

QuEChERS 法による農産物の残留農薬一斉分析法の基礎的検討

山口 玲子

1 はじめに

QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safe)法は食品や農産物の残留農薬一斉分析の前処理法として、使用する溶媒量や実験器具が少なく、短時間で試験溶液を作製出来る方法として知られている。しかし、測定する試験溶液の精製度は低く、夾雑物質が多いことから、測定感度や測定機器のダメージ等の問題が考えられる。

そこで日常の分析に導入可能かについて、基礎的検討を行ったので報告する。

2 検討方法

粉碎した農産物に、農薬混合標準液を添加し(各農薬の濃度は一律基準の2倍に当たる $0.02 \mu\text{g/g}$ 、アセタミプリドのみ $0.1 \mu\text{g/g}$)、QuEChERS 法キットで試験溶液を作製し測定する。現在一斉分析法で分析している項目(GC-MS: 159項目、LC-MSMS: 10項目)の中で、添加回収率が50%以上150%以下の項目については日常の分析に導入出来る可能性があるものと考え、その項目数を確認する。

3 検体

検体は、平成24年度に残留農薬検査の検体として搬入され、定量下限値以上の農薬が検出されなかった農産物のうち、いちご、キャベツ、ばれいしょ、ほうれん草、にんじんを使用した。

4 試薬・試液

アセトニトリル：残留農薬試験用

シクロヘキサン：残留農薬試験用

アセトン：残留農薬試験用

ヘキサン：残留農薬試験用

メタノール：残留農薬試験用

酢酸アンモニウム：LC-MS用

QuEChERS 法前処理チューブ Q-sep

(島津ジーエルシー製)

Q150キット：AOAC2007.01に準拠

(硫酸マグネシウム：6g、酢酸ナトリウム：1.5g)

Q352：AOAC2007.01に準拠

(硫酸マグネシウム：1200mg、PSA：400mg、

C18：400mg、GCB：400mg)

GC-MS 混合標準溶液(アセトン・ヘキサン(1:1)混液で調製)

農薬混合標準液 22：関東化学社製

農薬混合標準液 31：関東化学社製

農薬混合標準液 34：関東化学社製

o,p'-DDT 標準液 ($200 \mu\text{g/mL}$)

p,p'-DDT 標準液 ($200 \mu\text{g/mL}$)

アルドリン標準液 ($200 \mu\text{g/mL}$)

エンドリン標準液 ($200 \mu\text{g/mL}$)

ディルドリン標準液 ($200 \mu\text{g/mL}$)

ジメトエート標準液 ($200 \mu\text{g/mL}$)

トリアゾホス標準液 ($200 \mu\text{g/mL}$)

フェンプロパトリン標準液 ($200 \mu\text{g/mL}$)

ブタミホス標準液 ($200 \mu\text{g/mL}$)

プロシミドン標準液 ($200 \mu\text{g/mL}$)

ジコホール標準液 ($200 \mu\text{g/mL}$)

ピフェントリン標準液 ($200 \mu\text{g/mL}$)

これらの標準溶液を用いて混合標準液グループA、B、Cを作製する

混合標準液グループA

農薬混合標準液 22 ($10 \mu\text{g/mL}$) と、適宜希釈した o,p'-DDT、p,p'-DDT、アルドリン、ディルドリン、ジメトエート、トリアゾホス、フェンプロパトリン、ブタミホス、プロシミドン各標準液を混合希釈し $1 \mu\text{g/mL}$ とする。

混合標準液グループB

農薬混合標準液 31 ($10 \mu\text{g/mL}$) を希釈し $1 \mu\text{g/mL}$ とする。

混合標準液グループC

農薬混合標準液 34 ($10 \mu\text{g/mL}$) と、適宜希釈したエンドリン、ジコホール、ピフェントリン各標準液を混合希釈し $1 \mu\text{g/mL}$ とする。

LC-MSMS 混合標準溶液(メタノールで調製)

農薬混合標準液 39：関東化学社製

農薬混合標準液 43：関東化学社製

イプロバリカルブ標準液 ($200 \mu\text{g/mL}$)

農薬混合標準液 39、43 (各 $10 \mu\text{g/mL}$) と、適宜希釈したイプロバリカルブ標準液を混合希釈し $2 \mu\text{g/mL}$ とする。

5 GC-MS 分析条件

GPC.GC-MS : 島津製作所製 Prep-Q

GPC : LC-10AVp system

GC-MS : QP2010

GPC カラム : Shodex CLNPak EV200

(150mm×2.0mmI.D.)

GC カラム : uncoated : deactivated silica tubing

(5m×0.53mmI.D.)

Pre-column : InertCap 5MS/Sil

(5m×0.25mmI.D. df=0.25mm)

Analysis : DB-5MS/Sil

(25m×0.25mmI.D. df=0.25mm)

GPC 部

移動相 : アセトン・シクロヘキサン (3 : 7)

流速 : 0.1mL/min

サンプル量 : 10 μ L

分取量 : 200 μ L

GC 部

Injection Method : Programmed Temperature

Vaporization

120°C (5分) -80°C/min-250°C (27.87min)

カラム温度 : 82°C (5分) -8°C/min-300°C (4.25min)

キャリアガス : He 120kPa

MS 部

インターフェイス温度 : 250°C

イオン源温度 : 200°C

Scan Range : m/z=90-350

Scan Interval : 0.5 秒

6 LC-MSMS 分析条件

LC-MSMS : Waters 社製 Quatro micro API System

LC カラム : Supelco Discovery HS C18

(2.1mm×150mm 3 μ m)

LC 部

カラム温度 : 40°C

流速 : 0.2mL/min

グラジェント条件

移動相 A 10mM 酢酸アンモニウム

移動相 B メタノール

A : B=85 : 15 (初期) → 50 : 50 (6分) → 25 : 75 (15分) → 5 : 95 (30分 10分間ホールド)

サンプル量 : 10 μ L

MSMS 部

ESI-Positive MRM モード

イオン源温度 : 120°C

脱溶媒温度 : 350°C

コーンガス流速 : 50L/h

脱溶媒ガス流速 : 600L/h

7 抽出方法

粉碎した農産物 10g を採取し試験溶液を作製した(図1)。GC-MS 測定用には、混合標準液グループ A、B、C を各 0.2mL 添加し、LC-MSMS 測定用には、LC-MS

混合標準溶液 0.1mL 添加した。GC-MS 測定用試験溶液は、分析機器の定量下限値が 0.05 μ g/mL (一律基準値の 5 倍) の為 5 倍濃縮し測定した。LC-MSMS 測定用試験溶液は原液の他に、イオン化阻害の可能性を考慮し、5、10 倍希釈 (希釈溶媒はメタノール) を作製し測定した。また、標準溶液を添加しない検体についても同様に操作した。

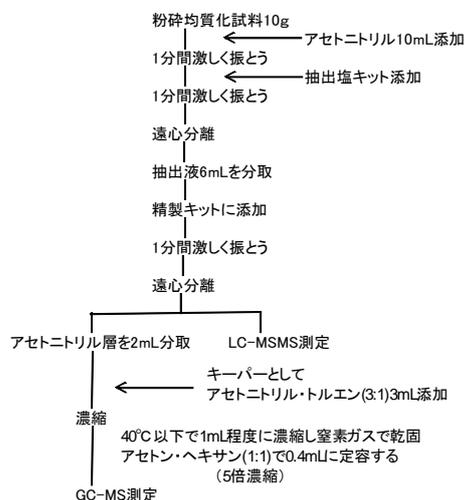


図 1 抽出方法

8 検量線の作製

GC-MS 測定では混合標準液グループ A、B、C それぞれについて 0.2、0.1、0.05 μ g/mL になるようにアセトン・ヘキサン (1 : 1) 混液で希釈し標準溶液系列を作製し測定した。

LC-MSMS 測定では混合標準液を 0.1、0.04、0.02、0.01、0.004、0.002、0.001 μ g/mL になるようにメタノールで希釈し標準溶液系列を作製し測定した。

またマトリックス検量点用 (一点検量) として、GC-MS 測定では 0.2 μ g/mL 標準液を、LC-MSMS 測定では 0.04 μ g/mL 標準液を、それぞれ標準溶液を添加しない検体を処理した試験溶液で 2 倍希釈して測定した。

9 結果

GC-MS 測定で添加回収率が 50~150% となった項目数は、絶対検量のいちごで 142 項目、ほうれん草で 123 項目、マトリックス検量ではほうれん草で 142 項目、キャベツで 119 項目だった (表 1)。

LC-MSMS 測定で添加回収率が 50~150% となった項目数は、絶対検量、マトリックス検量ともに、ほうれん草で 6 項目、他の品目で 4 項目だった (表 2)。

また全ての品目で添加回収率が 50% 未満あるいは 150% より大きくなった項目数は、GC-MS 測定の絶対検量で 3 項目、マトリックス検量で 7 項目、LC-MSMS 測定では絶対検量、マトリックス検量ともに 4 項目だった (表 1~2)。また、LC-MSMS 測定では、イオン化阻

害の可能性を考慮し、試験溶液を 5、10 倍に希釈して測定したが、結果に大きな違いは見られなかった(表 3)。

10 考察

GC-MS 測定では添加回収率が 50~150%となった項目数がかなり多く、スクリーニング検査としての運用であれば、精製条件等を検討し、日常の分析に導入していく可能性は十分にあると考えられる。しかし、イマザメタベンズメチルエステルのように複数の品目で添加回収率が 0%となってしまう項目もある為、このままの条件で導入することは難しい。測定項目の変更を含めて検討していく必要がある。

LC-MSMS 測定では添加回収率が 50~150%となった項目数がほうれん草以外の品目では半分に満たなかった。特にベンゾイルウレア系農薬の添加回収率が低く、現在の測定項目では、スクリーニング検査としての運用も含め日常の分析に導入するのは難しいと考える。また、メタノールで希釈した試験溶液でも同様の結果だったことから、試験溶液の溶媒の違いや、イオン化阻害の影響は考えにくく、精査する必要がある。

今回使用した Q-sep の AOAC2007.01 に準拠した内容では、検体 6 g 相当の抽出液を PSA : 400mg、C18 : 400mg、GCB : 400mg で精製している。一方、現行法では、検体 4g 分の抽出液を C18:1000mg、PSA:500mg、GCB : 500mg で精製している。また QuEChERS 法では振とう精製だが、現行法はミニカラム精製を行う。精製に使用している充填剤の質の違いもあり、夾雑物質の除去が不十分であったり、農薬の吸着などの影響が出た可能性がある。今後は、品目による抽出塩キット、精製キットの内容変更、他社の QuEChERS 法キットの使用や、オリジナルブレンドの充填剤を作製することも含め検討する必要がある。

現在使用している GC-MS は一律基準 (0.01 μ g/mL) の農薬混合標準液を測定した場合、38 項目で感度不足となるため(表 4)、試験溶液を 5 倍濃縮し、定量下限値を 0.05 μ g/mL として測定している。QuEChERS 法は現行法より精製度が低いうえに、5 倍濃縮しているのも更に夾雑物質の濃度が高くなってしまふ。このため、測定に使用するカラムや、機器のメンテナンス頻度を上げる必要がある。また夾雑物質の濃度が高いものを測定することで検出器に対するダメージも心配される。今回の LC-MSMS 測定のように、試験溶液を希釈して測定出来るような検出感度の GC-MS (あるいは GC-MSMS) を使用することが出来ればより有用と思われる。

11 まとめ

QuEChERS 法は現行法と比較して、処理時間がおおよそ 2 分の 1 (10 検体処理で現行法は 6~7 時間、QuEChERS 法は 3~4 時間)、1 検体あたりの費用は約 3 分の 1 となる。作業効率、経済性の両面でとても優れ

ており、スクリーニング検査として導入することを考え、基礎的検討を行った。今回使用した試薬キットでは、特に LC-MSMS 測定での導入は難しいと思われる。他社の試薬キットの検討や、検体からの抽出部分のみの導入等、今後の検討課題としたい。

参考文献

- 1) 農産物中の残留農薬検査結果とスクリーニング手法の検討
高知県衛生研究所年報 56、2010
- 2) GC/MS による農薬等の一斉試験法
食安発第 1129002 号 平成 17 年 11 月 29 日
- 3) LC/MS による農薬等の一斉試験法
食安発第 1129002 号 平成 17 年 11 月 29 日

表1 GC-MS 添加回収率 (%)

No.	農薬名	いちご		キャベツ		にんじん		ばれいしょ		ほうれん草	
		絶対検量	マトリックス検量	絶対検量	マトリックス検量	絶対検量	マトリックス検量	絶対検量	マトリックス検量	絶対検量	マトリックス検量
1	BHC	115	91	100	92	116	105	91	72	122	91
2	DDT	112	89	116	81	117	101	120	88	119	83
3	EPN	80	36	82	31	121	52	82	36	138	93
4	XMC	136	82	160	82	174	120	173	109	169	107
5	アクリナトリン	109	83	74	46	115	72	96	77	99	99
6	アザコナゾール	115	88	129	96	187	140	127	98	45	84
7	アセタミプリド	87	92	120	92	139	142	101	135	135	102
8	アセトクロール	108	86	116	81	137	123	126	102	130	104
9	アトラジン	93	75	125	79	124	104	103	76	52	46
10	アメトリン	96	69	124	75	121	98	90	62	45	70
11	アルドリノ及びディルドリン	103	83	103	69	106	113	117	93	104	87
12	イサゾホス	145	109	136	105	136	122	148	119	158	124
13	イソキサチオン	63	34	62	29	82	55	66	33	139	91
14	イソフェンホス	124	106	120	87	141	101	133	88	112	85
15	イソプロカルブ	131	100	165	118	148	122	131	110	142	92
16	イソプロチオラン	121	102	146	114	144	132	131	108	121	107
17	イプロベンホス	112	90	122	91	154	125	126	100	128	109
18	イマザメタベンズメチルエステル	73	68	0	0	0	0	80	0	0	0
19	イミベンコナゾール	47	3	46	3	115	6	49	7	56	17
20	エスプロカルブ	105	84	107	79	114	108	112	90	121	102
21	エチオン	106	81	112	83	130	113	119	93	129	107
22	エディフェンホス	140	89	113	62	134	114	135	80	118	68
23	エトフメセート	125	100	141	102	146	126	139	113	139	108
24	エトプロホス	115	89	121	84	137	111	126	104	124	86
25	エトリムホス	91	60	90	48	112	85	95	59	122	95
26	エンドスルファン	101	79	121	87	120	112	120	91	151	135
27	エンドリン	128	105	110	72	126	98	118	101	115	74
28	オキサジアゾン	114	89	129	91	135	126	140	110	125	111
29	オキサジキシル	242	110	175	134	138	116	183	142	125	74
30	オキシフルオルフェン	101	67	113	68	122	100	112	74	139	101
31	カズサホス	97	87	96	79	102	107	105	100	99	93
32	カルフェントラゾンエチル	111	79	116	77	140	120	125	90	147	114
33	カルボフラン	131	96	148	99	154	128	144	111	151	115
34	キナルホス	58	36	47	30	59	44	132	34	54	29
35	キノキシフェン	18	9	20	10	22	14	19	10	99	69
36	キノクラミン	54	20	68	25	167	103	230	135	75	22
37	キントゼン	26	15	34	19	34	25	31	0	53	40
38	クロマゾン	113	85	123	86	137	116	131	100	137	110
39	クロルタルジメチル	115	91	124	82	137	125	133	98	142	114
40	クロルピリホス	60	30	59	23	108	41	61	27	94	69
41	クロルピリホスメチル	49	30	50	27	66	51	57	34	113	79
42	クロルフェンビホス	147	100	137	81	144	102	141	94	118	77
43	クロルプロファミン	120	75	122	66	138	94	127	83	144	100
44	クロルベンジレート	121	102	121	89	113	120	122	99	125	106
45	シアノホス	132	80	130	77	161	121	149	96	169	113
46	ジエトフェンカルブ	79	51	67	42	83	68	141	51	98	62
47	ジクロホップメチル	104	69	112	68	132	109	105	69	144	0
48	ジクロラン	94	28	101	52	118	51	99	34	168	72
49	ジコホール	51	83	106	119	108	178	127	79	83	100
50	シハロトリン	111	106	108	85	104	82	119	91	130	115
51	ジフェナミド	124	104	138	106	145	131	137	114	50	38
52	ジフェノコナゾール	106	61	103	49	123	81	97	55	118	100
53	シフルトリン	106	88	107	79	106	87	99	88	101	91
54	シプロコナゾール	125	102	126	92	118	104	127	102	106	109
55	シベルメトリン	103	84	102	74	96	75	126	74	121	86
56	シマジン	103	59	64	33	151	95	106	58	81	35
57	ジメタメトリン	95	79	109	83	119	104	95	76	40	64
58	ジメチルビホス	152	105	111	74	146	126	145	104	81	46
59	ジメトエート	176	106	121	72	150	167	167	103	153	99
60	ジメピレレート	146	115	124	92	146	114	133	106	153	125
61	ダイアジン	107	84	106	70	108	113	116	87	120	104
62	チオベンカルブ	110	80	111	72	123	97	114	82	132	105
63	チオメトリン	102	61	136	81	127	120	132	89	130	92
64	テクナゼン	52	33	56	31	71	58	69	45	84	61
65	テトラクロルピホス	104	68	74	49	123	100	113	71	136	97
66	テトラジホス	126	78	101	62	116	100	107	75	132	97
67	テニルクロール	121	104	86	71	143	112	115	109	146	100
68	テブコナゾール	93	64	94	57	117	82	89	55	104	81
69	テブフェンピラド	86	56	83	48	109	79	85	55	109	89
70	テフルトリン	95	99	101	88	101	86	115	88	95	90
71	デルタメトリン	122	56	56	39	55	44	168	49	111	73
72	テルブホス	102	87	113	83	125	105	123	96	113	83
73	トリアジメノール	142	109	138	101	142	108	132	102	379	110
74	トリアジメホス	120	104	131	102	139	124	130	106	119	81
75	トリアゾホス	90	44	83	35	124	68	89	41	133	90
76	トリアレート	91	71	109	75	117	105	117	88	115	92
77	トリブホス	75	60	78	57	87	75	84	67	95	78
78	トリフロキシストロビン	93	74	101	76	135	98	102	82	126	108
79	トルクロホスメチル	71	54	72	46	84	72	128	56	108	73
80	トルフェンピラド	49	26	57	27	61	38	54	31	110	100
81	ナプロバミド	49	36	54	35	62	56	53	37	90	75
82	ニトロタールインプロピル	61	39	73	39	70	52	64	39	119	91
83	ノルフルラゾン	98	48	109	45	127	76	105	49	190	96
84	バクロプロラゾール	124	103	121	91	133	106	125	97	120	89
85	バラチオン	112	77	112	60	117	105	112	70	145	110
86	バラチオンメチル	133	83	115	59	131	111	134	84	138	95

表1 GC-MS 添加回収率 (%) 続き

No.	農薬名	いちご		キャベツ		にんじん		ばれいしょ		ほうれん草	
		絶対検量	マトリックス検量	絶対検量	マトリックス検量	絶対検量	マトリックス検量	絶対検量	マトリックス検量	絶対検量	マトリックス検量
87	ハルフェンプロックス	81	48	80	36	123	53	82	41	105	68
88	ピテルタノール	90	84	101	73	113	86	115	77	117	95
89	ピフェントリン	83	67	81	59	114	70	84	69	92	79
90	ピベロホス	139	94	145	93	169	141	150	103	153	114
91	ピラクロホス	78	12	71	10	189	20	78	12	128	43
92	ピラソホス	42	5	40	5	45	9	42	5	76	28
93	ピリダフェンチオン	135	65	123	60	156	95	129	70	167	87
94	ピリダベン	89	73	93	63	115	86	119	73	110	82
95	ピリフェノックス	115	91	116	77	111	114	111	82	85	89
96	ピリプロキシフェン	79	49	79	43	116	65	79	49	140	74
97	ピリミホスメチル	79	59	75	48	91	79	133	57	124	92
98	ピンクゾリン	126	91	147	92	157	138	148	108	155	116
99	フェナミホス	90	57	107	60	116	102	100	62	119	88
100	フェナリモル	119	102	130	89	138	112	114	103	119	95
101	フェントロチオン	118	75	102	56	125	103	118	71	149	105
102	フェノチオカルブ	90	60	113	66	120	92	100	68	197	112
103	フェノトリン	78	65	83	62	95	80	84	67	108	91
104	フェンスルホチオン	173	101	139	79	168	110	170	98	169	82
105	フェンチオン	88	55	86	45	116	76	91	53	120	91
106	フェントエート	124	101	104	75	114	130	127	95	103	74
107	フェンバレレート	104	79	119	75	116	81	100	78	125	110
108	フェンブコナゾール	80	47	86	48	98	68	78	54	129	114
109	フェンプロバトリン	115	89	115	82	110	108	115	93	125	107
110	フェンプロビモルブ	77	72	81	72	86	82	85	80	80	77
111	フサライド	16	11	28	25	20	17	15	10	40	30
112	フタミホス	99	71	105	66	112	94	101	68	125	104
113	フビリメート	81	62	88	65	113	104	80	62	60	51
114	フプロフェジン	94	75	118	92	158	116	109	92	108	95
115	フラムプロブメチル	122	97	134	105	144	132	133	108	167	144
116	フルアクリリム	113	101	121	103	149	129	115	99	151	114
117	フルシトリエート	107	94	102	82	92	73	124	76	122	100
118	フルトラニル	125	104	104	85	159	109	131	91	139	111
119	フルトリアホル	132	94	158	105	146	122	151	109	176	86
120	フルバリネート	99	72	80	60	67	52	137	61	124	94
121	フルミオキサジン	180	95	177	84	163	120	177	124	207	163
122	フルミクロラックベンチル	139	80	136	73	144	128	137	102	167	148
123	フレチラクロー	134	118	103	79	131	102	117	121	153	110
124	プロシモン	113	92	113	73	109	112	114	83	92	63
125	プロチオホス	63	31	62	25	108	42	64	30	73	46
126	プロバクロー	115	90	128	92	146	128	141	112	135	109
127	プロバニル	265	44	314	48	311	62	268	62	347	82
128	プロバキグット	87	99	84	82	122	129	79	86	565	130
129	プロビコナゾール	119	90	123	79	138	100	134	88	150	98
130	プロビザミド	107	84	83	51	130	110	114	93	138	105
131	プロフェノホス	66	41	67	39	80	63	68	42	85	60
132	プロボキスル	134	93	154	98	165	128	153	110	155	113
133	プロマシル	183	103	185	100	170	105	172	0	105	100
134	プロメトリン	100	86	131	104	124	112	104	86	32	58
135	プロモブチド	136	107	127	96	138	125	127	108	201	128
136	プロモプロピレート	120	87	133	89	146	127	135	99	142	111
137	ヘキサジン	98	73	127	90	118	99	144	108	0	0
138	ヘナラキシル	110	87	123	93	137	124	125	98	208	134
139	ヘノキサコル	119	90	129	88	249	126	137	105	139	111
140	ベルメトリン	86	62	85	53	116	71	87	61	125	96
141	ベンディメタリン	72	39	72	31	103	44	72	38	102	73
142	ベンフルラリン	112	85	133	89	136	127	141	112	129	104
143	ベンフレセート	118	87	131	87	118	127	133	102	138	114
144	ホサロン	79	31	36	25	49	37	165	30	128	64
145	ホステアゼート	137	106	140	98	125	133	137	105	80	61
146	ホスファミド	136	100	132	92	167	142	157	111	115	85
147	ホスメット	212	38	85	27	324	92	183	45	376	85
148	ホレート	105	80	115	73	112	120	124	93	109	85
149	マラチオン	132	106	100	78	145	113	135	106	141	103
150	ミクロブタニル	124	103	125	96	115	122	128	105	104	102
151	メタラキシル	113	98	131	92	140	128	125	109	130	115
152	メチダチオン	152	91	92	64	172	135	168	101	105	61
153	メトキシクロ	112	91	124	90	133	122	123	98	133	113
154	メトミノストロピン	129	98	141	104	157	133	143	107	158	101
155	メトラクロー	113	100	129	91	140	115	114	104	123	102
156	メフェナセト	63	37	46	30	58	46	136	34	121	76
157	メフロニル	108	74	103	61	121	91	103	71	102	62
158	モノクロトホス	135	55	233	121	183	113	192	126	164	152
159	レナシル	129	92	133	79	142	98	134	91	143	102

表2 LC-MS 添加回収率 (%)

No.	農薬品名	いちご	にんじん	キャベツ	ばれいしょ	ほうれん草
1	ベンダイオカルブ	93	102	98	98	95
2	カルバリル	72	85	79	75	78
3	ピリミカルブ	43	48	44	44	68
4	フェノブカルブ	103	107	104	98	94
5	イプロバリカルブ	104	108	103	96	96
6	ジフルベンスロン	9	7	7	8	14
7	ルフェスロン	6	7	5	6	19
8	テフルベンスロン	4	3	3	4	78
9	フルフェノクスロン	14	12	12	14	18
10	クローフルアズロン	1	2	1	1	3

表3 LC-MS 添加回収率 (%) 試験溶液の希釈

10倍希釈		ベンダイオカルブ	カルバリル	ピリミカルブ	フェノブカルブ	イプロバリカルブ	ジフルベンズロン	ルフェスロン	テフルベンズロン	フルフェノクスロン	クロルフルアズロン
いちご	絶対検量	100	72	45	97	97	9	6	4	15	1
	M検量	99	75	45	102	99	11	7	4	17	2
にんじん	絶対検量	95	73	45	94	94	7	7	4	16	2
	M検量	88	70	42	89	90	8	7	4	17	3
キャベツ	絶対検量	98	72	44	95	92	7	5	4	14	1
	M検量	91	70	41	93	89	8	5	4	15	2
ばれいしよ	絶対検量	101	73	46	98	98	10	5	4	14	1
	M検量	96	72	43	97	96	11	6	5	15	2
ほうれん草	絶対検量	104	86	65	99	96	25	22	89	37	4
	M検量	97	82	65	93	96	27	24	45	41	6
5倍希釈											
いちご	絶対検量	81	77	37	94	95	9	5	3	14	1
	M検量	93	68	40	89	86	10	6	3	14	2
にんじん	絶対検量	76	76	38	90	93	7	6	3	14	1
	M検量	91	68	43	89	86	8	7	3	17	2
キャベツ	絶対検量	76	77	35	91	93	7	4	3	12	1
	M検量	92	72	40	91	93	8	6	3	15	2
ばれいしよ	絶対検量	78	77	36	93	92	8	5	4	13	1
	M検量	85	68	38	87	88	10	5	4	14	2
ほうれん草	絶対検量	81	89	55	96	94	20	18	81	28	3
	M検量	86	83	58	90	90	26	20	43	37	5
希釈無し											
いちご	絶対検量	93	72	43	103	104	9	6	4	14	1
	M検量	92	73	44	102	102	10	6	4	16	2
にんじん	絶対検量	102	85	48	107	108	7	7	3	12	2
	M検量	90	76	43	97	96	7	7	3	16	2
キャベツ	絶対検量	98	79	44	104	103	7	5	3	12	1
	M検量	83	68	38	89	87	7	5	3	13	1
ばれいしよ	絶対検量	98	75	44	98	96	8	6	4	14	1
	M検量	90	71	41	94	92	8	6	4	15	2
ほうれん草	絶対検量	95	78	68	94	96	14	19	78	18	3
	M検量	88	77	62	92	94	20	20	53	31	4

表1~3の : 添加回収率が50%未満あるいは150%より大きい

表4 GC-MS 標準液 0.01 μg/mL の感度良否

No.	農薬品名	良否	No.	農薬品名	良否	No.	農薬品名	良否
1	BHC	○	54	シフロキサゾール	○	107	フエンバレート	○
2	DDT	○	55	シベルメトリン	×	108	フエンプロナゾール	○
3	EPN	×	56	シマジン	×	109	フエンプロバトリン	○
4	XMC	○	57	ジメタメトリン	○	110	フエンプロビモルフ	○
5	アクリナトリン	×	58	ジメテルピンホス	○	111	フサライド	×
6	アザコナゾール	○	59	ジメトエート	×	112	フタミホス	○
7	アセタミプリド	×	60	ジメピレート	○	113	フビリメート	○
8	アセトクロール	○	61	ダイアジノン	○	114	フプロフェジン	○
9	アトラジン	○	62	チオベンカルブ	○	115	フラムプロップメチル	○
10	アトリン	○	63	チオメト	○	116	フルアクリピリム	○
11	アルドリン及びディルドリン	○	64	テクナゼン	○	117	フルシトリン	×
12	イソキサチオン	×	65	テトラクロルピンホス	○	118	フルトラニル	○
13	イソキサチオン	×	66	テトラジホス	○	119	フルリアホル	○
14	イソフェホス	○	67	テニルクロール	○	120	フルバリーネート	×
15	イソプロカルブ	○	68	テフプロナゾール	○	121	フルミオキサジン	×
16	イソプロチオラン	○	69	テフエンピラド	○	122	フルミクロラックベンチル	×
17	イプロベンホス	○	70	テフルトリン	○	123	フレチラクロール	○
18	イマザタベンズメチルエステル	×	71	テルタメトリン	×	124	プロシメド	○
19	イミプロナゾール	×	72	テルブホス	○	125	プロチオホス	○
20	エスプロカルブ	○	73	トリアジメノール	○	126	プロバクロール	○
21	エチオン	○	74	トリアジメホス	○	127	プロバニル	×
22	エディフェンホス	○	75	トリアゾホス	×	128	プロバルキット	○
23	エトメセート	○	76	トリアレート	○	129	プロビヨナゾール	○
24	エトプロホス	○	77	トリブホス	○	130	プロビザミド	○
25	エトリムホス	○	78	トリプロキシストロピン	○	131	プロフェノホス	○
26	エンドスルファン	○	79	トルクロホスメチル	○	132	プロホキシル	○
27	エンドリン	○	80	トルフェンピラド	×	133	プロマシル	×
28	オキサジアゾン	○	81	ナプロバミド	○	134	プロメトリン	○
29	オキサジキシル	○	82	ニトターレルイソプロピル	○	135	プロモフチド	○
30	オキシフルオルフェン	×	83	ノルフルラジン	×	136	プロモプロピレート	○
31	カスサホス	○	84	バクロフトラゾール	○	137	ヘキサジン	○
32	カルフェントラゾンエチル	○	85	バラチオン	×	138	ペナキシル	○
33	カルボフラン	○	86	バラチオンメチル	○	139	ペノキサコル	○
34	キナルホス	○	87	ハルフェンプロックス	○	140	ベルメトリン	○
35	キノキシフェン	○	88	ピテルタノール	○	141	ベンディメタリン	○
36	キノクラミン	○	89	ピフェントリン	○	142	ベンフルラリン	○
37	キントゼン	○	90	ピペロホス	○	143	ベンプレセート	○
38	クロマゾン	○	91	ピラクロホス	×	144	ホサロン	×
39	クロタルジメチル	○	92	ピラゾホス	×	145	ホスチアゼート	×
40	クロルピリホス	○	93	ピリダフェンチオン	×	146	ホスファミン	○
41	クロルピリホスメチル	○	94	ピリダホス	○	147	ホスメット	×
42	クロルフェンピホス	○	95	ピリフェノックス	○	148	ホレート	○
43	クロルプロファム	×	96	ピロキシフェン	○	149	マラチオン	×
44	クロルベンジレート	○	97	ピリミホスメチル	○	150	ミクロプロタニル	○
45	シアノホス	○	98	ピンクロソリン	○	151	メタラキシル	○
46	ジエトフェンカルブ	○	99	フェナミホス	○	152	メチダチオン	×
47	ジクロホップメチル	○	100	フェナリモル	○	153	メキシクロル	○
48	ジクロラン	×	101	フェントロチオン	×	154	メトキシトロピン	○
49	ジコホル	×	102	フェンチオカルブ	×	155	メトラクロール	○
50	シハロリン	×	103	フェントリン	○	156	メフェナセート	○
51	ジフェナミド	○	104	フェンシルホチオン	○	157	メブニル	○
52	ジフェノナゾール	○	105	フェンチオン	○	158	モノクロトホス	×
53	シフルトリン	×	106	フェントエート	○	159	レナシル	○