

農産物中の残留農薬(第2報)

本村 秀章、川口 喜之、村上 正文

Pesticide Residues in Agricultural Products

Hideaki MOTOMURA, Yoshiyuki KAWAGUCHI and Masafumi MURAKAMI

140 pesticide residues in 61 agricultural products were investigated. 135 of the 140 pesticide residues were investigated by the method for simultaneous determination using GC/MS(SIM) which follows the official method. 5 pesticide residues were investigated by the method reported by Motomura *et al.* in 2004. The results were summarized as follows;

- 1) Recoveries of 135 pesticides spiked at 0.1 or 0.5 μ g/g into 6 agricultural products were 60–140%. Good recoveries in the range of 70–120% were obtained for 127 of 135 pesticides. The recoveries of 135 pesticides were suitable for screening purposes
- 2) Pesticide residues were detected in 20 agricultural products. The detection rate was about 33%.
- 3) 13 pesticide residues were detected in 8 kinds of vegetables. Their concentrations were 0.01–2.8ppm. The concentrations of pesticide residues detected in 3 vegetable samples have exceeded the standard values of the Food Sanitation Law.
- 4) 8 pesticide residues were detected in 3 kinds of fruits. Their concentrations were 0.01–0.05ppm.
- 5) No pesticide residues were detected in brown rice sample.

Key words : pesticide residues, agricultural products

キーワード: 残留農薬, 農産物

はじめに

農産物中の残留農薬調査については、GCで一斉分析を行い、農薬が検出された場合には、GC/MS(SCAN)で確認を行う方法^{1),2)}を主として用いてきたが、平成18年5月29日からのポジティブリスト制導入により、今までより多くの農薬を効率良く調査する必要があることから、本年度よりGC/MS(SIM)による一斉分析法の検討を開始し、GC/MS(SCAN)等、また、場合によってはGCとの併用による確認を行う方法とGC-ECDによる個別分析法により調査を行ったので報告する。

調査方法

1 試料

添加回収実験には、ばれいしょ、トマト、キャベツ、ほうれん草、いちご及び玄米を使用した。実態調査には平成18年5月～11月に当所へ搬入さ

れた表1に示す60検体と当所で購入した玄米1検体を使用した。

なお、ねぎ、たまねぎは電子レンジで前処理したものを用いた。

2 検査対象農薬

(1) GC/MSによる一斉分析法対象農薬

農薬混合標準溶液21(現在34)、22(関東化学社製)及び表4に示す当所で調整し混合した農薬を用いた。なお、農薬混合標準溶液21又は22の内、ホモジナイズする際、植物成分によって分解することが知られているキャプタン、カプタホール及びジクロフルアニドは対象から除き、次に示す、GC-ECDによる個別分析法により対応した。

(2) GC-ECDによる個別分析法対象農薬

クロロタロニル、キャプタン、カプタホール、ジクロフルアニド及びホルペット

表1 検査対象農産物

| | |
|-------|--|
| (5月) | 国内産: ばれいしょ(3), なす(2), びわ(1), さといも(2), トマト(2) 輸入品: スナックエンドウ(2), バナナ(2) |
| (7月) | 国内産: アスパラガス(3), きゅうり(3), トマト(2), にんじん(2), ぶどう(2) 輸入品: さといも(2), えだまめ(1) |
| (9月) | 国内産: ねぎ(3), ぶどう(3), なし(2), かぼちゃ(2), ブロッコリー(1) 輸入品: ブロッコリー(1), バナナ(1), いんげん(2) |
| (11月) | 国内産: ほうれん草(3), たまねぎ(3), ブロッコリー(2), はくさい(2), みかん(2), りんご(2), ねぎ(2) |

*()内の数字は検体数を示す

3 試薬等

農薬混合標準溶液 21 又は 22 も含め標準品は市販の農薬標準品を用い、また、有機溶媒等の試薬は残留農薬分析用又は特級を用いた。

ミニカラム: ENVI-Carb/LCNH2(500mg/500mg , 6mL)(SUPELCO 社製), Bond Elut C18(1g , 6mL)(Varian 社製)

4 装置及び測定条件

(1) GC/MS : 島津製作所製(GC17A+QP5050A)カラム: DB-5MS+DG(内径 0.25mm , 長さ 30m , 膜厚 0.25 μ m , Agilent 社製)

カラム温度: 50 $^{\circ}$ C(1min)-25 $^{\circ}$ C/min-125 $^{\circ}$ C(0min)-10 $^{\circ}$ C/min-300 $^{\circ}$ C(6.5min)

注入口温度: 250 $^{\circ}$ C , インターフェイス温度: 280 $^{\circ}$ C

キャリアーガス: ヘリウム, 80kpa(定圧モード)

注入量: 2 μ L

(2) GC-ECD : 前報による³⁾

5 分析方法

(1) GC/MS による一斉分析法

厚生労働省通知法「GC/MS による農薬等の一斉分析法(農産物)」⁴⁾に準じて行った。すなわち、野菜・果実は均一化した試料 20g (穀類の場合は、粉碎化した試料 10g に水 20mL を加え 15min 放置したものにアセトニトリル 50mL を加えホモジナイズした後、遠心分離(2,500rpm,5min)し上清を分取した。残った残渣に、アセトニトリル 20mL を加え同様に操作した。得られた上清を合わせアセトニトリルを加え正確に 100mL とした。

抽出液 20mL を採り、塩化ナトリウム 10g 及び 0.5mol/L リン酸緩衝液(pH7.0)20mL を加え、10min 振とうした。静置した後、分離した水層を捨てた。野

菜・果実の場合は、アセトニトリル層に無水硫酸ナトリウムを加え脱水し、無水硫酸ナトリウムはろ過で除き、ろ液を 40 $^{\circ}$ C 以下で濃縮、窒素気流下で溶媒を除去した。(穀類については、あらかじめアセトニトリル 10mL でコンディショニングした Bond Elut C18 にアセトニトリル層を負荷し、さらにアセトニトリル 2mL を負荷、全溶出液を採り、野菜・果実と同様に脱水、濃縮、溶媒の除去操作を行った。)残留物はアセトニトリル:トルエン(3:1)混液 2mL に溶かした。

あらかじめアセトニトリル:トルエン(3:1)混液 10mL でコンディショニングした ENVI-Carb/LCNH2 に上記抽出液を負荷し、さらにアセトニトリル:トルエン(3:1)混液 20mL を負荷、全溶出液を 40 $^{\circ}$ C 以下で濃縮した。これにアセトン 10mL を加え 1mL 以下に濃縮し、再度アセトン 5mL を加えて濃縮、窒素気流下で溶媒を除去した。残留物はアセトンに溶かし、野菜・果実は 2mL (穀類は 1mL)とした。これを試験溶液とし、GC/MS(SIM)により測定した。なお、検量線は 0.02 ~ 0.4ppm(アセタミプリド, アセフェート及びメタミドホスは 0.1 ~ 2.0ppm)の範囲で作成した。また、GC/MS(SIM)測定により農薬が検出された場合には、GC/MS(SCAN)測定等により再測定を行い、標準品のマススペクトルとの比較による確認を行った。

(2) GC-ECD による個別分析法対象農薬
前報による³⁾

6 添加回収実験

添加濃度は 0.1 μ g/g(アセタミプリド, アセフェート及びメタミドホスは 0.5 μ g/g)とし、5の分析方法を用いて n=3 で回収実験を行った。なお、いずれも添加 30 分後分析を開始した。また、GC/MS 測定は

検量線用標準溶液と試験液を交互に測定した。

7 実態調査

表1に示す60検体及び玄米1検体の合計61検体について5の分析方法により調査を行った。

実験結果及び考察

1 添加回収実験結果

表2に農薬混合標準溶液21、表3に農薬混合標準溶液22及び表4に当所で調整し混合した農薬の添加回収実験結果を示した。

(1) 農薬混合標準溶液21及び22

全般的に回収率が低い農薬として、ジクロロボス、ブチレート及びEPTCがあるが、これらは濃縮時の損失によるものと思われる。また、チオメトンについても回収率が低く、濃縮時の損失等が考えられる。その他、キノメチオネート、ピリミジフェン、メタミドホス及びアセフェートも回収がないか回収率が低かったが、これらは農薬の極性の問題又はミニカラムでの吸着が原因と思われる。また、エチオフェンカルブの回収率は対象農産物により回収率が異なり安定していなかったが、これらは作物成分による分解等が原因と考えられる。⁵⁾ なお、以上の農薬については検査対象外とした。

野菜・果実では、いちごでのメチオカルブの回収率が120%を超え、逆にほうれん草でのカルバリル、いちごでのペンディメタリンの回収率が60%台であった。また、玄米では、ピテルタノール、ピラクロホス、ペリメトリン、シフルトリン及びフェンバレレート⁶⁾の回収率が120%を超えていた。以上、野菜・果実ではいちご又はほうれん草において3農薬が、玄米では5農薬が回収率70～120%範囲に入っていなかった。しかしながら、その回収率は60%台又は120～140%であることから、スクリーニング調査として考えた場合は、利用可能と考えられる。

その他の農薬は回収率が70～120%の範囲にあり、良好な結果であった。また、相対標準偏差(RSD)についても、検査対象とする農薬については、20%を超えるものはなく、ほとんどが10%以下で良好な結果であった。

なお、トリアジメノール及びシフトリンは異性体を有するため、複数のピークが検出されるが、トリアジメノールはばれいしょ及びほうれん草、シフルトリンはほうれん草において、マトリックスの影響により妨

害を受けるピークがあった。この場合、マトリックスの妨害を受けないピークにより回収率を求めた。また、ジコホールはその分解物により回収率を求めた。

(2) 当所で調整し混合した農薬

プロファム、ジフェニルアミン、ベンフルラリン及びホレートにおいて、一部の農産物で回収率が低かった。これらの農薬については、今後更に検討が必要と考える。

その他の農薬については、いちごでのホスファミド⁷⁾以外は回収率が70～120%の範囲に有り、良好に回収されていた。いちごのホスファミド⁷⁾については回収率が130%台であったが、前述した同様の理由により、スクリーニング調査としては利用可能と考えられる。RSDもほとんどが10%以下で良好な結果であった。

なお、玄米におけるゾキサミドは測定途中で、分解率が大きく変動したため、主ピークと熱分解生成物のピークの和により回収率を求めた。なお、この時の、検量線の相関係数は0.9997と良好であった。

2 実態調査

表1に示す農産物の調査結果を表5に示した。なお、第2回7月分の検体からポジティブリスト制が適応される。

全体では60検体の内、20検体より農薬が検出され検出率は約33%であった。また、検出された農薬の種類は19種類であった。

(1) 野菜

8種類の農産物から13種類の農薬が検出された。その濃度範囲は0.01～2.8ppmであった。この内、ねぎ2検体(9月分及び11月分)からEPNがそれぞれ1.8ppm及び1.5ppm、ほうれん草からピリダベンが0.45ppm検出された。これらは、食品衛生法の基準値を超えていた。ねぎのEPNの基準値は0.1ppm、ほうれん草のピリダベンの基準値はなく、ポジティブリスト制における一律基準値0.01ppmが適応された。

当所で基準値を超える事例が認められた場合は次のとおり、再検査等を行っている。

- ① GC/MS(SCAN)測定によるマススペクトルの確認
- ② GC測定での確認
- ③ 単品の標準溶液と混合標準溶液との比較
- ④ 当該農産物による添加回収実験(検査前には代

表2 添加回収実験結果(その1)

(%, n=3)

| 農薬名 | ばれいしよ | | トマト | | キャベツ | | ほうれん草 | | いちご | | 玄米 | |
|-------------|-------|------|-------|------|-------|------|-------|------|-------|------|-------|------|
| | 回収率 | RSD | 回収率 | RSD | 回収率 | RSD | 回収率 | RSD | 回収率 | RSD | 回収率 | RSD |
| ジクロロホス | 27.4 | 5.2 | 20.3 | 9.2 | 25.8 | 12.0 | 46.8 | 3.5 | 49.2 | 5.9 | 38.5 | 2.5 |
| ブチレート | 27.1 | 14.5 | 19.2 | 13.3 | 20.2 | 8.5 | 51.3 | 2.0 | 27.3 | 10.7 | 37.9 | 3.5 |
| イソプロカルブ | 72.2 | 1.7 | 78.4 | 0.8 | 79.2 | 5.8 | 80.5 | 2.7 | 83.3 | 4.2 | 81.1 | 1.3 |
| エトプロホス | 71.4 | 3.0 | 77.4 | 1.9 | 88.9 | 7.6 | 80.4 | 3.8 | 89.7 | 5.3 | 83.8 | 1.4 |
| ベンダイオカルブ | 85.7 | 1.9 | 105.9 | 1.6 | 92.7 | 7.1 | 83.2 | 5.3 | 111.8 | 6.2 | 92.5 | 4.7 |
| α-BHC | 75.1 | 8.2 | 70.1 | 1.4 | 82.6 | 2.9 | 85.0 | 2.7 | 73.3 | 7.2 | 75.6 | 2.4 |
| β-BHC | 82.2 | 3.4 | 88.8 | 2.9 | 97.3 | 2.8 | 94.7 | 2.2 | 99.2 | 5.3 | 87.7 | 2.3 |
| テルブホス | 72.7 | 9.7 | 73.3 | 1.6 | 76.2 | 7.2 | 77.5 | 7.6 | 78.0 | 3.5 | 77.9 | 3.7 |
| テフルトリン | 84.7 | 2.5 | 86.5 | 1.0 | 89.3 | 5.0 | 86.2 | 1.4 | 100.7 | 5.3 | 91.0 | 1.9 |
| δ-BHC | 86.9 | 1.5 | 92.5 | 3.8 | 96.6 | 5.3 | 87.2 | 4.4 | 102.3 | 4.9 | 85.6 | 8.8 |
| エチオフェンカルブ | 21.6 | 53.1 | 87.6 | 6.4 | 27.4 | 3.7 | 60.1 | 26.3 | 58.7 | 12.2 | 80.0 | 10.5 |
| トルクロホスメチル | 77.6 | 2.2 | 82.7 | 0.8 | 86.4 | 6.0 | 95.4 | 4.5 | 110.6 | 4.4 | 84.8 | 3.6 |
| ピリミホスメチル | 81.2 | 0.9 | 85.5 | 1.7 | 84.6 | 5.2 | 83.6 | 5.1 | 104.9 | 0.8 | 85.4 | 5.2 |
| メチオカルブ | 93.9 | 1.0 | 105.5 | 2.5 | 89.2 | 7.6 | 104.2 | 9.4 | 138.6 | 6.1 | 102.0 | 5.5 |
| マラチオン | 84.2 | 3.5 | 92.8 | 1.8 | 86.9 | 8.2 | 87.4 | 2.3 | 109.2 | 3.8 | 88.3 | 2.3 |
| トラクロール | 85.5 | 1.1 | 91.0 | 1.0 | 85.0 | 3.9 | 90.7 | 2.4 | 104.9 | 2.0 | 90.6 | 4.1 |
| ジエトフェンカルブ | 94.4 | 1.6 | 94.9 | 2.0 | 96.3 | 7.2 | 99.6 | 5.5 | 110.7 | 3.3 | 94.3 | 3.7 |
| ジメチルピホス | 86.9 | 1.4 | 96.0 | 0.8 | 85.4 | 6.2 | 95.5 | 3.3 | 113.4 | 2.7 | 95.3 | 3.8 |
| イソフェホス P=O | 98.5 | 2.9 | 92.0 | 7.0 | 85.9 | 2.5 | 97.0 | 6.6 | 102.8 | 9.5 | 110.0 | 7.3 |
| ジコホール分解物 | 99.9 | 3.5 | 103.8 | 1.7 | 114.4 | 3.8 | 97.1 | 1.6 | 110.4 | 9.1 | 101.5 | 1.3 |
| クロルフェンピホス-E | 91.4 | 3.7 | 92.0 | 0.6 | 93.0 | 9.0 | 86.1 | 4.9 | 99.9 | 2.9 | 97.4 | 3.3 |
| イソフェホス | 86.4 | 2.7 | 88.9 | 2.5 | 85.3 | 4.9 | 85.6 | 4.6 | 98.2 | 4.1 | 85.9 | 5.1 |
| クロルフェンピホス-Z | 88.9 | 2.8 | 93.4 | 0.9 | 85.6 | 5.8 | 88.3 | 3.5 | 109.6 | 2.2 | 96.3 | 4.3 |
| キナルホス | 82.8 | 3.2 | 86.1 | 2.1 | 84.0 | 8.0 | 90.0 | 4.0 | 101.0 | 3.9 | 91.0 | 4.1 |
| トリアジメメール-1 | * | - | 103.8 | 1.7 | 92.9 | 1.6 | * | - | 101.9 | 2.7 | 98.3 | 6.6 |
| トリアジメメール-2 | 95.1 | 3.5 | 102.7 | 0.8 | 87.7 | 6.0 | 98.5 | 5.5 | 104.5 | 3.6 | 97.7 | 6.6 |
| キノメチオネート | nd | - | nd | - | nd | - | nd | - | nd | - | nd | - |
| バクプロトゾール | 92.6 | 0.8 | 96.8 | 2.2 | 80.7 | 4.5 | 90.9 | 2.5 | 99.9 | 1.9 | 95.7 | 6.4 |
| フルトラニル | 95.1 | 1.7 | 93.0 | 1.9 | 89.0 | 3.7 | 100.9 | 2.8 | 101.4 | 3.4 | 106.6 | 6.4 |
| プレチラクロール | 89.1 | 1.2 | 90.4 | 0.7 | 87.2 | 4.4 | 96.2 | 1.6 | 100.4 | 3.3 | 90.6 | 4.9 |
| p,p-DDE | 86.6 | 2.6 | 90.7 | 0.5 | 94.3 | 0.3 | 96.7 | 3.1 | 97.4 | 5.0 | 79.5 | 3.2 |
| フルシラゾール | 84.9 | 2.9 | 98.8 | 1.3 | 79.8 | 4.3 | 100.7 | 4.2 | 99.6 | 4.6 | 96.4 | 6.6 |
| フェンスルホチオン | 98.8 | 2.7 | 100.0 | 2.7 | 96.0 | 7.3 | 109.9 | 7.4 | 112.4 | 3.2 | 102.7 | 8.8 |
| プロピコナゾール-1 | 94.2 | 3.8 | 97.8 | 4.8 | 79.9 | 1.9 | 98.5 | 2.1 | 100.0 | 8.0 | 96.7 | 8.1 |
| レナシル | 94.4 | 1.7 | 94.0 | 2.0 | 85.8 | 5.8 | 104.0 | 5.2 | 103.3 | 0.9 | 103.8 | 6.6 |
| プロピコナゾール-2 | 90.3 | 0.8 | 92.3 | 1.6 | 90.4 | 2.4 | 97.9 | 2.8 | 99.4 | 6.6 | 96.2 | 6.2 |
| テニクロール | 100.6 | 3.1 | 100.8 | 0.6 | 90.8 | 6.0 | 103.4 | 2.3 | 106.2 | 4.0 | 103.6 | 5.0 |
| アセタミプリド | 86.5 | 3.6 | 91.0 | 3.9 | 86.6 | 7.8 | 91.0 | 3.9 | 84.6 | 2.1 | 89.2 | 8.1 |
| ホサロン | 94.8 | 2.4 | 95.7 | 0.5 | 87.1 | 4.8 | 91.6 | 2.8 | 98.0 | 3.0 | 101.1 | 5.7 |
| シハロトリン-1 | 94.4 | 2.1 | 94.7 | 0.8 | 85.7 | 3.9 | 99.6 | 3.7 | 99.1 | 4.5 | 102.1 | 5.8 |
| シハロトリン-2 | 93.3 | 2.0 | 92.7 | 0.6 | 84.9 | 2.8 | 102.4 | 3.5 | 95.7 | 5.3 | 106.6 | 6.4 |
| メフェナセット | 95.5 | 1.5 | 97.4 | 0.7 | 88.4 | 3.9 | 96.8 | 2.3 | 100.1 | 3.0 | 106.3 | 6.8 |
| フェナリモル | 89.3 | 3.6 | 91.5 | 2.0 | 84.9 | 2.6 | 119.4 | 4.5 | 98.0 | 5.5 | 101.6 | 4.2 |
| ピテルタノール-1 | 102.3 | 2.3 | 109.3 | 4.6 | 95.0 | 3.3 | 117.1 | 5.2 | 104.1 | 3.2 | 138.2 | 7.4 |
| ピテルタノール-2 | 102.5 | 1.3 | 107.1 | 3.9 | 92.0 | 6.2 | 119.7 | 4.5 | 92.4 | 2.0 | 133.8 | 5.3 |
| ピリダベン | 91.1 | 3.0 | 91.0 | 1.9 | 87.8 | 4.1 | 119.7 | 3.6 | 96.1 | 6.0 | 117.4 | 7.4 |
| シペルメリン-1 | 95.9 | 4.5 | 91.0 | 3.2 | 100.6 | 5.2 | 111.4 | 2.1 | 97.3 | 5.7 | 119.2 | 2.5 |
| シペルメリン-2 | 94.9 | 1.9 | 92.4 | 1.5 | 92.8 | 3.3 | 117.4 | 2.7 | 96.1 | 4.9 | 110.7 | 8.7 |
| シペルメリン-3,4 | 87.1 | 2.9 | 93.7 | 3.7 | 92.6 | 3.9 | 90.0 | 4.2 | 99.7 | 7.4 | 108.9 | 6.3 |
| フルシトリネート-1 | 93.4 | 2.3 | 93.5 | 1.6 | 90.1 | 3.3 | 102.8 | 1.5 | 98.9 | 6.3 | 109.1 | 7.2 |
| フルシトリネート-2 | 91.4 | 3.9 | 95.2 | 1.4 | 89.9 | 3.2 | 105.9 | 1.6 | 95.5 | 6.0 | 108.3 | 7.5 |
| ピリミジフェン | 9.7 | 1.1 | 35.6 | 36.2 | 59.1 | 13.1 | 101.1 | 1.5 | 39.4 | 11.7 | 30.5 | 38.2 |
| フルバリネート-1 | 91.5 | 2.7 | 101.0 | 2.4 | 90.0 | 3.0 | 92.1 | 5.0 | 97.1 | 6.3 | 98.2 | 4.3 |
| フルバリネート-2 | 90.8 | 2.6 | 93.2 | 3.5 | 90.4 | 5.4 | 86.7 | 5.0 | 98.0 | 7.6 | 96.7 | 3.4 |
| デルタトリン | 97.5 | 1.1 | 95.2 | 3.1 | 86.2 | 3.7 | 73.9 | 4.3 | 98.1 | 1.7 | 91.8 | 1.9 |

* マトリックスの影響によりピークが確認できず

表3 添加回収実験結果(その2)

(%, n=3)

| 農薬名 | ばれいしよ | | トマト | | キャベツ | | ほうれん草 | | いちご | | 玄米 | |
|-------------|-------|------|-------|------|-------|------|-------|------|-------|------|-------|------|
| | 回収率 | RSD | 回収率 | RSD | 回収率 | RSD | 回収率 | RSD | 回収率 | RSD | 回収率 | RSD |
| メタドホス | 35.3 | 0.2 | 42.8 | 4.8 | 46.0 | 4.7 | 40.7 | 9.7 | 43.8 | 3.0 | 40.6 | 6.0 |
| EPTC | 14.4 | 9.2 | 12.7 | 15.4 | 15.4 | 10.1 | 42.1 | 5.4 | 22.7 | 12.5 | 29.5 | 6.2 |
| アセフェート | 33.9 | 3.8 | 52.2 | 3.2 | 79.8 | 1.9 | 58.8 | 3.5 | 68.4 | 7.5 | 65.1 | 6.2 |
| フェノカルブ | 71.0 | 4.6 | 83.7 | 5.9 | 86.4 | 3.2 | 84.3 | 2.1 | 84.5 | 3.0 | 83.0 | 5.2 |
| クロロフロファム | 73.6 | 4.3 | 85.8 | 5.8 | 90.8 | 3.7 | 88.1 | 4.8 | 82.7 | 3.2 | 84.8 | 3.6 |
| カスサホス | 70.3 | 4.6 | 79.2 | 4.7 | 86.7 | 5.6 | 89.2 | 3.2 | 84.4 | 5.0 | 78.9 | 5.4 |
| チオメトン | 35.5 | 25.4 | 58.9 | 9.2 | 73.0 | 2.8 | 55.3 | 3.1 | 25.7 | 20.2 | 64.4 | 8.3 |
| ジメチピン | 78.1 | 6.8 | 91.1 | 3.8 | 91.5 | 4.7 | 89.8 | 3.3 | 89.3 | 3.9 | 93.6 | 2.9 |
| γ-BHC | 74.9 | 4.7 | 82.5 | 5.6 | 93.6 | 2.7 | 90.2 | 2.1 | 75.1 | 4.3 | 86.9 | 3.9 |
| ダイアジノン | 73.0 | 6.1 | 84.9 | 5.6 | 101.3 | 2.2 | 84.4 | 5.7 | 80.0 | 3.5 | 84.5 | 5.7 |
| エトリムホス | 73.0 | 4.9 | 83.9 | 4.8 | 97.7 | 3.9 | 83.0 | 3.7 | 79.6 | 2.7 | 82.0 | 5.9 |
| ピリミカルブ | 79.1 | 3.9 | 93.2 | 3.6 | 91.4 | 6.9 | 90.7 | 4.0 | 86.7 | 1.2 | 95.2 | 4.2 |
| ベンフレセート | 77.7 | 4.9 | 92.6 | 4.0 | 88.6 | 6.1 | 90.4 | 3.4 | 97.6 | 0.7 | 95.5 | 2.6 |
| パラチオンメチル | 75.7 | 4.9 | 85.8 | 4.4 | 96.3 | 9.2 | 88.6 | 3.9 | 81.5 | 4.5 | 85.2 | 2.3 |
| カルバリル | 79.2 | 2.4 | 95.6 | 3.5 | 103.1 | 16.4 | 61.2 | 11.1 | 117.0 | 6.9 | 100.7 | 3.2 |
| フェントロチオン | 78.1 | 4.1 | 89.0 | 5.3 | 94.0 | 5.4 | 90.7 | 0.5 | 79.7 | 2.0 | 95.5 | 5.3 |
| エスプロカルブ | 81.0 | 4.2 | 94.2 | 4.1 | 94.0 | 6.9 | 99.4 | 0.6 | 96.0 | 1.9 | 91.5 | 5.0 |
| クロルピリホス | 75.3 | 3.6 | 87.9 | 5.9 | 91.2 | 6.7 | 92.9 | 3.2 | 88.1 | 2.0 | 87.2 | 7.1 |
| チオベンカルブ | 78.1 | 4.9 | 93.4 | 4.3 | 90.4 | 6.5 | 96.5 | 3.1 | 91.9 | 1.5 | 89.8 | 5.1 |
| フェンチオン | 70.6 | 1.5 | 88.1 | 3.3 | 88.0 | 6.0 | 84.5 | 3.5 | 72.0 | 8.0 | 86.0 | 4.6 |
| パラチオン | 73.5 | 2.0 | 86.9 | 5.1 | 91.1 | 6.6 | 84.8 | 1.4 | 75.1 | 5.3 | 85.9 | 3.3 |
| ホスチアゼート-1 | 86.9 | 3.7 | 108.2 | 2.3 | 98.7 | 8.1 | 98.7 | 1.5 | 93.2 | 7.6 | 107.6 | 9.2 |
| ホスチアゼート-2 | 92.4 | 5.3 | 107.9 | 7.9 | 99.4 | 11.1 | 105.2 | 7.1 | 98.2 | 5.1 | 109.2 | 8.9 |
| ベンディメタリン | 72.4 | 2.9 | 82.6 | 3.5 | 87.6 | 6.9 | 77.6 | 1.9 | 65.0 | 6.0 | 80.9 | 5.6 |
| ピリフェックス-Z | 76.7 | 0.7 | 84.9 | 4.9 | 93.8 | 6.9 | 85.4 | 5.8 | 84.6 | 2.3 | 89.2 | 6.3 |
| フェントエート | 77.9 | 4.8 | 86.6 | 5.2 | 89.8 | 7.9 | 85.8 | 3.3 | 81.5 | 2.9 | 89.8 | 4.9 |
| ピリフェックス-E | 94.2 | 3.1 | 88.2 | 6.7 | 102.6 | 5.7 | 96.3 | 2.4 | 87.5 | 1.4 | 88.3 | 5.8 |
| プロチオホス | 79.5 | 2.0 | 94.6 | 2.4 | 98.5 | 7.3 | 102.5 | 3.4 | 85.2 | 2.1 | 85.1 | 7.0 |
| トリシクザール | 79.3 | 1.8 | 98.3 | 2.4 | 107.3 | 3.6 | 98.4 | 2.9 | 85.7 | 1.6 | 91.0 | 7.1 |
| ミクロブタニル | 87.0 | 3.1 | 100.8 | 3.2 | 96.0 | 4.6 | 98.7 | 4.0 | 92.0 | 0.3 | 100.1 | 5.0 |
| シプロコナゾール | 85.5 | 2.6 | 103.0 | 3.5 | 105.1 | 6.7 | 94.7 | 3.0 | 93.3 | 1.8 | 95.9 | 4.7 |
| クロルベンジレート | 85.5 | 3.0 | 98.2 | 2.5 | 97.7 | 7.2 | 94.5 | 5.3 | 90.9 | 1.7 | 99.3 | 5.6 |
| p,p'-DDD | 85.4 | 2.7 | 92.5 | 7.1 | 93.9 | 7.3 | 97.8 | 3.0 | 88.1 | 1.3 | 96.5 | 5.6 |
| メプロニル | 92.1 | 4.8 | 109.4 | 6.3 | 101.1 | 7.5 | 98.9 | 5.1 | 96.7 | 1.5 | 108.0 | 6.0 |
| エジフェンホス | 88.1 | 2.6 | 99.5 | 3.0 | 102.7 | 7.5 | 103.3 | 1.7 | 94.4 | 2.5 | 113.9 | 6.7 |
| テブコナゾール | 88.5 | 4.5 | 102.0 | 5.4 | 100.8 | 7.5 | 92.8 | 4.5 | 82.2 | 6.3 | 106.1 | 8.7 |
| イプロジオン | 85.5 | 4.5 | 96.1 | 3.7 | 88.8 | 17.2 | 84.1 | 4.6 | 90.0 | 8.9 | 108.9 | 7.9 |
| EPN | 76.0 | 3.1 | 90.2 | 3.9 | 92.9 | 8.8 | 87.5 | 2.4 | 71.8 | 4.8 | 91.4 | 5.8 |
| テブフェンピラト | 93.3 | 1.9 | 107.9 | 4.2 | 99.5 | 8.4 | 111.2 | 1.2 | 94.5 | 1.5 | 117.4 | 8.0 |
| ピリプロキシフェン | 92.7 | 3.2 | 109.5 | 3.2 | 97.9 | 8.6 | 106.7 | 0.2 | 96.4 | 2.2 | 113.8 | 6.1 |
| アクナトリン | 82.1 | 1.1 | 95.4 | 2.0 | 92.4 | 13.0 | 81.7 | 6.1 | 89.6 | 1.9 | 107.4 | 7.9 |
| ピラクロホス | 87.7 | 1.7 | 113.1 | 5.0 | 98.7 | 11.4 | 110.4 | 2.3 | 88.5 | 3.3 | 125.6 | 9.2 |
| ベルメリン-1 | 86.6 | 1.9 | 110.9 | 6.2 | 95.5 | 4.7 | 119.4 | 1.5 | 91.5 | 1.8 | 122.0 | 10.1 |
| ベルメリン-2 | 83.9 | 2.0 | 110.5 | 3.3 | 94.7 | 5.4 | 116.1 | 2.7 | 89.9 | 1.0 | 129.6 | 7.1 |
| シフルリン-1 | 89.1 | 7.7 | 105.8 | 7.2 | 104.7 | 7.7 | * | - | 91.4 | 1.8 | 131.9 | 15.0 |
| シフルリン-2 | 86.9 | 5.9 | 114.5 | 6.3 | 96.5 | 10.8 | 114.9 | 1.7 | 91.6 | 7.6 | 144.1 | 10.3 |
| シフルリン-3 | 91.9 | 2.5 | 112.5 | 2.3 | 82.6 | 2.9 | 108.6 | 1.5 | 83.7 | 5.2 | 137.4 | 4.7 |
| シフルリン-4 | 87.0 | 6.8 | 109.4 | 4.8 | 102.4 | 3.1 | 112.4 | 1.1 | 89.5 | 6.6 | 131.6 | 9.8 |
| ハルフェンプロックス | 85.4 | 1.4 | 103.9 | 2.3 | 93.5 | 7.8 | 112.5 | 1.3 | 82.9 | 1.2 | 108.7 | 6.7 |
| シラフルオフエン | 90.4 | 2.9 | 106.0 | 2.7 | 96.8 | 8.5 | 102.1 | 0.9 | 95.3 | 2.1 | 93.4 | 6.9 |
| フェンハレレート-1 | 81.2 | 1.2 | 97.1 | 11.8 | 91.0 | 12.4 | 94.2 | 7.3 | 85.6 | 3.0 | 117.0 | 6.3 |
| フェンハレレート-2 | 90.5 | 5.2 | 138.0 | 10.6 | 99.6 | 5.6 | 115.9 | 4.9 | 82.7 | 1.7 | 128.7 | 10.5 |
| ジフェノコナゾール-1 | 95.1 | 0.9 | 117.0 | 1.9 | 105.8 | 4.6 | 109.2 | 3.2 | 92.1 | 4.0 | 118.3 | 6.7 |
| ジフェノコナゾール-2 | 96.2 | 2.1 | 112.4 | 0.9 | 103.5 | 6.0 | 101.3 | 2.6 | 91.2 | 8.2 | 119.4 | 8.6 |
| イミベンコナゾール | 82.9 | 2.1 | 104.3 | 6.4 | 91.6 | 3.4 | 99.1 | 0.7 | 87.6 | 6.0 | 115.4 | 9.5 |

* マトリックスの影響によりピークが確認できず

表4 添加回収実験結果(その3)

(%, n=3)

| 農 薬 名 | ばれいしょ | | トマト | | キャベツ | | ほうれん草 | | いちご | | 玄米 | |
|---------------|-------|-----|-------|-----|-------|-----|-------|------|-------|------|-------|------|
| | 回収率 | RSD | 回収率 | RSD | 回収率 | RSD | 回収率 | RSD | 回収率 | RSD | 回収率 | RSD |
| プロファミ | 63.4 | 0.7 | 63.7 | 3.8 | 72.0 | 4.8 | 72.2 | 5.0 | 71.9 | 3.3 | 72.7 | 1.0 |
| プロホキスル | 80.7 | 2.2 | 91.2 | 7.3 | 116.0 | 4.1 | 84.2 | 10.0 | 104.4 | 4.3 | 94.4 | 2.7 |
| プロバクロー | 70.5 | 0.9 | 75.7 | 6.5 | 80.3 | 3.5 | 78.3 | 6.2 | 81.2 | 3.9 | 77.0 | 2.5 |
| ジフェニルアミン | 63.3 | 2.0 | 75.0 | 5.5 | 78.9 | 3.9 | 88.3 | 6.6 | 72.0 | 2.7 | 72.8 | 4.2 |
| ベンフルラリン | 67.6 | 0.4 | 73.6 | 6.1 | 89.6 | 5.6 | 71.8 | 6.6 | 57.7 | 3.6 | 66.7 | 2.9 |
| ホレート | 43.1 | 2.4 | 60.1 | 6.0 | 80.0 | 5.7 | 72.4 | 7.5 | 72.1 | 4.4 | 58.0 | 0.6 |
| ジメエート | 85.1 | 2.1 | 90.6 | 6.4 | 111.4 | 7.5 | 82.2 | 9.9 | 96.7 | 1.0 | 92.5 | 3.7 |
| プロバジン | 84.7 | 1.2 | 91.9 | 7.2 | 99.0 | 4.9 | 83.0 | 8.8 | 92.2 | 2.9 | 89.2 | 2.1 |
| クロマゾン | 78.4 | 1.8 | 83.9 | 6.6 | 91.6 | 6.4 | 81.0 | 7.3 | 85.8 | 3.4 | 82.3 | 8.3 |
| プロバタンホス | 75.8 | 1.2 | 81.4 | 7.6 | 116.5 | 3.8 | 76.2 | 5.7 | 88.6 | 4.6 | 77.5 | 5.1 |
| プロピサミド | 78.2 | 0.5 | 81.1 | 5.7 | 114.8 | 2.9 | 82.0 | 4.8 | 87.6 | 2.9 | 80.2 | 2.2 |
| ピロキロン | 81.7 | 0.4 | 87.3 | 5.9 | 94.0 | 5.1 | 82.4 | 6.3 | 85.3 | 2.4 | 86.7 | 2.6 |
| ホスファミドン | 77.8 | 1.4 | 87.5 | 5.7 | 103.7 | 0.5 | 79.5 | 10.1 | 132.8 | 2.2 | 93.7 | 2.8 |
| プロバニル | 84.3 | 0.8 | 90.3 | 5.8 | 100.3 | 2.7 | 81.7 | 6.4 | 107.5 | 2.5 | 85.3 | 2.1 |
| シメリン | 81.3 | 0.8 | 85.5 | 6.5 | 98.9 | 4.4 | 81.5 | 8.6 | 101.7 | 2.9 | 86.3 | 1.7 |
| プロトリン | 80.0 | 0.6 | 82.3 | 6.0 | 87.0 | 4.4 | 79.2 | 5.1 | 97.5 | 3.1 | 83.3 | 1.7 |
| トリジンファン | 88.9 | 0.9 | 83.5 | 6.7 | 89.3 | 6.1 | 79.5 | 3.9 | 93.0 | 3.5 | 82.0 | 2.4 |
| フィプロニル | 81.5 | 2.4 | 89.7 | 8.1 | 92.1 | 7.9 | 79.0 | 7.3 | 109.2 | 4.4 | 85.2 | 5.5 |
| アレスリン | 87.4 | 4.9 | 91.1 | 4.4 | 85.2 | 4.2 | 81.9 | 9.5 | 101.3 | 6.7 | 94.6 | 2.4 |
| ピオアレスリン | 87.4 | 2.4 | 89.6 | 8.6 | 88.9 | 4.7 | 82.1 | 6.5 | 103.4 | 3.3 | 89.0 | 0.4 |
| プロシミドン | 84.2 | 0.4 | 92.1 | 7.0 | 94.4 | 5.7 | 83.4 | 5.4 | 89.0 | 3.2 | 95.7 | 3.7 |
| ゾキサミド(熱分解生成物) | 90.7 | 4.2 | 79.2 | 8.6 | 77.2 | 5.8 | 75.3 | 4.5 | 84.3 | 39.6 | * | - |
| ブタミホス | 77.5 | 0.8 | 85.0 | 4.3 | 89.5 | 3.8 | 84.6 | 9.8 | 81.1 | 1.1 | 79.3 | 1.7 |
| プロフェノホス | 82.6 | 3.1 | 88.0 | 7.1 | 105.5 | 5.3 | 90.1 | 9.6 | 99.2 | 5.9 | 93.3 | 4.8 |
| チフルサミド | 86.1 | 1.1 | 92.8 | 5.1 | 87.6 | 3.9 | 92.2 | 7.3 | 102.5 | 2.9 | 92.7 | 1.0 |
| オキシフルオルフェン | 77.8 | 0.5 | 82.1 | 7.9 | 89.3 | 6.1 | 80.5 | 6.3 | 79.8 | 0.3 | 78.4 | 0.7 |
| ブヒリメート | 78.5 | 4.2 | 87.6 | 5.8 | 87.9 | 4.6 | 87.6 | 9.5 | 94.0 | 2.8 | 87.2 | 1.1 |
| クレソキシムメチル | 80.7 | 1.5 | 91.1 | 6.5 | 90.0 | 4.2 | 86.9 | 7.4 | 92.8 | 3.4 | 85.6 | 0.4 |
| アザコナゾール | 78.8 | 1.8 | 80.8 | 6.2 | 84.9 | 9.3 | 87.6 | 7.9 | 87.1 | 3.2 | 88.5 | 4.8 |
| クロルフェナビル | 87.8 | 6.5 | 98.8 | 3.1 | 87.6 | 2.7 | 85.8 | 3.3 | 85.5 | 3.0 | 88.1 | 7.5 |
| ピリミナバックメチル-Z | 81.2 | 2.1 | 87.0 | 7.4 | 93.2 | 5.4 | 84.3 | 9.6 | 97.4 | 3.1 | 85.6 | 1.8 |
| オキサジキシル | 77.9 | 1.6 | 83.8 | 7.3 | 85.9 | 3.8 | 85.3 | 7.0 | 93.5 | 3.8 | 91.1 | 2.6 |
| トリアゾホス | 80.9 | 2.3 | 88.3 | 7.8 | 85.7 | 5.2 | 97.7 | 8.5 | 91.9 | 3.7 | 97.4 | 3.3 |
| ファミフル | 86.1 | 2.8 | 94.5 | 7.1 | 95.4 | 4.7 | 89.1 | 9.4 | 97.2 | 3.8 | 106.8 | 4.9 |
| ノルフルラゾン | 82.6 | 2.6 | 89.5 | 7.1 | 88.6 | 5.6 | 89.9 | 9.6 | 94.6 | 5.1 | 92.6 | 1.5 |
| ピリミナバックメチル-E | 81.4 | 2.4 | 85.5 | 7.2 | 83.1 | 5.4 | 87.9 | 9.6 | 92.3 | 1.9 | 92.3 | 1.9 |
| ジオフェノラン-1 | 89.3 | 2.1 | 94.6 | 6.5 | 91.4 | 4.4 | 90.5 | 6.2 | 95.6 | 2.0 | 91.8 | 0.6 |
| ジオフェノラン-2 | 88.8 | 1.1 | 94.1 | 6.0 | 90.8 | 4.4 | 87.8 | 6.3 | 93.2 | 1.8 | 92.4 | 0.9 |
| ヘキサジノン | 87.8 | 2.0 | 94.8 | 6.5 | 91.3 | 6.0 | 95.7 | 2.4 | 90.1 | 6.5 | 99.7 | 2.3 |
| ジクロホップメチル | 86.5 | 1.3 | 94.6 | 5.5 | 91.6 | 5.7 | 88.6 | 6.9 | 93.9 | 3.1 | 92.6 | 2.6 |
| プロパルキット | 89.6 | 3.2 | 98.4 | 2.6 | 94.7 | 2.7 | 90.6 | 5.1 | 97.4 | 2.0 | 95.2 | 2.3 |
| ゾキサミド | 90.6 | 6.8 | 100.6 | 6.2 | 98.9 | 5.9 | 107.8 | 9.0 | 96.2 | 9.2 | 109.5 | 2.6 |
| ピリダフェンチオン | 80.3 | 2.0 | 93.3 | 8.5 | 89.6 | 5.4 | 87.4 | 9.6 | 74.8 | 4.5 | 94.9 | 1.3 |
| ピフェントリン | 87.6 | 1.9 | 94.2 | 6.3 | 89.8 | 4.3 | 91.0 | 6.2 | 93.2 | 3.3 | 85.3 | 0.4 |
| ホスメット | 84.8 | 2.0 | 97.2 | 6.2 | 96.7 | 3.7 | 90.3 | 8.0 | 85.1 | 3.4 | 107.4 | 2.5 |
| ピコリナフェン | 87.8 | 1.3 | 93.4 | 6.9 | 86.1 | 4.1 | 89.4 | 7.8 | 94.1 | 3.6 | 92.9 | 1.6 |
| ピペロホス | 82.1 | 2.5 | 91.0 | 6.4 | 84.7 | 5.3 | 94.6 | 9.5 | 86.9 | 1.4 | 97.0 | 0.4 |
| プロモプロピレート | 82.9 | 1.1 | 93.9 | 6.4 | 88.1 | 6.3 | 100.0 | 8.3 | 93.6 | 6.6 | 99.1 | 5.2 |
| メキシクロール | 87.6 | 2.0 | 95.8 | 7.0 | 91.7 | 3.7 | 95.0 | 6.9 | 87.7 | 2.6 | 97.1 | 0.8 |
| フェンアミドン | 77.5 | 1.2 | 89.8 | 7.7 | 92.0 | 3.0 | 94.1 | 6.5 | 89.1 | 2.1 | 92.3 | 2.2 |
| フェトリン-1 | 90.5 | 1.0 | 91.3 | 7.2 | 92.5 | 4.1 | 90.8 | 0.9 | 94.9 | 5.1 | 94.3 | 0.9 |
| フェトリン-2 | 87.4 | 2.1 | 94.1 | 7.8 | 90.0 | 4.1 | 90.0 | 5.4 | 94.0 | 2.4 | 87.9 | 0.9 |
| アジンホスメチル | 88.0 | 3.3 | 105.0 | 5.5 | 95.6 | 5.5 | 108.6 | 10.1 | 84.8 | 4.4 | 92.5 | 10.1 |
| ピラゾホス | 82.0 | 2.0 | 93.2 | 7.6 | 85.3 | 5.2 | 97.9 | 9.1 | 84.1 | 3.7 | 99.6 | 3.1 |
| フルキンコナゾール | 76.3 | 2.9 | 96.2 | 7.3 | 93.6 | 7.4 | 103.2 | 6.4 | 85.5 | 1.6 | 119.4 | 4.1 |
| フェンブコナゾール | 88.7 | 5.8 | 103.9 | 7.0 | 100.0 | 7.8 | 106.3 | 6.2 | 90.8 | 2.0 | 98.2 | 8.1 |
| フルミクロラックペンチル | 83.9 | 1.2 | 101.7 | 5.5 | 92.5 | 4.9 | 94.0 | 7.3 | 86.1 | 0.7 | 105.9 | 2.1 |

* 測定途中で分解率が大きく変動したため、ゾキサミドとその熱分解生成物の和により回収率を求めた

表5 農産物中残留農薬実態調査結果

| | 検体数 | 検出数 | 検出農薬名及び検出値(ppm) | 基準値(ppm) | 時期 |
|-------------|-----|-----|---|--|----------------------|
| (野菜) | | | | | |
| トマト | 4 | 3 | ①ピリダベン:0.03 ②ジエトフェンカルブ:0.06, クロタロニル:0.02 ③ピリダベン:0.06, プロシトリン:0.19 | ピリダベン:1.0 ジエトフェンカルブ:5.0, クロタロニル:5 ピリダベン:1.0, プロシトリン:5 | 5月 5月 7月 |
| スナックエンドウ | 2 | 2 | ①フルシラゾール:0.05 ②ミクロブタニル:0.09, トリアジメノール:0.14 クレスキシメチル:0.02 | フルシラゾール(-) ミクロブタニル(1.0), トリアジメノール(-) クレスキシメチル(-) | 5月 5月 |
| アスパラガス | 3 | 1 | ①クロタロニル:0.03 | クロタロニル:2 | 7月 |
| きゅうり | 3 | 2 | ①プロシトリン:0.16 ②オキサジキシル:0.03 | プロシトリン:5 オキサジキシル:5(暫定) | 7月 7月 |
| ねぎ | 4 | 2 | ①EPN:1.8, クロルフェナピル:0.15 ②EPN:1.5, フルトラニル:0.06 プロシトリン:0.03 | EPN:0.1, クロルフェナピル:3(暫定) EPN:0.1, フルトラニル:2.0 プロシトリン:5 | 9月 11月 |
| はくさい | 2 | 1 | ①クロタロニル:0.08, アセタミプリト:0.18 | クロタロニル:2, アセタミプリト:5 | 11月 |
| いんげん | 2 | 1 | ①オキサジキシル:0.01 | オキサジキシル:5(暫定) | 9月 |
| ほうれん草 | 3 | 1 | ①ピリダベン:0.45, クロタロニル:2.8 | ピリダベン:なし, クロタロニル:4(暫定) | 11月 |
| (果実) | | | | | |
| ぶどう | 5 | 4 | ①フルハリネート:0.02, クレスキシメチル:0.03 ②ペルメリン:0.04 ③ペルメリン:0.01, クレスキシメチル:0.20 ④クレスキシメチル:0.03 | フルハリネート:2.0, クレスキシメチル:15 ペルメリン:5.0 ペルメリン:5.0, クレスキシメチル:15 クレスキシメチル:15 | 7月 7月 9月 9月 |
| なし | 2 | 1 | ①ピテルタノール:0.02, クレスキシメチル:0.02 クロタロニル:0.01 | ピテルタノール:0.6, クレスキシメチル:5 クロタロニル:0.5 | 9月 |
| りんご | 2 | 2 | ①シハロリン:0.03, クロルピリホス:0.02 ②キャプタン:0.05 | シハロリン:0.4, クロルピリホス1.0 キャプタン:5.0 | 11月 11月 |

表的な農産物による添加回収実験は行っている)

⑤再検査(n=3)

今回の事例の場合は次のとおりであった。

①図 1 及び 2 に示すとおり試料と標準品のマススペクトルは良く一致しており、それぞれの農薬であると判断した。

②EPNは GC-FPD、ピリダベンは GC-ECD で測定を行ったが、それぞれの標準品と同じ RT にピークを認めた。

③ 200ppb の濃度でそれぞれ積分値を比較したところ、ほぼ一致し、標準品に劣化等がないことを確認した。

④それぞれの添加回収実験結果は表 6 に示すとおりで、回収率は 70 ~ 120%の範囲に有り、RSD も 10%以下で良好に回収された。なお、添加濃度は 0.1 μg/g で行った。

①再検査結果は表 7 に示すとおりで、測定値のバラツキも少なかった。

(2) 果物

3 種類の農産物から 8 種類の農薬が検出された。その濃度範囲は 0.01 ~ 0.05ppm であった。なお、果物については、食品衛生法の基準値を超えて検出された農薬はなかった。

表6 添加回収実験結果 (%) n=3

| 農産物 | 農薬 | 回収率 | RSD |
|-------|-------|-------|-----|
| ねぎ*1 | EPN | 91.3 | 4.6 |
| ねぎ*2 | EPN | 100.2 | 5.8 |
| ほうれん草 | ピリダベン | 116.1 | 3.5 |

*1)9 月期 *2)11 月期

表7 再検査結果 n=3

| 農産物 | 農薬 | 測定値(ppm) | RSD(%) |
|-------|-------|----------|--------|
| ねぎ*1 | EPN | 1.8 | 7.7 |
| ねぎ*2 | EPN | 1.5 | 7.2 |
| ほうれん草 | ピリダベン | 0.45 | 1.4 |

*1)9 月分 *2)11 月分

(3) 玄米

検出された農薬はなかった。

まとめ

今回、GC/MSによる農産物中の残留農薬の一斉分析法の検討を行ったところ、135種類の化合物の分析が可能であった。しかしながら、混合標準溶液の中には、代謝物を含まなかったり、異性体がそろっていない等があり、農薬数としては約120農薬が分析可能と考えられた。なお、本分析法による報告下限値は0.01ppm(アセタミプリドは0.05ppm)とした。

また、本分析法とGC-ECDによる個別分析法を用いて、県内で購入された農産物61検体について調査を行ったところ、20検体より19種類の農薬が検出された。この内、ねぎ2検体及びほうれん草1検体で食品衛生法の基準値を超える事例があった。関係行政機関の方で調査・指導が行われ、回収措置等がなされた。

今後は、更にGC/MSによる一斉分析法の検討を進め、LC/MS/MSによる一斉分析法についても検討予定である。

参考文献

- 1) 本村秀章, 他: 農産物中の残留農薬, 長崎県衛生公害研究所報, 50, 18 ~ 23(2004)
- 2) 本村秀章, 他: 農産物中の残留農薬調査(2005年度), 長崎県衛生公害研究所報, 51, 86 ~ 88 (2005)
- 3) 本村秀章, 他: 農産物中のクロロタロニル, キャプタン, カプタホール, ジクロフルアニド及びホルペットの分析法の検討, 長崎県衛生公害研究所報, 50, 24 ~ 28(2004)
- 4) 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知”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について(一部改正)”平成17年11月29日, 食安発第1129002号
- 5) 根元了, 他: GC/MS(SIM)による農産物中110農薬の一斉分析法, 食衛誌, 41, 233 ~ 241(2000)

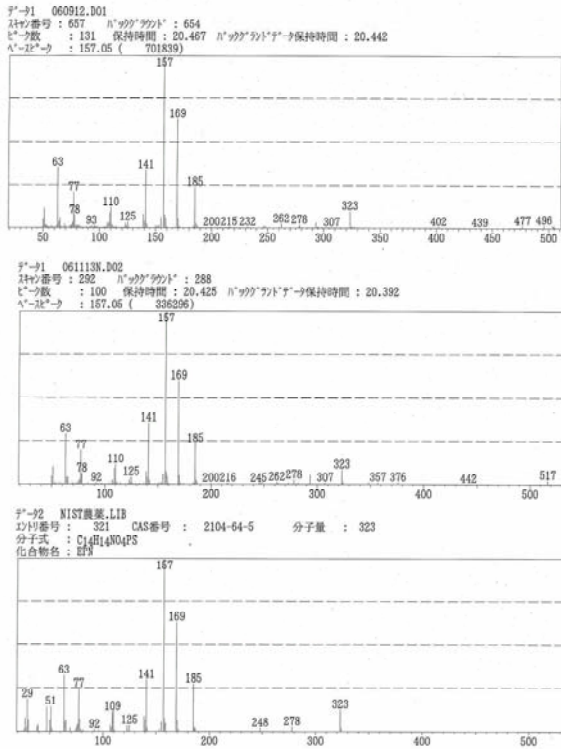


図1 試料(ねぎ)と標準品のマススペクトル (上段: 9月分, 中段: 11月分, 下段: EPN)

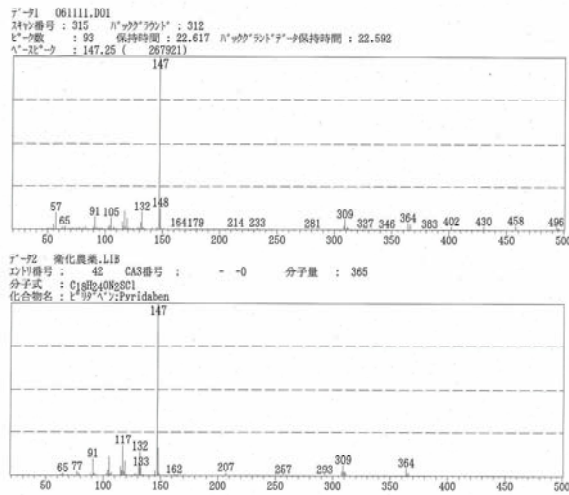


図2 試料(ほうれん草)と標準品のマススペクトル (上段: 試料, 下段: ピリダベン)