

ガスクロマトグラフ質量分析計を用いた茶の残留農薬一斉分析法の検討と 妥当性評価

山口 玲子

(健康科学課)

要旨 通知試験法による茶の残留農薬一斉分析法は、抽出時の検体処理を除き、生鮮の農産物と同様に精製等を行うことになっている。茶にはカフェイン等の測定に影響を与える物質が多く含まれている為、試験溶液の性状や、クロマトグラムの解析に時間がかかる等の問題があった。そこで、精製等の条件を検討して試験方法の再構築を行い、妥当性評価を実施した。

Key Words : 茶の残留農薬一斉分析法, GC-MS, 妥当性評価

1. はじめに

平成 22 年 12 月の告示の一部改正により、妥当性評価を行うことで、告示等で定められた試験法と同等以上の性能を有する試験法であることが確認できれば、他の試験法で試験を行うことが可能になった。また、告示試験法等に従って試験を行う場合にも妥当性を確認することが必要とされた³⁾。現在使用している標準作業書の茶の残留農薬一斉分析法は、通知試験法¹⁾に則り分析を行っており、抽出時の検体処理を除き、生鮮の農産物と同様に精製、測定している。茶にはカフェイン等の夾雑物質が多く含まれている為、試験溶液の性状や、クロマトグラムの解析に時間がかかるなどの問題があった。そこで精製等の条件を検討して試験方法の再構築を行い、妥当性評価を実施した。

2. 試験方法の検討

2.1 試料

平成 25 年度に残留農薬検査の検体として取去された茶を使用した。使用した検体の検出農薬はテブコナゾール 0.3 $\mu\text{g/g}$ 、プロプロフェジン 0.04 $\mu\text{g/g}$ 、フェンブコナゾール 0.08 $\mu\text{g/g}$ だった。(農薬が検出されない検体は確保できなかった。)

2.2 試験操作手順

標準作業書の試験操作手順を図 1 に示した。

操作性向上の為、次の点を変更した。最終試験溶液の量が 0.5 mL と少なく、再検査の場合に試験溶液不足

となってしまう為、100 mL に定容した抽出液の分量を 2 倍の 20 mL とした。それに伴い、カラム精製 1、2 の充填剤の量を 2 倍にし、最終試験溶液の定容量を 1 mL とした。

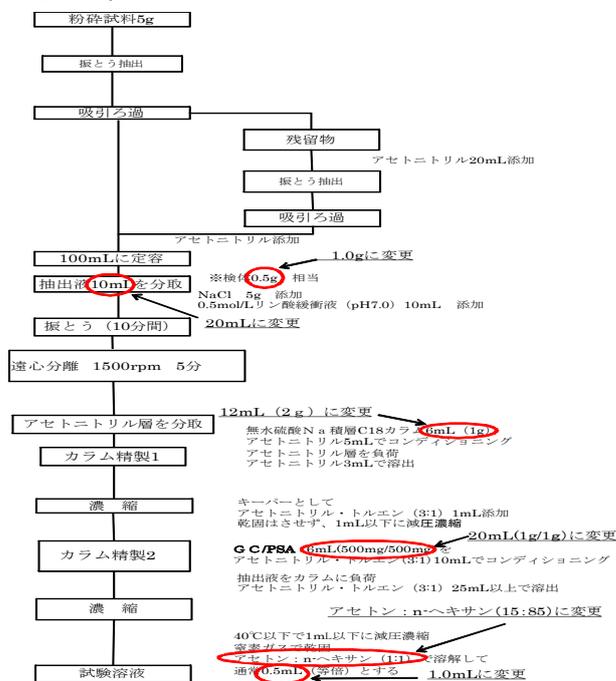


図 1 試験操作手順

2.3 カラム精製の追加

カフェイン除去の為シリカゲル (以下 Si という) で精製を追加した²⁾。追加のタイミングはカラム精製 1 の後とカラム精製 2 の後の両方で検討した (図 2)。

2. 4 抽出溶媒の検討

(150mm×2.0mmI.D.)

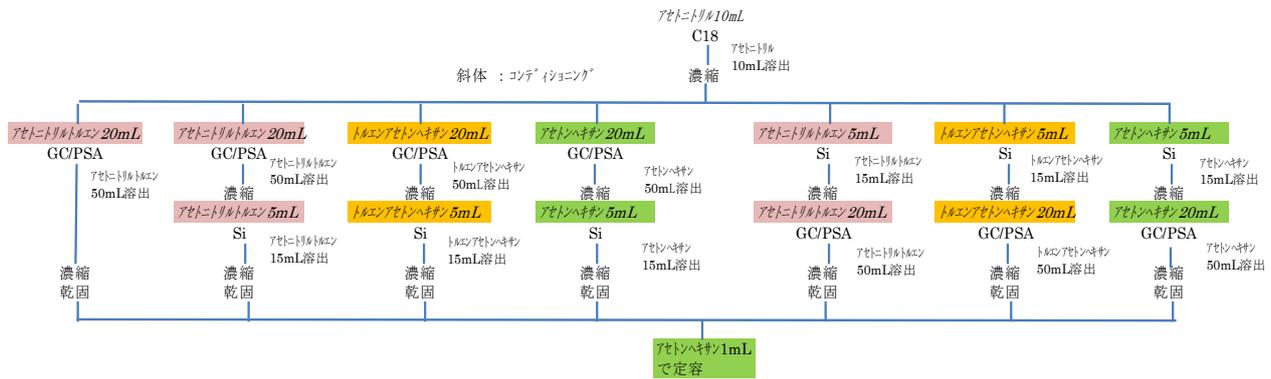


図2 カラム精製順と抽出溶媒の検討

カラム精製 1 後の濃縮以降に使う溶媒は、現行法で
使用しているアセトニトリル：トルエン＝3：1（以下
アセトニトリルトルエンという）、アセトン：ヘキサン
＝15：85（以下アセトンヘキサンという）、トルエン：
アセトン：ヘキサン＝10：15：75（以下トルエンアセ
トンヘキサンという）の3種類について検討した²⁾（図
2）。また、試験溶液作成の溶媒は、ヘキサンの割合の
高いアセトンヘキサンを使用した。Si 精製を行わない
現行法も並行して行った。

2. 5 評価方法

添加濃度 0.05µg/g になるように農薬混合標準液を添
加し、各条件 1 試行ずつ添加回収試験を行った。評価
対象農薬は、農薬混合標準液に含まれる 186 項目のう
ち、検出限界値を確保できないアルドリノ、ディルド
リン、エンドリンと、検体からの検出濃度が高く評価
できなかったテブコナゾールを除いた 182 項目とした。
添加回収率が 70～120%の農薬については分析可能と
判断した³⁾。

試験溶液の性状、通液性などの操作性を確認した。
また農薬混合標準液を添加しないブランク検体でクロ
マトグラムを比較し、農薬混合標準液を添加した検体
で夾雑ピークの影響を確認した。

2. 6 試薬 試液

試薬、試液等は標準作業書に従った。標準作業書で
使用していない試薬は残留農薬分析用を使用した。

精製カラムは

InertSep C18 FF 2g/12mL

InertSep GC/PSA 1g/1g/20mL

Sep-Pak Plus Silica Cartridges を使用した。

2. 7 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

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：InertCap-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：10µL

分取量：200µL

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

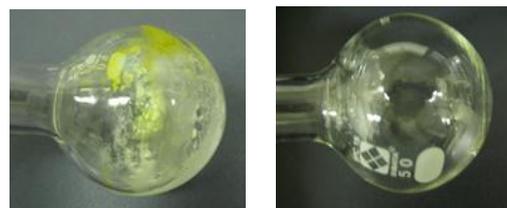
Scan Range：m/z=90-350

Scan Interval：0.5 秒

2. 8 結果

2. 8. 1 溶媒による試験溶液の性状

図 3 にアセトニトリルトルエン（左）とアセトンヘ
キサン（右）の試験溶液を示す。



アセトニトリルトルエン

アセトンヘキサン

図 3 試験溶液

アセトニトリルトルエンは、液体よりも析出物の方が多い為、試験溶液を採取し遠心するのが難しかった。

アセトンヘキサンでは、試験溶液に肉眼で確認できる析出物はなかった。また、トルエンアセトンヘキサンの試験溶液は細かい析出物が少量見られたが、7000rpmで10分間遠心することで除去出来た。

2. 8. 2 Si カラム追加と操作性

アセトニトリルトルエンでのSiカラム追加のタイミングは、カラム精製1、2のどちらの後でも通液性は良好で操作性に問題はなかった。

アセトンヘキサンとトルエンアセトンヘキサンでは、カラム精製1の後にSiカラムを追加した場合、析出物が発生し、カラムが詰まってしまう為、カラムアダプターにフリットを入れて析出物を濾過する必要があった。一方カラム精製2の後にSiカラムを追加した場合は、GC/PSAカラム上に析出物が発生したが、カラム径が大きい為、詰まることはなく、数回圧力を加えるとスムーズに通液した。その後のSiカラムでは、析出物は無く通液はスムーズだった。2溶媒を比較するとトルエンアセトンヘキサンの方が操作性は良好だった。

2. 8. 3 Si カラム追加とクロマトグラム

ブランク検体を用い、溶媒はアセトンヘキサンと比較してみると、カラム精製2の後にSiカラムを追加した方が、ピーク高がより小さくなっていった(図4)。

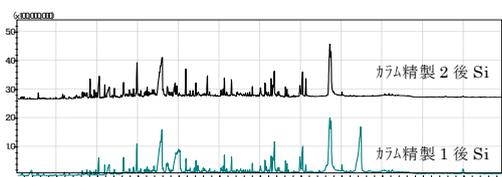


図4 アセトンヘキサン Si 精製後のクロマトグラム

カラム精製2の後にSiカラムを追加した場合の溶媒の違いとクロマトグラムを図5に示す。アセトニトリルトルエン>トルエンアセトンヘキサン>アセトンヘキサンの順でピーク高が小さくなっており、特に矢印で示した3つのピークが小さくなっていった。

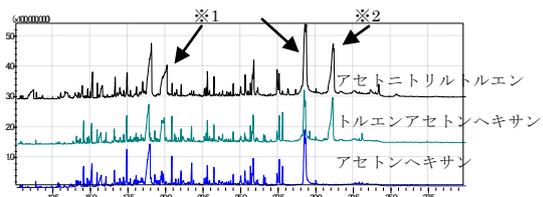


図5 溶媒の違いとクロマトグラム

2. 8. 4 夾雑ピークの減少の影響

図5で※が付いた矢印のピークは、アセトンヘキサンではほとんど消失していた。それぞれの保持時間は

※1が19.9分~20.1分、※2が30.6分~31.2分だった。この時間に溶出される農薬の添加回収率を表1に示す。

表1 夾雑ピーク溶出時間の添加回収率

項目名	保持時間(分)	アセトンヘキサン	トルエンアセトンヘキサン	アセトニトリルトルエン	Siカラム無 現行法
ベンプレゼート	19.865	110	107	105	93
ホスファミドン	19.874	53	57	85	85
アセトクロール	20.000	116	112	68	58
プロモブチド	20.004	92	113	81	63
クロルピリホスメチル	20.026	99	97	79	73
プロパニル(DCPA)	20.027	108	106	109	104
ピントロプリン	20.146	99	109	105	103
フルシトリネート(合算)	30.670	116	109	118	117
シラフルオフェン	30.909	106	93	95	89
ピリミジフェン	31.243	80	83	96	96
フルミオキサジン	31.521	85	100	105	97

ホスファミドンで添加回収率が低下していた。アセトクロールとプロモブチドは、現行法では目標値外だったが、Siカラム精製後は、アセトクロールのアセトニトリルトルエンを除き、目標値内となった。

また、夾雑物質が減少したことで、農薬のピークがより鮮明になり、正確に検出できるようになった農薬もあり、特にクロルピリホスメチルとフルシトリネートではその違いが明らかだった(図6、7)。

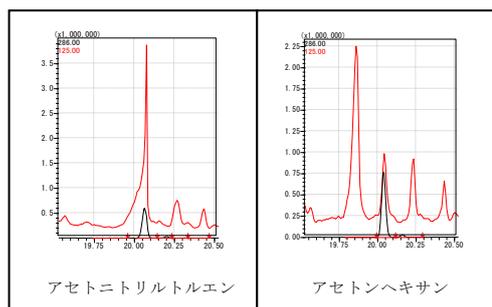


図6 溶媒による違い：クロルピリホスメチル

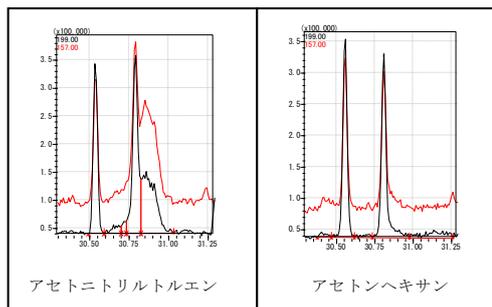


図7 溶媒による違い：フルシトリネート

2. 8. 5 Si カラム追加と添加回収率

Siカラム追加のタイミングを変えることで、項目による添加回収率の偏りはみられなかった。また、カラム精製1の後にアセトンヘキサンを用いてSiカラム精製を行った場合、添加回収率が目標値を達成できない項目数が大幅に増加した。それ以外については、カラム精製1の後のSiカラム精製≧現行法≧カラム精製2の後のSiカラム精製の順で添加回収率が目標値を達成

できない項目数が増加傾向だったが顕著な差はみとめられなかった（表 2）。

表 2 カラム精製順と目標値達成項目数

精製順	GC/PSA → Si			Si → GC/PSA			GC/PSAのみ
	アセトン ヘキサン	トルエン アセトンヘキサン	アセトントル エン	アセトン ヘキサン	トルエン アセトンヘキサン	アセトントル エン	アセトントル エン
通知法適用項目	109/116	105/116	104/116	88/116	108/116	103/116	101/116
通知法適用外項目	51/66	55/66	51/66	44/66	51/66	46/66	48/66
合計	160/182	160/182	155/182	132/186	159/186	149/186	149/186

2. 8. 6 溶媒による添加回収率

ヘキサンを使用した溶媒と現行法で使用しているアセトニトリルトルエンを比較すると、アザコナゾール、フェンスルホチオン、フェンブコナゾール、ヘキサジノン、ホスファミドンの 5 項目ではヘキサンを使用した溶媒で添加回収率が低下していた。一方、エンドスルファン、トリアジメノール、ピリダベン、プロパルギッドの 4 項目は現行法では目標値を超えていたが、目標値内となった。その他の農薬ではヘキサンを使用した溶媒とアセトニトリルトルエンではあまり差はなく、アセトクロール、キノクラミン、ジメトエートの 3 項目ではアセトニトリルトルエンで添加回収率が低下していた（表 3）。

表 3 溶媒による添加回収率の違い

農薬名	アセトンヘキサン		トルエンアセトンヘキサン		アセトニトリルトルエン	
	GC/PSA→Si	Si→GC/PSA	GC/PSA→Si	Si→GC/PSA	GC/PSA→Si	GC/PSAのみ
アザコナゾール	55	37	67	72	96	105
アセトクロール	116	87	112	103	68	84
エンドスルファン(和)	112	96	91	88	107	126
キノクラミン	87	83	104	55	66	67
ジメトエート	83	115	85	69	61	45
トリアジメノール(合算)	106	70	94	89	127	128
ピリダベン	104	92	112	85	109	136
フェンスルホチオン	29	43	59	64	104	118
フェンブコナゾール	35	47	66	110	139	148
プロパルギッド(合算)	100	94	108	97	129	131
ヘキサジノン	8	12	19	43	103	116
ホスファミドン	53	26	57	42	85	102

2. 9 考察

Si カラム追加のタイミングは操作性、ブランク検体でのバックグラウンドピークの減少、添加回収率が目標値を達成した項目数ともに、カラム精製 2 の後に行うことが望ましいと考えられた。

抽出溶媒については、カラム精製 2 の後に Si カラムを追加した場合では、アセトンヘキサンとトルエンアセトンヘキサンで添加回収率の結果に大差はないが、最終試験溶液の析出物の有無から、アセトンヘキサンが望ましいと考えられた。

以上から変更を加えた試験操作手順を図 8 に示す。

3. 妥当性評価

この試験操作手順で妥当性評価を行った。

3. 1 試料

平成 25 年度に残留農薬検査の検体として収去された茶を使用した。使用した検体の検出農薬はテブコナゾール 0.02µg/g だった。

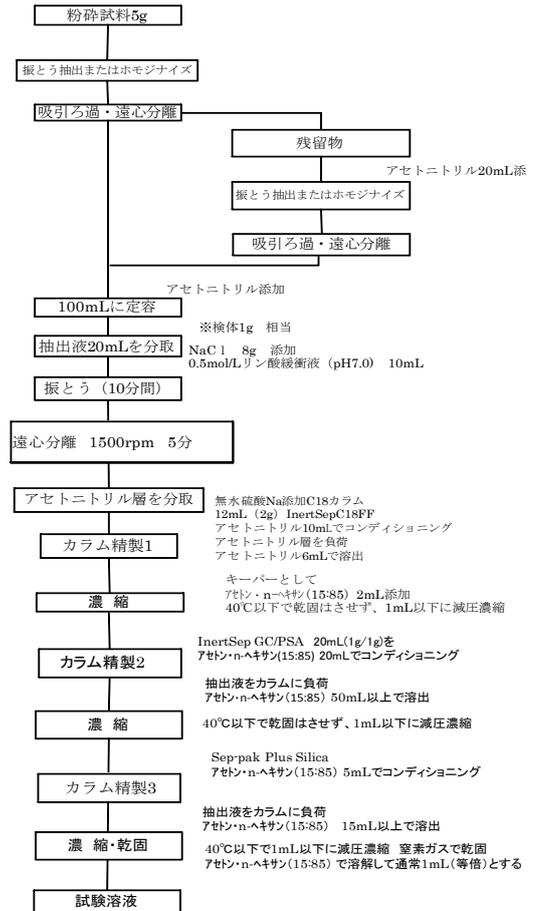


図 8 変更後試験操作

3. 2 試薬 試液 分析条件

試薬 試液 分析条件は試験方法の検討に従った。

3. 3 評価方法

添加濃度 0.05µg/g になるように農薬混合標準液を添加し試験操作を行った。評価項目は分析方法の検討時には評価対象外としたテブコナゾールを含む 183 項目とした。このうち通知試験法適用項目は 117 項目だった。施行回数は、真度（回収率）は 5 回、精度は分析者 1 名が 1 日 3 回 5 日間分析する枝分かれ実験をおこなった。真度及び精度の目標値を表 4 に示した³⁾

表 4 真度及び精度の目標値

濃度 (µg/g)	真度 (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)
0.05	70~120	15>	20>

3. 4 結果

通知試験法適用項目のうち適合したのは 107 項目だった。また、通知試験法適用外項目では 53 項目だった。適合割合は、それぞれ、91%、80%で、合計では 87% だった（表 5、6）。

3. 5 考察

通知試験法適用項目では、分析方法の検討時に添加回収率に問題のあった、アザコナゾール、フェンスル

ホチオン、フェンブコナゾール、ヘキサジノン、ホスファミドンの5項目が不適合となった。5項目全てで精度が目標値を達成できず、溶媒の変更が添加回収率の低下とともに、ばらつきにも関与していると考えられた。他の不適合項目については、他の検体（農産物等）でも添加回収率の取りにくい項目であり、分析方法の変更との関連性は薄いと考えられた。

通知試験法適用外項目で不適合だった項目の多くは、他の検体（農産物等）でも一部不適合となった項目が大半で、検体の特性や、分析方法の変更の影響ではなく、通知試験法（一斉試験法）と農薬の組み合わせの問題ではないかと考えられた。

4. まとめ

茶の残留農薬一斉分析法を一部変更し、妥当性評価を行った。分析方法の変更により、操作性が向上し、

妥当性評価の適合項目数も概ね良好な結果となった。また試験溶液の夾雑物質が減ることで、分析機器への負荷も軽減されると思われる。

今後は通知試験法適用外項目で適合だった項目を活用するとともに、QuEChERS法やSTQ法などの抽出方法の変更も含めた検討を行っていききたい。

文 献

- 『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
- 『残留農薬分析用前処理キット&部品リスト』STQ法 株式会社アイスティサイエンス
- 『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』
食安発第1224第1号 平成22年12月24日

表5 通知試験法適用項目妥当性評価

No	項目名	適否	真度	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)	No	項目名	適否	真度	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)
1	EPN	×	86	37.97	①	60	ナプロバミド	○	96	5.2	8.2
2	アザコナゾール	×	75	16.78	51.8	61	ニトータルイソプロピル	○	97	6.26	7.91
3	アゼトクロール	○	101	5.14	10.98	62	フルフルラゾン	○	87	7.92	11.37
4	アトラジン	○	93	4.29	7.66	63	バクプロトラゾール	○	88	11	14.1
5	アメトリン	○	95	4.11	9.95	64	ビテルタール(合算)	○	90	8.61	13.03
6	イキサゾホス	○	91	3.88	10.15	65	ビベロホス	○	95	4.06	15.08
7	イソフェンホス	○	97	5.93	12.79	66	ビラゾホス	○	97	7.17	9.05
8	イソプロカルブ	○	101	3.74	8.55	67	ビリダフェンチオン	○	90	6.46	13.29
9	イソプロチオラン	○	97	3.95	7.3	68	ビリプロキシフェン	○	93	4.55	6.26
10	イソベンホス	○	92	3.89	11.37	69	ピンクロズリン	○	94	4.95	9.57
11	イマザメタベンズメチルエステル	×	66	17.84	29.45	70	フェナミホス	○	90	10.47	17.58
12	エスプロカルブ	○	94	4.68	6.47	71	フェナリホル	○	83	5.9	6.79
13	エディフェンホス	○	103	6.14	6.46	72	フェノチオカルブ	○	113	5.85	7.88
14	エトフメセート	○	96	7.53	16.92	73	フェノトリン(合算)	○	90	5.78	12.72
15	エトプロホス	○	87	5.11	8.2	74	フェンホルホチオン	×	46	19.03	79.28
16	エトリムホス	○	95	3.43	3.47	75	フェンチオン	○	93	5.41	7.08
17	エンドスルフォン(和)	○	94	9.28	10.77	76	フェンブコナゾール	×	35	33.18	83.28
18	オキサジアゾン	○	85	4.94	13.61	77	フェンプロピモルフ	○	78	6.57	17.51
19	オキサジキシル	○	103	9.53	14.82	78	フサライド	○	81	10.88	13.36
20	オキシフルオルフェン	○	97	5.03	7.58	79	ブタミホス	○	106	7.98	10.26
21	カズサホス	○	95	5.27	6.41	80	ブピリメート	○	89	4.69	12.86
22	カルフェントラゾンエチル	○	91	4.32	11.63	81	ブプロフェジン	○	90	4.91	10.14
23	カルボフラン	○	89	5.13	13.15	82	フラムフロップメチル	○	90	3.74	9.43
24	キナルホス	○	94	4.29	10.4	83	フルアクリリウム	○	96	9.33	9.56
25	キノキシフェン	○	71	6.65	14.64	84	フルトワニル	○	91	4.06	5.16
26	キノクラミン	×	33	12.89	65.92	85	フルトリアホル	○	72	9.68	14.94
27	キントゼン	○	75	7.03	15.53	86	フルミオキサジン	○	88	8.35	18.4
28	クロマゾン	○	87	4.61	10.33	87	フルミクロラックベンチル	○	91	5.9	18.54
29	クロタルジメチル(TCTP)	○	91	5.96	13.6	88	プレチラクロール	○	105	6.81	10.45
30	クロルピリホスメチル	○	87	4.77	12.93	89	プロシメドン	○	102	5.37	8.6
31	クロルフェンピホス(合算)	○	92	5.16	9.89	90	プロバクロール	○	88	3.07	14.11
32	クロルプロファミ	○	97	4.23	5.44	91	プロバニル(DCPA)	○	91	4.62	12.76
33	クロルベンジレート	○	99	3.75	5.76	92	プロバルギット(合算)	○	86	4.03	13.13
34	シアノホス	○	90	4.92	11.63	93	プロビザミド	○	89	4.59	9.38
35	ジエトフェンカルブ	○	91	6.53	8.98	94	プロボキシル	○	89	3.63	10.67
36	ジクロホップメチル	○	92	5.71	13.9	95	プロマシル	○	84	7.37	16.44
37	ジクロラン	○	82	7.58	12.15	96	プロメトリン	○	93	3.63	10.3
38	ジフェナミド	○	93	5.95	7.11	97	プロモブチド	○	101	4.74	7.85
39	ジプロコナゾール(合算)	○	91	3.64	5.09	98	プロモプロピレート	○	91	4.59	14.23
40	シマジン	○	93	5.15	11.66	99	ヘキサジノン	×	23	37.66	88.1
41	ジメタメトリン	○	91	5.44	9.22	100	ペナラキシル	○	90	6.21	14.39
42	ジメチルピホス(合算)	○	91	6.01	10.97	101	ペノキサコル	○	89	4.35	12.9
43	ジビベレート	○	88	7.99	13.16	102	ペンディメタリン	○	102	5.42	8.05
44	チオベンカルブ	○	100	4.01	4.4	103	ペンフルラリン	○	86	4.74	15.16
45	チオメトン	○	94	6.56	8.56	104	ペンフレレート	○	102	4.47	5.8
46	テクナゼン	×	69	9.73	16.12	105	ホスチアゼート(合算)	○	107	8.87	9.18
47	テトラクロルピホス	○	90	4.79	12.76	106	ホスファミドン	×	78	12.05	53.57
48	テニルクロール	○	95	5.69	11.36	107	ホスメット	○	75	8.79	12.45
49	テブコナゾール	○	109	8.17	8.85	108	ホレート	○	74	5.63	6.72
50	テフルトリン	○	89	4.8	9.25	109	マラチオン	○	94	6.21	10.42
51	テルブホス	○	85	2.66	6.45	110	メトラキシル	○	90	7.28	11.02
52	トリアジメノール(合算)	○	87	6.8	11.14	111	メトキシシロル	○	92	3.86	13.45
53	トリアジメホス	○	98	3.94	4.19	112	メトミノストロピン(和)	○	92	4.89	12.54
54	トリアゾホス	○	104	6.97	12.66	113	メトラクロール	○	93	4.57	8.33
55	トリアレート	○	84	3.78	11.84	114	メフェナセート	○	87	6.62	9.19
56	トリブホス(DEF)	○	86	4.92	12.41	115	メブニコル	○	100	8.12	9.02
57	トリプロキシストロピン	○	94	2.69	9.14	116	モノクロトホス	×	39	31.91	53.89
58	トルクロホスメチル	○	89	5.09	14.6	117	レナシル	○	98	4.84	5.39
59	トルフェンピラド	○	100	9.27	15.22						

①: 目標値外
: 併行精度>室内精度の為計算不可

表 6 通知試験法適用外項目妥当性評価

No	項目名	適否	真度	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)	No	項目名	適否	真度	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)
1	BHC(リンデンを除く)(和)	○	87	3.7	8.85	35	テブフェンピラド	○	101	5.72	9.33
1-2	γ-BHC(リンデン)	○	94	2.91	4.19	36	デルタメトリン	○	75	11.59	13.9
2	DDT	○	87	7.79	13.12	37	トリシクラゾール	×	0	②	②
3	EPTC	×	26	12.63	16.19	38	パラチオン	○	96	5.89	7.04
4	XMC	○	105	6.86	7.94	39	パラチオンメチル	○	92	4.12	5.44
5	アクリナトリン	○	107	8.53	11.85	40	ハルフェンプロックス	○	103	5.33	6.74
6	アセタミプリド	×	36	15.9	34.93	41	ピフェントリン	○	99	4.76	6.75
7	アセフェート	×	102	34.49	40.99	42	ビラクロホス	○	92	5.5	8.34
8※	アルドリン	×	69	7.16	13.81	43	ピリダベン	○	92	6.39	8.23
9	アレスリン(合算)	○	91	6.25	11.14	44	ピリフェノックス(和)	○	97	5.76	7.86
10	イソキサチオン(代謝体含)	○	95	5.37	11.03	45	ピリミカルブ	○	101	3.86	4.97
11	イブロジオン	○	92	6.53	7.63	46	ピリミジフェン	○	76	7.86	17.02
12	イミベンコナゾール	×	82	21.43	38.38	47	ピリミホスメチル	○	92	5.8	10.71
13	エチオフェンカルブ	○	87	9.51	12.07	48	フェニトロチオン	○	95	6.39	6.86
14	エチオン	○	95	4.14	9.76	49	フェノブカルブ	○	99	3.78	5.2
15※	エンドリン	×	92	6.96	11.76	50	フェントエート	○	102	4.05	5.49
16	カプタホール	×	16	51.27	57.5	51	フェンバレレート(合算)	○	102	4.94	8
17	カルバリル	○	101	4.66	5.65	52	フェンプロバトリン	○	107	6.94	8.18
18	キノメチオネート	×	17	75.18	95.85	53	ブチレート	×	36	25.67	①
19	キャプタン	○	91	7.06	8.69	54	フルシトリネート(合算)	○	92	5.03	8.15
20	クロルデン	○	87	3.79	10.39	55	フルシラゾール	○	86	7.49	19.36
21	クロルピリホス	○	93	6.32	8.74	56	フルバリネート(合算)	○	95	5.36	10.04
22	ジクロフルアニド	○	117	3.25	4.26	57	プロチオホス	○	99	5.28	5.97
23	ジクロルボス	×	24	30.02	31.38	58	プロピコナゾール(合算)	○	114	10.81	11.89
24	ジコホール(合算)	×	351	22.64	32.6	59	プロフェノホス	○	85	5.15	14.64
25	シハロトリン(合算)	○	88	3.97	9.59	60	プロモホスメチル	○	86	5.06	11.61
26	ジフェノコナゾール(合算)	○	92	9.9	19.73	61	ハククロロベンゼン	×	62	6.8	17.11
27	シフルトリン(合算)	○	100	5.32	5.52	62	ハククロール	○	84	5.45	15.15
28	シベルメトリン(合算)	○	87	7.77	12.04	63	ベルメトリン(合算)	○	101	4.17	5.91
29	ジメチピン	×	0	②	②	64	ペンダイオカルブ	○	97	12.1	14.31
30	ジメトエート	○	86	9.95	10.18	65	ホサロン	○	91	8.63	10.69
31	シラフルオフェン	○	86	6.69	10.9	66	ミクロブタニル	×	82	20.53	57
32	ダイアジノン	○	90	4.22	6.11	67	メタミドホス	×	4	11.26	14.74
33※	ディルドリン	×	98	4.32	10.8	68	メチオカルブ	○	93	5.18	10.79
34	テトラジオン	○	89	5.57	15.14	69	メチダチオン	○	101	8.22	9.67

※：評価対象外

：目標値外

①：併行精度>室内精度の為計算不可

②：ピーク不検出の為計算不可