は，約 1～3 割程度で，ねぎが最も多かった。評価 D の農薬は，約 1～3 割程度で，キャベツ，レモンに比較的多かった。

評価 C，D の農薬は，イオン化抑制及び促進が特に強く生じたと考えられる。

また，農薬別にみると，構造にアミノ基を持つ農薬（ピメトロジン，チアベンダゾール等）や，高極性の農薬（アセフェート，ジノテフラン等）が該当した。評価の低い要因として，抽出時に水層が酸性（pH2～4）となり [13]，農薬の一部が解離し，水層へ移行したことや，マトリックスの影響による有機層への分配の低下 [1,14] が考えられた。

チオジカルブは一部の食品で，前処理の途中で酸化分解され，メソミルに変化することが報告されており [15]，ほうれんそう，ねぎにその事象がみられた。

ねぎについては，GC 法で共通する対象農薬の評価が良好であることから，LC 法の精製ではねぎ特有のマトリックスを十分に除去できていないと考えられた。そこで，精製する抽出液を半量にした 20 倍希釈試験溶液で添加回収試験を行った（添加濃度：0.01 及び 0.05 μg/g，各 n=5）。その結果，評価 A の農薬が約 8 割となり，改善することができた（表 4 に追試の結果を掲載）。

4. まとめ

迅速簡便な分析法である QuEChERS 法を基に，新たな残留農薬一斉分析法を検討し，7 食品を対象とした妥当性評価試験を実施した。

LC 法のねぎを除き，概ね 8 割の農薬が目標値を満たし，本法は高精度な迅速一斉分析法として有用であることが示唆された。

LC 法のねぎについては，精製する量を半量にし,マトリックスの影響を抑えることにより，回収率を改善することができた。

今後は，さらに対象食品を拡充し，本法の妥当性を検証していく予定である。また，今回の対象食品についても，品種，熟度，生産地等が違えば全く同じマトリックスとはいえないため，継続して各農薬への影響を確認する必要がある。

参考文献

1）厚生労働省医薬品食品局食品安全部長通知食安発第 115001 号：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，平成 19 年 11 月 15 日.

2)厚生労働省医薬品食品局食品安全部長通知食安発第 1124 第 1 号：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の一部改正について，平成 22 年 12 月 24 日.

3）Anastassiades,M.,Lehotay,S.J.,Stajnbaher, D.,Schenck,F.J., Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and “dispensive solid-phase extraction” for the determination of pesticide residues in produce,J.AOAC Int.,**86**,2,2003,412-431.

4) AOAC official Method 2007.01 Pesticide Residues in Foods by Acetonitrile Extraction and Partitioning with Magnesium Sulfate

5）Europian Committee for Standardization Standard Method EN 15662 Foods of Plant Origin-determination of Pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS/MS Following Acetonitrile Extraction/Partitioning and Clean-up by Dispersive SPE-QuEChERS method

6）M,Okihashi.,Y,Kitagawa.,K,Akutsu.,H,Obana., Y,Tanaka:Rapid Method for the Determination of 180 Pesticide Residues in Foods by Gas Chromatography/MassSpectry and Flame Photometric Detection, J.Pestic.Sci.,**30**,4,2005, 368-377.

7）天明さおり，珍田尚俊，小林貴司：第 36 回残留農薬分析研究会講演要旨集, 2013, 63-78.

8）厚生労働省　食品に残留する農薬等の試験法　分析法検討結果の詳細　平成 15・16 年度農薬一斉分析法検討結果，平成 17 年度農薬一斉分析法検討結果
http://www.mhlw.go.jp/topics/bukyoku/iyaku/syoku-anzen/zanryu3/index.htm/

9）GC/MS による農作物中揮発性農薬の一斉分析法の検討, 京都市衛生公害研究所年報, **73**, 2007，133-141.

10)農薬残留分析法研究班:最新　農薬の残留分析法　改訂版，2006.

11)上路雅子，小林裕子，中村幸二：2002 版残留農薬分析法，ソフトサイエンス社

12)小林裕子:分析操作における農薬の変化とその対応，食品衛生学雑誌，**42**，6，2001，J331-J336.

13)永井雄太郎, 窪田尚正, 前田洋子, 松井啓江, 高橋由里子：第 30 回残留農薬分析研究会講演要旨集，2007，102-114.

14)永井雄太郎：QuEChERS を見直してみよう，日本農薬学会誌，**37**，4，2012，362-371.

15)永山敏廣，小林麻紀，塩田寛子，森野雅世，伊藤正子，田村行弘：農産物中の N-メチルカーバメイト系農薬分析法，食品衛生学雑誌，**35**，5，1994，470-478.

表 1　各農薬の評価の分類

評　価	条　件
A	2濃度（0.01 μg/g，0.05 μg/g）ともにガイドラインの目標値を満たす 真度（%）　：70≦ ～ ≦120 精度（%）（併行,室内）　：0.01 μg/g（< 25，< 30）　0.05 μg/g（< 15，< 20）
B	0.05 μg/gのみガイドラインの目標値を満たす 真度（%）　：70≦ ～ ≦120 精度（%）（併行,室内）　：< 15，< 20
B'	0.01 μg/gのみガイドラインの目標値を満たす 真度（%）　：70≦ ～ ≦120 精度（%）（併行,室内）　：< 25，< 30
C	2濃度ともに以下の条件を満たす 真度（%）　：50≦ ～ ＜70 精度（%）（併行,室内）　：0.01 μg/g（< 25，< 30）　0.05 μg/g（< 15，< 20）
D	A，B，B'，C 以外（2濃度またはどちらかの濃度で，次のいずれかに1つでも該当） 真度（%）　：< 50，120 < 精度（%）（併行,室内）　：0.01 μg/g（25≦，30≦）　0.05 μg/g（15≦，20≦）
E*	測定不能　・検量線の直線性が無い ・ブランクピークが大きく選択性が低い ・定量限界が許容範囲外

*：GC 法の対象農薬でのみ該当

表 2　GC 法及び LC 法の妥当性評価結果（食品別）

評価	GC-MS/MS						
	りんご	ほうれんそう	玄米	ねぎ	ばれいしょ	キャベツ	レモン
A	213* (77)**	233 (85)	211 (77)	212 (77)	219 (80)	209 (76)	226 (82)
B	15 (5)	7 (3)	22 (8)	18 (7)	21 (8)	18 (7)	6 (2)
B'	10 (4)	6 (2)	11 (4)	5 (2)	3 (1)	5 (2)	16 (6)
C	5 (2)	5 (2)	3 (1)	2 (1)	4 (1)	6 (2)	5 (2)
D	16 (6)	15 (5)	22 (8)	20 (7)	19 (7)	15 (5)	9 (3)
E	16 (6)	9 (3)	6 (2)	18 (7)	9 (3)	22 (8)	13 (5)
Total	275	275	275	275	275	275	275

評価	LC-MS/MS						
	りんご	ほうれんそう	玄米	ねぎ	ばれいしょ	キャベツ	レモン
A	142 (88)	129 (80)	145 (90)	102 (63)	133 (83)	137 (85)	121 (75)
B	8 (5)	4 (2)	1 (1)	7 (4)	4 (2)	2 (2)	0 (0)
B'	0 (0)	1 (1)	2 (1)	0 (0)	1 (1)	1 (1)	1 (1)
C	6 (4)	16 (10)	0 (0)	40 (25)	5 (3)	10 (6)	12 (8)
D	5 (3)	11 (7)	13 (8)	12 (8)	18 (11)	11 (7)	27 (17)
Total	161	161	161	161	161	161	161

* 各評価に該当する農薬数　** 測定対象農薬に対する割合（%）

表 3　GC 法の妥当性評価試験結果（農薬別）

No.	農薬名	RT [1] (min)	モニターイオン (m/z)	りんご	ほうれんそう	玄米	ねぎ	ばれいしょ	キャベツ	レモン	各評価の分布[2] A	B	B'	C	D	E
1	Dichlorvos	6.7	185.0 > 93.0	D	D	D	B'	D	D	B	0	1	1	0	5	0
2	EPTC	7.5	189.1 > 128.1	D	D	D	D	D	D	E$^{\$\dagger}$	0	0	0	0	6	1
3	Mevinphos	8.2	192.0 > 164.0	B	A	B'	A	B'	A	A	4	1	2	0	0	0
4	Butylate	8.2	174.1 > 146.1	E†	D	D	A	D	D	B'	1	0	1	0	4	1
5	3-HydroxyCarbofuran*	8.8	180.0 > 137.0	D	A	D	E$^{\$\#}$	B'	A	D	2	0	1	0	3	1
6	Chlorneb	9.2	206.0 > 191.1	B'	B'	B'	E$^{\#}$	D	E$^{\#}$	E$^{\$\dagger\#}$	0	0	3	0	1	3
7	Isoprocarb	9.6	136.1 > 121.1	A	A	B'	A	A	A	A	6	0	1	0	0	0
8	XMC	10.1	122.1 > 107.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
9	Tecnazene	10.6	260.9 > 203.0	B'	A	B'	A	D	C	A	3	0	2	1	1	0
10	Fenobucarb	10.7	150.1 > 121.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
11	Propoxur	10.7	152.1 > 110.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
12	Propachlor	10.7	176.1 > 92.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
13	Chlorethoxyfos	10.8	262.9 > 207.0	D	B'	B'	A	D	D	A	2	0	2	0	3	0
14	Demeton-S-Methyl	11.0	141.9 > 111.9	A	C	A	A	A	A	A	6	0	0	1	0	0
15	Ethoprophos	11.1	158.0 > 96.9	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
16	Ethalfluralin	11.7	276.1 > 202.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
17	Chlorpropham	11.7	213.1 > 127.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
18	Trifluralin	11.5	306.1 > 264.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
19	Benfluralin	11.6	292.1 > 264.2	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
20	Dicrotophos	11.8	127.0 > 109.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
21	Bendiocarb*	11.9	223.1 > 166.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
22	Cadusafos	12.1	159.1 > 96.9	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
23	Monocrotophos	12.5	127.0 > 109.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
24	Diallate 1 Diallate 2	12.2 12.7	234.0 > 150.0 234.0 > 150.0	B'	A	A	A	D	C	A	4	0	1	1	1	0
25	Phorate	12.2	260.0 > 75.0	C	A	A	A	C	C	A	4	0	0	3	0	0
26	α-BHC	12.5	218.9 > 183.0	C	A	A	A	C	A	A	5	0	0	2	0	0
27	β-BHC	13.8	180.9 > 144.9	A	A	A	E$^{\$\dagger\#}$	A	A	A	6	0	0	0	0	1
28	γ-BHC	14.0	218.9 > 183.0	B'	A	A	A	B'	A	A	5	0	2	0	0	0
29	δ-BHC	15.5	219.0 > 183.0	D	A	A	A	A	A	A	6	0	0	0	1	0
30	Thiometon	12.7	88.0 > 60.0	C	C	C	C	C	C	A	1	0	0	6	0	0
31	Dimethoate*	13.1	229.0 > 87.0	A	E†	A	A	A	A	A	6	0	0	0	0	1
32	Dicloran	13.3	206.0 > 176.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
33	Carbofuran*	13.3	164.1 > 131.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
34	Simazine	13.5	201.1 > 172.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
35	Atrazine	13.5	215.1 > 200.2	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
36	Chlorbufam(BIPC)	13.7	223.0 > 171.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
37	Clomazone	13.7	204.1 > 107.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
38	Propazine	13.7	229.1 > 214.2	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
39	Dimethipin	13.8	118.0 > 58.0	A	B	B	A	A	B	A	4	3	0	0	0	0
40	Quintozene	13.7	294.8 > 237.0	D	A	B'	B'	D	D	B'	1	0	3	0	3	0
41	Dioxathion	13.8	270.0 > 197.2	E$^{\$}$	D	D	B	E$^{\$\dagger}$	E$^{\$\dagger}$	B	0	2	0	0	2	3
42	Terbufos	14.0	231.0 > 175.0	B'	A	A	A	B	B	A	4	2	1	0	0	0
43	Cyanophos	14.1	243.0 > 109.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
44	Propyzamide	14.3	254.0 > 226.2	A	A	A	A	A	B	A	6	1	0	0	0	0
45	Diazinon	14.3	304.1 > 179.2	A	A	A	B	A	B	A	5	2	0	0	0	0
46	Phosphamidon 1 Phosphamidon 2	14.5 16.2	264.1 > 127.0 264.1 > 127.0	E	A	A	A	A	A	A	6	0	0	0	0	1
47	Pyroquilon	14.5	173.1 > 130.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
48	Pyrimethanil*	14.6	198.1 > 198.2	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
49	Chlorothalonil	15.1	265.9 > 133.0	D	E$^{\$\dagger}$	D	E$^{\$\dagger}$	D	E$^{\$\dagger}$	E$^{\$\dagger}$	0	0	0	0	3	4
50	Disulfoton	14.8	142.0 > 109.0	C	D	A	D	B	B'	A	2	1	1	1	2	0
51	Prohydrojasmon 1 Prohydrojasmon 2	14.9 15.6	153.0 > 97.0 153.0 > 97.0	E$^{\$\dagger}$	A	D	D	B	D	E†	1	1	0	0	3	2
52	Isazofos	14.9	285.0 > 257.2	B	A	B	B	D	E†	A	2	3	0	0	1	1
53	Tefluthrin	14.9	177.0 > 127.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0

表 3　続き

No.	農薬名	RT [1] (min)	モニターイオン (m/z)	りんご	ほうれんそう	玄米	ねぎ	ばれいしょ	キャベツ	レモン	各評価の分布[2] A	B	B'	C	D	E
54	Terbacil	15.3	161.1 > 144.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
55	Etrimfos	15.1	292.1 > 181.2	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
56	Triallate	15.2	268.0 > 184.0	B'	A	A	A	B	B'	A	4	1	2	0	0	0
57	Iprobenfos	15.6	204.1 > 91.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
58	Pirimicarb	15.6	238.1 > 166.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
59	Benoxacor	15.8	259.0 > 120.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
60	Formothion	16.0	170.0 > 93.0	A	A	A	A	A	B	A	6	1	0	0	0	0
61	Ethiofencarb	16.1	168.1 > 107.0	D	D	A	D	A	C	A	3	0	0	1	3	0
62	Benfuresate	16.4	256.1 > 163.1	A	A	B	A	A	A	A	6	1	0	0	0	0
63	Dichlofenthion(ECP)	16.3	279.0 > 223.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
64	Dimethenamid	16.4	230.1 > 154.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
65	Propanil	17.0	217.0 > 161.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
66	Acetochlor	16.6	223.1 > 132.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
67	Bromobutide	16.7	232.1 > 176.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
68	Chlorpyrifos-methyl	16.7	285.9 > 271.0	B'	A	A	A	A	A	A	6	0	1	0	0	0
69	Vinclozolin	16.9	285.0 > 212.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
70	Spiroxamin 1 Spiroxamin 2	16.9 18.4	100.1 > 72.1 100.1 > 72.1	A	A	A	D	A	E[$†#]	D	4	0	0	0	2	1
71	Parathion-methyl	17.1	263.0 > 109.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
72	Tolclophos-methyl	17.1	265.0 > 250.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
73	Alachlor	17.1	237.1 > 160.1	A	A	B	A	A	A	A	6	1	0	0	0	0
74	Simetryn	17.5	213.1 > 170.1	A	A	A	D	A	A	A	6	0	0	0	1	0
75	Heptachlor	17.3	338.8 > 267.9	D	A	B	D	D	E[$†]	B'	1	1	1	0	3	1
76	Carbaryl	17.5	144.1 > 115.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
77	Metalaxyl	17.5	249.1 > 190.2	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
78	Ametryn*	17.6	227.1 > 212.1	A	A	A	D	A	A	A	6	0	0	0	1	0
79	Fenchlorphos	17.6	284.9 > 270.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
80	Prometryn*	18.4	241.1 > 184.1	A	A	A	D	A	A	A	6	0	0	0	1	0
81	Pirimiphos-methyl	18.2	305.1 > 290.2	A	A	A	A	B	D	B'	4	1	1	0	1	0
82	1-Naphthyl acetamide	18.7	141.1 > 115.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
83	Terbutryn	18.3	241.2 > 170.1	A	A	A	E[$†]	A	A	A	6	0	0	0	0	1
84	Fenitrothion	18.5	277.0 > 260.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
85	Methiocarb	18.6	168.1 > 153.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
86	Ethofumesate	18.6	286.1 > 207.2	A	A	A	A	B	A	A	6	1	0	0	0	0
87	Bromacil*	19.2	205.0 > 188.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
88	Dichlofluanid	18.7	224.1 > 123.0	D	D	D	D	B	D	D	0	1	0	0	6	0
89	Esprocarb	18.8	222.1 > 91.1	A	A	A	A	A	A	B'	6	0	1	0	0	0
90	Malathion	19.0	173.0 > 99.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
91	Quinoclamine	19.3	207.0 > 172.0	A	B	A	A	A	A	A	6	1	0	0	0	0
92	Metolachlor	19.1	238.1 > 162.2	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
93	Chlorpyrifos	19.2	313.9 > 258.0	A	A	A	A	A	B	D	5	1	0	0	1	0
94	Aldrin	19.3	262.9 > 193.0	B'	A	B'	A	C	B'	C	2	0	3	2	0	0
95	Thiobencarb	19.4	257.1 > 100.0	A	A	A	A	B	B	A	5	2	0	0	0	0
96	Dimethylvinphos Z	19.5	294.9 > 109.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
97	Chlorthal-dimethyl	19.6	331.9 > 301.1	A	A	A	A	A	A	B'	6	0	1	0	0	0
98	Diethofencarb	19.6	267.2 > 225.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
99	Fenthion	19.6	278.0 > 109.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
100	Fenpropimorph*	19.5	128.1 > 70.1	A	A	A	D	A	A	A	6	0	0	0	1	0
101	Cyanazine	20.1	225.1 > 189.2	A	A	A	B'	A	B	A	5	1	1	0	0	0
102	Parathion	19.8	291.0 > 109.0	A	A	B	A	A	A	A	6	1	0	0	0	0
103	Isofenphos-oxon	19.9	229.0 > 201.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
104	Triadimefon*	20.0	208.1 > 127.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
105	Tetraconazole	20.2	336.0 > 218.2	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
106	Fthalide	20.5	242.9 > 179.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
107	Nitrothal-ispropyl	20.3	236.1 > 194.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
108	Bromophos-methyl	20.6	330.9 > 316.0	A	A	A	A	A	A	B'	6	0	1	0	0	0

表 3　続き

No.	農薬名	RT [1] (min)	ﾓﾆﾀｰｲｵﾝ (*m/z*)	りんご	ほうれんそう	玄米	ねぎ	ばれいしょ	ｷｬﾍﾞﾂ	ﾚﾓﾝ	各評価の分布[2] A	B	B'	C	D	E
109	Diphenamid	20.7	167.1 > 165.1	A	A	B	A	A	A	A	6	1	0	0	0	0
110	Fosthiazate 1	20.6	195.0 > 103.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
	Fosthiazate 2	20.8	195.0 > 103.0													
111	Pendimethalin	21.3	252.1 > 162.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
112	Chlorfenvinphos 1	21.3	323.0 > 267.1	A	A	A	E$†	B	B	A	4	2	0	0	0	1
	Chlorfenvinphos 2	21.9	323.0 > 267.1													
113	Penconazole	21.7	248.1 > 192.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
114	Dimethametryn	21.8	212.1 > 122.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
115	Chlozolinate	21.9	331.0 > 259.2	A	A	A	A	A	B	A	6	1	0	0	0	0
116	Isofenphos	21.7	255.1 > 185.1	A	A	B	A	A	A	A	6	1	0	0	0	0
117	Z-Pyrifenox	21.7	262.0 > 192.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
118	E-Pyrifenox	23.3	262.0 > 192.1	A	B	A	A	A	A	A	6	1	0	0	0	0
119	Fipronil*	22.0	419.9 > 351.1	E$	D	D	E$†	E$†	E$†	E$†	0	0	0	0	2	5
	Allethrin 1	21.8	123.0 > 81.0													
120	Allethrin 2,3	22.2	123.0 > 81.0	E$†	E$†	E$†	E$†	E$†	E$†	E$†	0	0	0	0	0	7
	Allethrin 4	22.8	123.0 > 81.0													
121	Mecarbam	22.1	329.1 > 131.0	D	B	D	B	B	E$†	B	0	4	0	0	2	1
122	Diclocymet 1	22.4	277.1 > 221.2	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
	Diclocymet 2	23.2	277.1 > 221.2													
123	Phenthoate	22.2	274.0 > 121.0	A	A	A	A	A	A	B'	6	0	1	0	0	0
124	Quinalphos	22.3	298.1 > 156.0	A	A	A	B	B	A	A	5	2	0	0	0	0
125	Captan	22.3	149.0 > 70.0	A	E†	D	D	D	D	D	1	0	0	0	5	1
126	Dimepiperate	22.4	145.0 > 112.1	A	A	A	B	A	A	A	6	1	0	0	0	0
127	Procymidone	22.5	283.0 > 96.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
128	Triadimenol 1*	23.0	168.1 > 70.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
	Triadimenol 2*	23.0	168.1 > 70.0													
129	Methoprene 1,2	22.8	153.0 > 111.0	A	A	B'	B	A	A	A	5	1	1	0	0	0
130	Bromophos-ethyl	23.0	358.9 > 303.0	A	A	A	A	A	A	C	6	0	0	1	0	0
131	Methidathion	23.0	145.0 > 85.0	A	A	A	A	A	A	D	6	0	0	0	1	0
132	Chlorbenside	22.9	268.0 > 125.0	A	A	A	A	A	A	B'	6	0	1	0	0	0
133	Chinomethionat	23.1	206.0 > 148.0	D	D	D	D	D	D	D	0	0	0	0	7	0
134	Propaphos	23.3	304.1 > 220.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
135	Paclobutrazol	23.3	236.1 > 125.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
136	Tetrachlorvinphos*	23.4	330.9 > 109.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
137	Butachlor	23.4	237.1 > 160.1	A	A	B'	A	A	A	B'	5	0	2	0	0	0
138	Disulfotonsulfone	23.6	213.0 > 124.9	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
139	Fenothiocarb	23.7	160.1 > 72.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
140	α-Endosulfan	23.4	240.9 > 206.0	B	A	A	D	A	B	A	4	2	0	0	1	0
141	β-Endosulfan	26.0	240.9 > 206.0	B	A	B	E†	A	B	A	3	3	0	0	0	1
142	Butamifos	23.8	286.1 > 202.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
143	Flutriafol	23.9	219.1 > 123.0	B	A	A	A	A	A	A	6	1	0	0	0	0
144	Napropamide	24.0	271.2 > 128.0	B	A	B'	B	A	A	A	4	2	1	0	0	0
145	Fenamiphos	24.2	303.1 > 260.3	B	B'	A	B	A	A	A	4	2	1	0	0	0
146	TCMTB	24.2	180.0 > 136.0	A	D	D	A	A	A	A	5	0	0	0	2	0
147	Chlorfenson	24.2	175.0 > 111.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
148	Hexaconazole*	24.2	214.0 > 172.0	E$	A	B	B	A	A	A	4	2	0	0	0	1
149	Flutolanil	24.4	323.1 > 173.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
150	Prothiophos	24.3	309.0 > 239.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
151	E-Metominostrobin	24.4	191.1 > 160.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
152	Z-Metominostrobin	25.2	191.1 > 160.1	A	A	A	A	B	A	A	6	1	0	0	0	0
153	Pretilachlor	24.4	262.1 > 202.2	A	A	B	A	A	A	A	6	1	0	0	0	0
154	Tricyclazole*	24.9	189.0 > 162.0	A	C	A	B'	A	A	A	5	0	1	1	0	0
155	Isoprothiolane	24.5	290.1 > 118.0	A	A	B	A	A	A	A	6	1	0	0	0	0
156	Fludioxonil*	24.9	248.0 > 182.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
157	Profenofos	24.5	336.9 > 267.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
158	p,p'-DDE	24.7	317.9 > 246.1	A	A	A	A	A	A	C	6	0	0	1	0	0

表 3　続き

No.	農薬名	RT [1] (min)	ﾓﾆﾀｰｲｵﾝ (*m/z*)	りんご	ほうれんそう	玄米	ねぎ	ばれいしょ	ｷｬﾍﾞﾂ	ﾚﾓﾝ	各評価の分布[2] A	B	B'	C	D	E
159	p,p'-DDD	26.2	235.0 > 165.1	B	A	A	A	A	A	A	6	1	0	0	0	0
160	o,p'-DDT	26.3	234.9 > 164.9	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
161	p,p'-DDT	27.5	235.0 > 165.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
162	Uniconazole P	24.7	234.1 > 137.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
163	Oxadiazon	24.8	175.0 > 112.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
164	DEF	24.8	168.9 > 112.9	A	A	B	A	A	B	A	5	2	0	0	0	0
165	Dierdrin	24.7	262.9 > 193.0	B'	B'	B	B	A	B	B	1	4	2	0	0	0
	Aramite 1,2	24.9	334.1 > 185.1													
166	Aramite 3	25.2	334.1 > 185.1	E[$†]	E[$†]	E[$†]	E[$†]	E[$†]	E[$†]	E[$†]	0	0	0	0	0	7
	Aramite 4	25.6	334.1 > 185.1													
167	Thifluzamide	24.8	448.9 > 429.2	A	A	A	A	A	A	B'	6	0	1	0	0	0
168	Flamprop-methyl*	24.9	276.1 > 105.0	A	A	A	A	E[†]	A	A	6	0	0	0	0	1
169	Myclobutanil	25.0	179.0 > 125.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
170	Buprofezin*	25.0	305.2 > 249.3	E[$†]	E[$†]	E[$†]	E[$†]	E[$†]	E[$†]	E[$†]	0	0	0	0	0	7
171	Flusilazole	25.0	233.1 > 165.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
172	Oxyfluorfen	25.0	252.0 > 146.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
173	Carboxin	25.1	235.1 > 143.0	D	D	A	D	E[†]	D	A	2	0	0	0	4	1
174	Bupirimate	25.1	316.2 > 273.2	E[†]	B	D	E[$†]	B	E[†]	B	0	3	0	0	1	3
175	Imibenconazole-desbenzyl	25.4	235.0 > 166.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
176	Kresoxim-methyl	25.2	206.1 > 131.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
177	Azaconazole	25.2	217.0 > 173.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
178	Imazamethabenz-methyl	25.4	245.0 > 176.0	A	A	B	A	A	A	A	6	1	0	0	0	0
179	Chlorfenapyr	25.4	247.0 > 227.0	E[†]	E[†]	D	E[$†]	B	B'	B	0	2	1	0	1	3
180	Cyproconazole 1,2	25.6	222.1 > 125.1	E[†]	A	A	A	A	A	A	6	0	0	0	0	1
181	Isoxathion	25.5	313.1 > 130.0	B	A	D	B	A	E[†]	A	3	2	0	0	1	1
182	Endrin	25.6	262.9 > 193.0	B'	A	A	A	B	E[†]	E[†]	3	1	1	0	0	2
183	Fenoxanil	25.7	293.1 > 155.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
184	Perthane	25.6	223.2 > 167.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
185	Chlorobenzilate	26.0	253.0 > 141.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
186	Z-Pyriminobacmethyl	26.0	302.1 > 256.2	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
187	E-Pyriminobacmethyl	27.4	302.1 > 256.3	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
188	Flufenpyr-ethyl	26.1	408.1 > 345.3	B	A	B	A	B	D	A	3	3	0	0	1	0
189	Fensulfothion	26.1	293.0 > 141.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
190	Oxadixyl	26.4	163.0 > 132.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
191	Ethion	26.3	384.0 > 231.1	B	A	D	B	A	B	A	3	3	0	0	1	0
192	Fluacrypyrim	26.6	204.1 > 189.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
193	Mepronil	26.9	269.1 > 119.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
194	Sulprofos	26.8	322.0 > 156.0	A	A	A	B	A	B	A	5	2	0	0	0	0
195	Triazophos	26.8	257.1 > 162.2	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
196	Benalaxyl*	27.1	266.1 > 148.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
197	Chlornitrofen	27.1	316.9 > 287.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
198	Carfentrazone-ethyl*	27.1	411.0 > 340.2	B	B	D	B	D	E[$†]	A	1	3	0	0	2	1
199	Ediphenphos	27.2	310.0 > 173.0	A	A	B'	A	A	A	A	6	0	1	0	0	0
200	Trifloxystrobin*	27.3	222.1 > 130.0	A	A	B	D	B	B	A	3	3	0	0	1	0
201	Norflurazon	27.4	303.0 > 302.2	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
202	Propiconazole 1	27.3	259.0 > 173.0	A	B'	A	A	E[†]	E[†]	A	4	0	1	0	0	2
	Propiconazole 2	27.5	259.0 > 173.0													
203	Quinoxyfen	27.5	237.0 > 208.2	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
204	Endosulfan-sulphate	27.3	271.9 > 237.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
205	Lenacil	27.8	153.1 > 136.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
206	Pyraflufen-ethyl	27.6	412.0 > 349.3	A	A	A	A	B	D	A	5	1	0	0	1	0
207	Hexadzinone	27.8	171.0 > 71.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
208	Thenylchlor	27.8	288.1 > 141.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
209	Tebuconazole	28.0	250.1 > 125.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
210	Diclofop-methyl	28.0	340.0 > 253.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
211	Propargite 1,2	28.0	350.2 > 173.0	E[$†]	E[†]	E[†]	E[†]	D	E[$†]	A	1	0	0	0	1	5

表 3　続き

No.	農薬名	RT [1] (min)	モニターイオン (*m/z*)	りんご	ほうれんそう	玄米	ねぎ	ばれいしょ	キャベツ	レモン	各評価の分布[2] A	B	B'	C	D	E
212	Diflufenican	28.1	394.1 > 266.2	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
213	Resmethrin 1	28.0	171.1 > 128.1	E†	D	B	E†	A	E†	E†	1	1	0	0	1	4
	Resmethrin 2	28.3	171.1 > 128.1													
214	Piperonyl butoxide	28.2	176.1 > 131.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
215	Captafol	28.3	79.0 > 79.0	E†#	E†	D	E$†#	D	E†	E†	0	0	0	0	2	5
216	Epoxiconazole*	28.4	192.0 > 138.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
217	Zoxamide	28.5	258.1 > 187.1	B	A	A	C	A	C	B'	3	1	1	2	0	0
218	Mefenpyr-diethyl*	28.5	253.0 > 189.2	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
219	Spiromesifen	28.5	272.2 > 254.3	D	B'	A	A	A	A	A	5	0	1	0	1	0
220	Pyributycarb	28.6	181.1 > 108.1	A	A	B	A	A	A	A	6	1	0	0	0	0
221	Pyridaphenthion	28.7	199.1 > 92.0	B	A	A	A	A	A	A	6	1	0	0	0	0
222	Iprodione	28.8	314.0 > 245.2	A	A	B	E$†	A	B	A	4	2	0	0	0	1
223	Azinphos-methyl	29.0	160.0 > 160.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
224	Phosmet	29.0	317.0 > 160.1	A	B	E†	B	B	B'	A	2	3	1	0	0	1
225	Bifenthrin	28.9	181.1 > 166.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
226	EPN	29.1	157.0 > 110.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
227	Bromopropylate	29.1	343.0 > 185.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
228	Piperophos	29.1	320.1 > 122.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
229	Picolinafen	29.2	376.1 > 239.2	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
230	Etoxazole*	29.3	300.1 > 270.2	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
231	Spirodiclofen	29.3	312.1 > 268.4	D	D	E$†	E$†	B	E$†	E$†	0	1	0	0	2	4
232	Methoxychlor	29.2	227.0 > 169.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
233	Fenpropathrin*	29.3	265.1 > 210.3	B	A	A	A	A	A	A	6	1	0	0	0	0
234	Fenamidone*	29.4	268.1 > 180.2	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
235	Tebufenpyrad	29.4	318.2 > 131.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
236	Anilofos*	29.5	226.0 > 157.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
237	Bifenox	29.7	341.0 > 310.2	A	A	B	B	D	A	A	4	2	0	0	1	0
238	Tetradifon	29.8	355.9 > 228.9	A	A	A	A	A	A	B'	6	0	1	0	0	0
239	Iprodione Metabolite	29.8	329.0 > 142.0	E$	D	D	B	B	E$†	D	0	2	0	0	3	2
240	Phenothrin 1	29.7	183.1 > 153.1	A	A	D	B'	E†	A	C	3	0	1	1	1	1
	Phenothrin 2	29.9	183.1 > 153.1													
241	Phosalone	30.0	367.0 > 182.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
242	Cyhalothrin 1	30.2	208.1 > 181.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
	Cyhalothrin 2	30.8	208.1 > 181.1													
243	Pyriproxyfen	30.3	136.1 > 96.0	A	A	A	A	A	A	B'	6	0	1	0	0	0
244	Cyhalofop-butyl	30.3	256.1 > 120.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
245	Mefenacet	30.5	192.1 > 136.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
246	Acrinathrin	30.8	289.1 > 93.0	C	A	A	A	A	A	A	6	0	0	1	0	0
247	Pyrazophos*	30.9	373.1 > 232.0	A	A	B	A	A	D	A	5	1	0	0	1	0
248	Fenarimol	30.8	251.0 > 139.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
249	Pyraclofos	31.2	360.1 > 194.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
250	Oryzalin*	31.8	317.1 > 275.1	D	D	D	A	D	E$†	D	1	0	0	0	5	1
251	Bitertanol 1,2	31.5	170.1 > 141.1	A	A	A	D	A	A	A	6	0	0	0	1	0
252	Permethrin 1	31.6	183.0 > 153.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
	Permethrin 2	31.8	183.0 > 153.1													
253	Pyridaben	31.8	364.1 > 217.2	A	A	A	A	A	A	C	6	0	0	1	0	0
254	Fluquinconazole	31.9	340.0 > 298.2	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
255	Cafenstrole	32.2	100.0 > 72.0	A	A	C	A	A	A	A	6	0	0	1	0	0
256	Cyfluthrin 1,2,3,4	32.3	226.0 > 206.2	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
257	Fenbuconazole	32.4	198.1 > 129.0	A	A	A	D	A	A	A	6	0	0	0	1	0
258	Cypermethrin 1,2,3,4	33.1	163.0 > 91.0	A	A	A	A	A	A	E†	6	0	0	0	0	1
259	Halfenprox	32.8	263.0 > 235.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
260	Flucythrinate 1	33.0	199.1 > 157.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
	Flucythrinate 2	33.3	199.1 > 157.1													
261	Etofenprox	33.2	163.1 > 107.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
262	Silafluofen	33.4	286.1 > 258.2	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0

表 3　続き

No.	農薬名	RT [1] (min)	ﾓﾆﾀｰｲｵﾝ (m/z)	りんご	ほうれんそう	玄米	ねぎ	ばれいしょ	ｷｬﾍﾞﾂ	ﾚﾓﾝ	各評価の分布[2] A	B	B'	C	D	E
263	Fluridone*	33.6	328.1 > 328.4	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
264	Pyrimidifen	33.7	184.0 > 169.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
265	Fenvalerate 1	34.0	225.1 > 119.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
	Fenvalerate 2	33.9	225.1 > 119.0													
266	Flumioxazin	34.0	354.1 > 326.3	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
267	Fluvalinate 1,2	34.0	250.1 > 200.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
268	Difenconazole 1,2	34.6	323.0 > 265.3	A	A	A	D	A	A	A	6	0	0	0	1	0
269	Indoxacarb*	34.7	203.0 > 134.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
270	Deltamethrin	34.9	253.0 > 174.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
271	Flumiclorac-pentyl	35.1	423.2 > 318.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
272	Tolfenpyrad*	35.6	383.1 > 171.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
273	Imibenconazole	36.2	375.0 > 260.2	A	C	A	D	A	A	B'	4	0	1	1	1	0
274	Cinidon-ethyl	36.3	330.0 > 302.3	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	0
275	Fluthiacet methyl	36.6	403.0 > 266.1	A	C	C	A	D	D	B'	2	0	1	2	2	0

1）RT：Retention time　一部の農薬については，RT 順とはなっていない。
2）農薬の各評価（A～E）の数
*　：GC 及び LC の共通測定成分
$　：検量線に直線性がない
†　：定量下限が許容範囲外
#　：選択性が許容範囲外

表 4　LC 法の妥当性試験評価結果（農薬別）

No.	農薬名	RT [1] (min)	ﾓﾆﾀｰｲｵﾝ (m/z)	りんご	ほうれんそう	玄米	ねぎ	ばれいしょ	ｷｬﾍﾞﾂ	ﾚﾓﾝ	各評価の分布 [2] A	B	B'	C	D	ねぎ追試[3]
			Positive													
1	Methamidophos	5.5	141.9 > 93.9	A	A	A	A	A	D	A	6	0	0	0	1	A
2	Acephate	5.9	183.9 > 142.8	A	C	A	D	C	A	A	4	0	0	2	1	C
3	Omethoate	6.0	214.0 > 183.0	A	B	A	C	A	A	C	4	1	0	2	0	A※
4	Dinotefuran	6.1	203.1 > 129.0	A	C	A	C	C	D	D	2	0	0	3	2	A※
5	Pymetrozine	6.2	218.2 > 105.0	D	C	A	D	C	C	D	1	0	0	3	3	A※
6	Oxamyl	6.2	237.1 > 72.0	A	A	A	C	A	A	D	5	0	0	1	1	A※
7	Methomyl	6.5	163.1 > 106.0	A	A	D	A	A	A	D	5	0	0	0	2	A
8	Thiamethoxam	6.5	292.1 > 210.8	A	B	A	C	A	A	D	4	1	0	1	1	A※
9	Imidacloprid	7.0	256.2 > 174.9	A	A	B'	A	B'	A	C	4	0	2	1	0	A
10	Clothianidin	7.1	250.1 > 169.0	A	A	A	A	A	A	D	6	0	0	0	1	A
11	Carbendazim	7.2	192.1 > 160.1	A	C	A	C	A	A	D	4	0	0	2	1	A※
12	3-HydroxyCarbofuran*	7.3	238.1 > 181.0	A	A	A	C	A	A	D	5	0	0	1	1	A※
13	Acetamiprid	7.3	223.2 > 125.8	A	B	A	C	A	A	D	4	1	0	1	1	A※
14	Dimethoate*	7.5	230.2 > 198.6	B	C	A	C	A	C	D	2	1	0	3	1	A※
15	Chloridazon	7.7	222.0 > 104.0	B	C	A	D	A	A	D	3	1	0	1	2	C
16	Thiacloprid	7.7	253.1 > 125.9	A	B	A	C	A	A	D	4	1	0	1	1	A※
17	Triflumizole metabolite	7.7	295.2 > 175.8	A	C	A	A	A	B	C	4	1	0	2	0	A
18	Oxycarboxin	7.8	268.1 > 175.0	A	A	A	A	A	A	C	6	0	0	1	0	A
19	Thiabendazole	7.9	202.1 > 175.1	B	C	A	C	A	C	D	2	1	0	3	1	A※
20	Cymoxanil	8.0	199.1 > 128.0	A	A	A	C	A	C	C	4	0	0	3	0	C
21	Tricyclazole*	8.2	190.1 > 162.9	A	A	A	C	A	A	C	5	0	0	2	0	A※
22	Thifensulfuron-methyl	8.8	388.0 > 167.0	A	A	A	A	D	A	A	6	0	0	0	1	A
23	Carbetamide	8.9	237.1 > 192.1	A	A	A	C	A	A	A	6	0	0	1	0	A※
24	Azamethiphos	9.0	325.0 > 183.0	A	A	A	D	A	A	A	6	0	0	0	1	C
25	Thiophanate-methyl	9.1	343.1 > 150.8	C	D	A	D	A	D	C	2	0	0	2	3	C
26	Bendiocarb*	9.2	224.1 > 167.0	B	C	A	C	A	A	A	4	1	0	2	0	C
27	Imazalil	9.3	297.0 > 159.0	A	A	A	C	A	A	A	6	0	0	1	0	A※
28	Thidiazuron	9.3	221.0 > 102.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A

表 4　続き

No.	農薬名	RT [1] (min)	ﾓﾆﾀｰｲｵﾝ (*m/z*)	りんご	ほうれんそう	玄米	ねぎ	ばれいしょ	ｷｬﾍﾞﾂ	ﾚﾓﾝ	各評価の分布 [2] A	B	B'	C	D	ねぎ追試 [3]
29	Carbofuran*	9.3	222.1 > 165.1	A	A	A	C	D	A	A	5	0	0	1	1	A※
30	Dimethirimol	9.4	210.2 > 71.1	A	A	A	C	A	A	C	5	0	0	2	0	D
31	Bromacil*	9.5	261.1 > 204.9	A	A	A	D	A	A	C	5	0	0	1	1	B'
32	Isouron	9.6	212.1 > 167.0	A	A	A	C	A	A	A	6	0	0	1	0	A※
33	Tebuthiuron	9.6	229.2 > 172.1	A	A	A	C	A	A	A	6	0	0	1	0	A※
34	Thiodicarb	9.7	355.1 > 87.9	A	D	D	D	A	A	C	3	0	0	1	3	D
35	Monolinuron	9.9	215.1 > 126.0	A	A	A	C	A	A	D	5	0	0	1	1	A※
36	Trifloxysulfuron	10.0	438.1 > 182.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
37	Furametpyr	10.2	334.2 > 157.0	A	A	A	C	A	A	A	6	0	0	1	0	C
38	Azimsulfuron	10.3	425.1 > 182.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
39	Isoxaflutole	10.3	360.0 > 250.9	A	A	A	C	A	A	A	6	0	0	1	0	A※
40	Methabenzthiazuron	10.4	222.1 > 165.1	A	A	A	C	D	A	A	5	0	0	1	1	A※
41	Thiophanate	10.5	371.2 > 151.0	C	D	A	D	A	D	A	3	0	0	1	3	C
42	Fenpropimorph*	10.6	304.2 > 147.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
43	Mepanipyrimmetabolite	10.6	244.1 > 200.2	A	A	A	C	A	A	A	6	0	0	1	0	C
44	Diuron	10.7	233.2 > 71.9	A	C	A	D	A	A	A	5	0	0	1	1	D
45	Flazasulfuron	10.7	408.2 > 182.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
46	Azoxystrobin	10.9	404.2 > 371.8	A	A	A	C	A	A	A	6	0	0	1	0	B
47	Bensulfuron-methyl	10.9	411.2 > 149.1	A	A	A	A	A	D	A	6	0	0	0	1	A
48	Fluridone*	10.9	330.0 > 309.0	A	A	A	C	A	A	A	6	0	0	1	0	B
49	Pyriftalid	11.1	319.1 > 139.0	A	A	A	C	A	A	A	6	0	0	1	0	C
50	Oxabetrinil	11.2	233.1 > 147.1	A	A	A	C	A	A	A	6	0	0	1	0	B
51	Ferimzone E,Z	11.4	255.2 > 132.0	A	A	B'	C	C	A	A	4	0	1	2	0	A※
52	Fenamidone*	11.4	312.2 > 92.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
53	Ametryn*	11.5	228.2 > 186.0	A	C	A	C	A	A	A	5	0	0	2	0	A※
54	Linuron	11.6	249.1 > 160.0	A	A	A	B	C	A	A	5	1	0	1	0	A※
55	Triflusulfuron-methyl	11.6	493.1 > 264.2	A	A	D	A	B	A	A	5	1	0	0	1	A
56	Boscalid	11.7	343.0 > 307.1	A	A	A	C	A	A	A	6	0	0	1	0	A※
57	Pyrimethanil*	11.7	200.1 > 107.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
58	Siduron	11.7	233.2 > 137.1	A	A	A	C	A	A	A	6	0	0	1	0	A※
59	Dimethomorph	11.8	388.1 > 301.0	A	A	D	A	A	A	A	6	0	0	0	1	A
60	Barbamate	12.2	257.9 > 177.9	A	A	A	C	A	A	A	6	0	0	1	0	B
61	Flamprop-methyl*	12.2	336.2 > 105.0	A	A	A	D	A	A	A	6	0	0	0	1	C
62	Methoxyfenozide	12.2	369.2 > 149.0	A	A	A	C	A	A	A	6	0	0	1	0	B
63	Triadimefon*	12.3	294.1 > 197.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
64	Cumyluron	12.5	303.1 > 185.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
65	Chloroxuron	12.5	291.1 > 72.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
66	Daimuron	12.5	269.0 > 151.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
67	Butafenacil	12.7	475.0 > 331.0	A	A	B	C	A	A	A	5	1	0	1	0	B
68	Triadimenol*	12.8	296.1 > 70.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
69	Chromafenozide	12.9	395.2 > 175.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	B
70	Fenhexamid	13.0	302.1 > 97.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
71	Flufenacet	13.0	364.2 > 152.0	A	A	A	D	A	A	A	6	0	0	0	1	C
72	Iprovalicarb	13.0	321.2 > 119.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
73	Mepanipyrim	13.0	224.1 > 106.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
74	Prometryn*	13.0	242.1 > 158.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
75	Simeconazole	13.1	294.1 > 70.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
76	Triticonazole	13.1	318.1 > 70.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
77	Cyazofamid	13.3	325.0 > 108.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
78	Epoxiconazole*	13.3	330.1 > 121.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
79	Indanofan	13.3	341.2 > 175.1	A	A	A	B	A	A	A	6	1	0	0	0	B
80	Fenoxycarb	13.5	302.2 > 116.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
81	Naproanilide	13.5	292.1 > 171.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
82	Diflubenzuron	13.6	311.1 > 158.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
83	Tebufenozide	13.7	353.2 > 133.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	B
84	Clodinafop-propargyl	13.8	350.0 > 266.1	D	A	A	A	D	A	A	5	0	0	0	2	A

表 4　続き

No.	農薬名	RT [1] (min)	モニターイオン (*m/z*)	りんご	ほうれんそう	玄米	ねぎ	ばれいしょ	キャベツ	レモン	各評価の分布 [2] A	B	B'	C	D	ねぎ追試 [3]
85	Tetrachlorvinphos*	13.8	366.8 > 126.8	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
86	Furametpyr-Hydroxy	13.9	332.2 > 157.2	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
87	Carfentrazone-ethyl*	14.1	412.1 > 366.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
88	Anilofos*	14.2	368.1 > 199.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
89	Thiazopyr	14.2	397.1 > 377.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
90	Cyprodinil	14.3	226.3 > 93.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
91	Etobenzanid	14.3	340.0 > 149.1	A	A	A	B	A	A	A	6	1	0	0	0	A※
92	Benalaxyl*	14.5	326.1 > 148.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
93	Carpropamid	14.5	334.0 > 139.0	A	A	A	B	A	A	A	6	1	0	0	0	A※
94	Phoxim	14.5	299.1 > 129.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
95	Cyflufenamid	14.6	413.3 > 295.1	A	A	A	B	A	A	A	6	1	0	0	0	A※
96	Hexaconazole*	14.6	314.2 > 70.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
97	Mefenpyr-diethyl*	14.6	373.1 > 327.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
98	Pyraclostrobin	14.6	388.2 > 194.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
99	Triflumuron	14.6	359.1 > 156.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
100	Clofentezine	14.8	303.0 > 138.0	C	A	A	A	A	A	A	6	0	0	1	0	A
101	Difenoconazole	15.0	406.1 > 251.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
102	Indoxacarb*	15.0	528.2 > 150.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
103	Pyrazophos*	15.0	374.1 > 222.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
104	Pencycuron	15.0	329.2 > 124.9	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
105	Trifloxystrobin*	15.1	409.2 > 185.8	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
106	Novaluron	15.3	493.3 > 158.1	C	A	A	A	D	D	C	3	0	0	2	2	A
107	Cycloate	15.4	216.0 > 154.1	C	A	A	C	A	C	A	4	0	0	3	0	A※
108	Triflumizole	15.4	346.2 > 277.9	A	A	A	C	A	C	A	5	0	0	2	0	C
109	Benzofenap	15.5	431.2 > 105.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
110	Fenoxaprop-ethyl	15.6	362.1 > 288.1	A	A	A	A	B	A	A	6	1	0	0	0	A
111	Oxaziclomefone	15.7	376.1 > 190.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
112	Quizalofop-ethyl	15.7	373.1 > 299.1	B	A	A	A	B	A	A	5	2	0	0	0	A
113	Furathiocarb	15.9	383.2 > 195.1	A	B'	A	A	A	A	A	6	0	1	0	0	A
114	Tolufenpyrad*	15.9	384.0 > 196.9	A	A	A	A	A	C	A	6	0	0	1	0	A
115	Buprofezin*	16.0	306.2 > 201.1	B	A	A	A	A	A	C	5	1	0	1	0	A
116	Propaquizafop	16.0	444.1 > 99.9	A	A	A	A	D	A	A	6	0	0	0	1	A
117	Teflubenzuron	16.0	381.0 > 158.1	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
118	Cloquintocet-mexyl	16.1	336.2 > 238.0	A	A	A	A	A	C	A	6	0	0	1	0	A
119	Fluazuron	16.1	506.2 > 158.0	A	A	A	A	A	D	A	6	0	0	0	1	A
120	Fenpyroximate Z	16.2	422.2 > 366.2	A	A	D	A	A	A	A	6	0	0	0	1	A
121	Flufenoxuron	16.4	489.0 > 158.0	D	C	D	A	D	D	D	1	0	0	1	5	D
122	Hexythiazox	16.4	353.2 > 227.9	A	C	A	A	A	A	A	6	0	0	1	0	A
123	Etoxazole*	16.6	360.1 > 140.9	C	C	A	A	A	C	A	4	0	0	3	0	A
124	Fenpropathrin*	16.6	350.3 > 125.0	A	C	D	D	A	A	A	4	0	0	1	2	D
125	Chlorfluazuron	16.8	540.1 > 382.7	D	D	A	A	D	D	D	2	0	0	0	5	A
126	Fenpyroximate E	17.0	422.2 > 138.1	A	A	D	A	A	A	A	6	0	0	0	1	A
			Negative													
127	GibberellinA3	5.9	345.1 > 143.0	A	A	A	A	A	A	D	6	0	0	0	1	A
128	Triasulfuron	6.5	399.9 > 138.9	A	D	D	A	D	A	A	4	0	0	0	3	A
129	Benzyladenine	6.6	224.0 > 132.9	A	A	A	C	A	B	A	5	1	0	1	0	C
130	Metsusulfuron-methyl	6.7	380.0 > 139.1	A	A	A	A	D	A	D	5	0	0	0	2	A
131	Fluroxypyr	6.7	253.0 > 194.9	A	A	A	A	B	A	A	6	1	0	0	0	B
132	Naptalam	6.8	290.0 > 246.0	A	A	A	A	A	A	D	6	0	0	0	1	A
133	Bentazone	6.9	239.0 > 131.9	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
134	Penoxsulam	6.9	481.9 > 179.0	A	A	D	A	D	A	D	4	0	0	0	3	A
135	Sulfentrazone	6.9	384.8 > 306.9	A	D	D	A	D	A	B'	3	0	1	0	3	A
136	Ethoxysulfuron	6.9	396.9 > 113.0	A	A	A	A	A	A	D	6	0	0	0	1	A
137	4-CPA	7.2	184.9 > 126.9	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
138	1-Naphthaleneacetic acid	7.2	184.9 > 127.0	A	A	A	A	A	A	D	6	0	0	0	1	A

表 4　続き

No.	農薬名	RT [1] (min)	ﾓﾆﾀｰｲｵﾝ (*m/z*)	りんご	ほうれんそう	玄米	ねぎ	ばれいしょ	ｷｬﾍﾞﾂ	ﾚﾓﾝ	各評価の分布 [2] A	B	B'	C	D	ねぎ追試 [3]
139	Bromoxynil	7.8	273.8 > 79.0	A	C	A	A	A	A	A	6	0	0	1	0	A
140	Forchlorfenuron	7.9	245.9 > 126.8	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
141	2,4-PA	8.2	218.9 > 161.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
142	MCPA	8.2	199.0 > 141.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
143	Ioxynil	8.4	369.7 > 126.8	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
144	Inabenfide	8.5	336.7 > 121.7	B	A	A	B	A	A	A	5	2	0	0	0	A※
145	Fludioxonil*	8.6	246.9 > 125.8	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
146	Imazosulfuron	8.8	411.1 > 229.9	A	A	A	C	A	A	D	5	0	0	1	1	A※
147	Clodinafop acid	8.9	310.0 > 238.2	A	A	A	A	D	A	A	6	0	0	0	1	A
148	Dichlorprop	9.0	232.9 > 160.9	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
149	Cyclosulfamuron	9.1	419.9 > 239.0	A	D	D	A	D	A	D	3	0	0	0	4	A
150	Pylazosulfuron-ethyl	9.3	412.9 > 231.9	A	D	D	A	D	A	D	3	0	0	0	4	A
151	Halosulfuron-methyl	9.3	433.0 > 252.2	A	D	A	A	D	B'	D	3	0	1	0	3	A
152	Oryzalin*	9.4	345.1 > 78.1	A	A	A	B	A	A	A	6	1	0	0	0	A※
153	Fomesafen	9.4	437.0 > 195.1	A	D	A	A	D	A	A	5	0	0	0	2	A
154	MCPB	9.4	227.0 > 140.8	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
155	Fipronil*	9.7	435.0 > 329.8	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
156	Acifluorfen	9.7	359.9 > 316.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
157	Haloxyfop	10.1	359.9 > 288.0	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
158	Flusulfamide	10.6	412.9 > 170.9	A	A	A	A	A	A	A	7	0	0	0	0	A
159	Hexaflumuron	10.9	458.9 > 438.9	A	A	A	A	A	D	A	6	0	0	0	1	A
160	Fluazinam	11.6	462.9 > 416.0	B	A	A	A	A	C	A	5	1	0	1	0	A
161	Lufenuron	11.7	509.1 > 325.9	D	D	A	C	D	D	D	1	0	0	1	5	A※

1）RT：Retention time

2）農薬の各評価（A～D）の数

3）ねぎの 20 倍試験溶液の測定結果の評価分類，平均回収率と併行精度から分類をした。※は結果が改善したもの

＊：GC 及び LC の共通測定成分