

加工食品中残留農薬の STQ 法による分析適合性の検討
○島三記絵、小西賢治、川上正美、松尾俊介、佐々野僚一、斎藤勲
(株式会社アイスティサイエンス)

【目的】

筆者らは残留農薬一斉分析法である STQ 法を提案し、回収率・再現性の検討を行ってきたが、その多くは野菜、果実、穀類、豆類等であり、加工食品での分析事例は少ない。STQ 法は基本となる方法から試料に応じて抽出方法、使用する固相や溶出溶媒を変更して回収率と精製効果の向上が特長の一つとなっている。そこで今回マトリクスの異なる加工食品について STQ 法によりそれぞれの試料に適した前処理を行い、加工食品に対するその分析適合性を検討した。

【方法】

1. 試料

サンドイッチ(ミックスサンド)、冷凍餃子、青汁(大麦若葉粉末)、赤ワイン(いずれも市販品)

2. 試薬

標準溶液 : PL2005 農薬 GC/MS Mix I ~ VI,7(林純薬工業株式会社)

固相カートリッジ : Smart-SPE C18-50 mg、C18-30 mg、PSA-30 mg
(アイスティサイエンス)

3. 装置

全自動固相抽出装置 ST-L400(アイスティサイエンス)

大容量凍結粉碎機(アイスティサイエンス)

大量注入口装置 LVI-S250(アイスティサイエンス)

GCMS-TQ8040(島津製作所)

4. 実験方法

STQ 法(GC-B 法)により前処理を行った試料を GC-MS/MS で測定した。

4-1. 前処理

(1)サンドイッチ(水分含量 : 約 60 %)

予冷式ドライアイス凍結粉碎法にて均一に粉碎した試料を 10 g 秤量し、水 4 mL を添加したのち図 1-1 のフローに従って前処理を行った。精製は全自動固相抽出装置 ST-L400 にて C18-50 mg(2 個)、PSA-30 mgを用いて行った。

(2)冷凍餃子(水分含量 : 59.3 % 出典 : 日本食品標準成分表 2015 年版七訂)

予冷式ドライアイス凍結粉碎法にて均一に粉碎した試料を 5 g 秤量し、水 7 mL を添

加したのち図 1-2 のフローに従って前処理を行った。精製は全自動固相抽出装置 ST-L400 にて C18-50 mg(2 個)、PSA-30 mg を用いて行った。C18-50 mg+PSA-30 mg から
の溶出にはアセトン-ヘキサン(10/90)を用いた。

(3)青汁(水分含量：0 %と仮定)

乾燥粉末品である試料を 2 g 秤量し、水 10 mL を添加したのち図 1-3 のフローに従
って前処理を行った。精製は全自動固相抽出装置 ST-L400 にて C18-50 mg(2 個)、PSA-
30 mg を用いて行った。

(4)赤ワイン(水分含量：88.7 % 出典：日本食品標準成分表 2015 年版七訂)

試料を 10 g 秤量し、図 1-4 のフローに従って前処理を行った。繰り返し抽出定容法
にて抽出・定容を行い、精製は全自動固相抽出装置 ST-L400 にて C18-30 mg、C18-50
mg 及び PSA-30 mg を用いて行った。

4-2. 添加回収試験

各試料とも一律基準値濃度(0.01 ppm)になるよう標準溶液を添加した。

添加回収試験は分析者 3 名が 1 日 2 回、2 日間分析し、合計 12 回の分析値から真度
(回収率)と併行精度(RSD%)及び室内精度(RSD%)を算出した。

4-3. 測定条件

注入口温度	70 °C(0.16min)-120 °C/min-240 °C-50 °C/min-290 °C(26min)
注入法	大量注入法
注入量	25 µL
ガス制御	カラム流量, 1.2 mL/min
プレカラム	不活性シリカキャピラリーチューブ 0.5m×0.250 mm I.D. , 0.350 mm O.D. (ジーエルサイエンス)
カラム	VF-5ms, 30 m ×0.25 mm I.D., 0.25 µm(アジレント・テクノロジー)
オープン温度	60 °C(4min)-25 °C/min-125 °C(0min) -10 °C/min-310 °C(8min)
インターフェース温度	290 °C
MS 条件	MRM

【結果と考察】

添加回収試験結果は「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」¹⁾を参考に評価した。真度(回収率)分布を図 2 に、真度(回収率)と併行精度(RSD%)
及び室内精度(RSD%)を表 1 に示す。添加濃度が 0.01 ppm の場合目標値は真度(回収
率)70~120 %、併行精度(RSD%)25 %未満、室内精度(RSD%)30 %未満であり、これ
を満たす成分について STQ 法での適合性があると評価した。なお真度(回収率)の算出に
ついてはフェナントレン-d 体による回収率補正は行っていない。その結果対象とした
325 成分のうち各試料とも 9 割以上の成分で上記条件を満たす良好な結果が得られた。

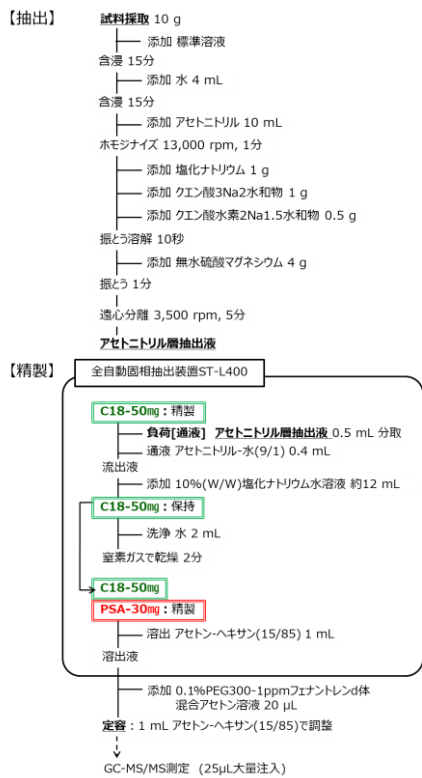


図 1-1 前処理フロー サンドイッチ

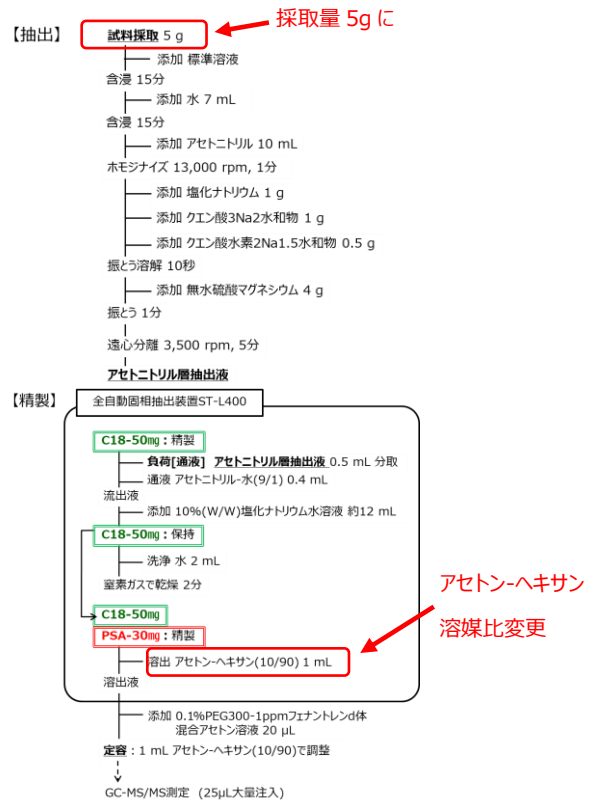


図 1-2 前処理フロー 冷凍餃子

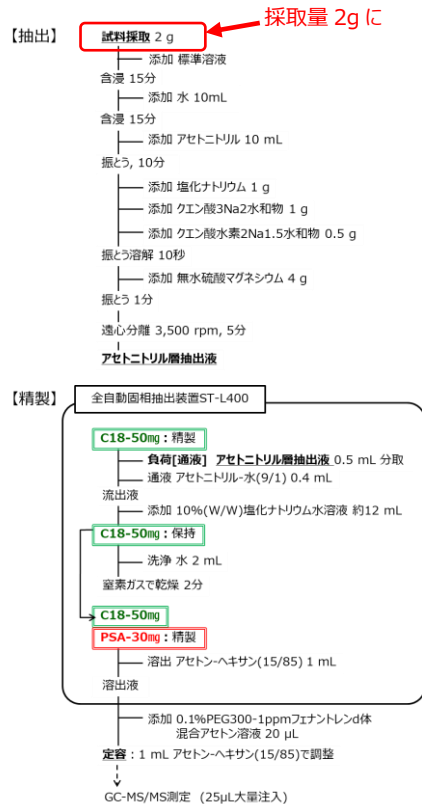


図 1-3 前処理フロー 青汁

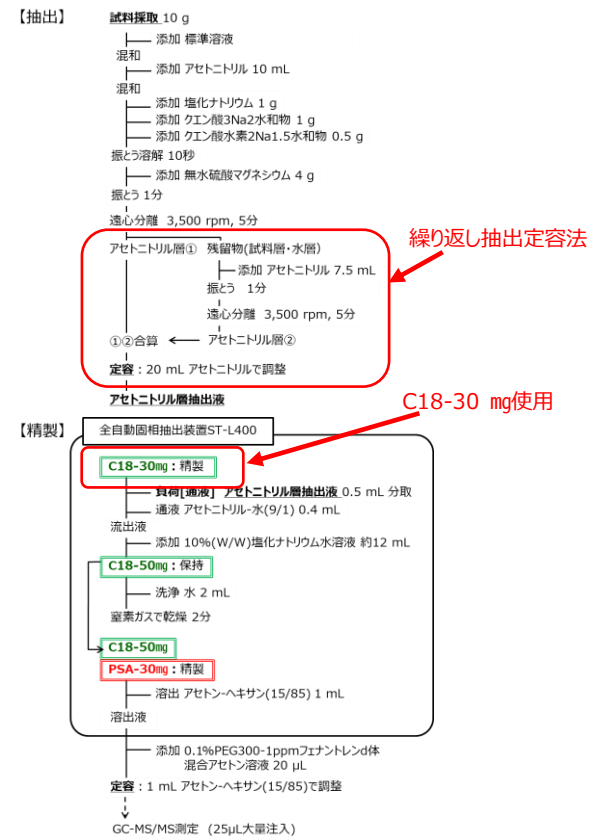


図 1-4 前処理フロー 赤ワイン

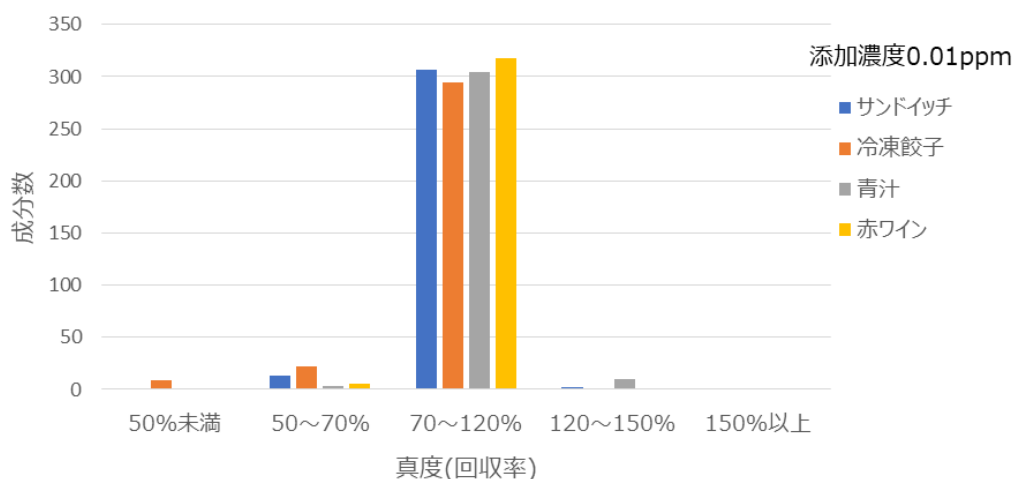


図2 各試料の真度(回収率)分布

全ての試料においてアリドクロール、クリミジン、フルジオキソニルは回収率が70%未満であった。アリドクロール、クリミジンは比較的極性が高いためGC-B法におけるC18-50 mgでの保持が弱かったと推測され、LC-MS/MS対象とした方が適していると考えられる。

(1) サンドイッチ

パン、トマト、タマゴ、ポテトサラダ、ハム、キュウリ、チーズ等が含まれており均一性を確保するため凍結粉碎した試料を用いた(図3)。プロシミドンが未知試料由来ピークにより評価ができなかったが307成分で目標値を満たす良好な結果が得られた。



サンドイッチ



冷凍餃子

図3. 凍結粉碎した試料

(2) 冷凍餃子

野菜、食肉、小麦粉、豚脂等が含まれており均一性を確保するため凍結粉碎した試料を用いた(図3)。凍結粉碎試料ではその均一性により秤量誤差を低減できる。冷凍餃子では試料由来のマトリクスの影響を減らす目的で試料採取量を5gとした。

精製ではC18-50 mg+PSA-30 mgからの溶出にアセトン-ヘキサン(15/85)を用いたところファモキサドン、ジメトモルフ、イミベンコナゾール、フルチアセトメチルと保持時間が25分以降の成分でピーク形状が悪化し保持時間が後ろにずれた。この付近に

原材料に含まれるゴマ油由来のセサミンのピークが大きく検出されたことが影響している可能性がある。溶出溶媒をアセトン-ヘキサン(10/90)に変更したところピーク形状及び保持時間のずれは改善された(図 4)が、一方でレナシルやレプトホス等親水性の農薬 24 成分で回収率が 70 %未満 (そのうち 17 成分は 50~60 %台)となった。その結果 293 成分で目標値を満たす良好な値が得られた。

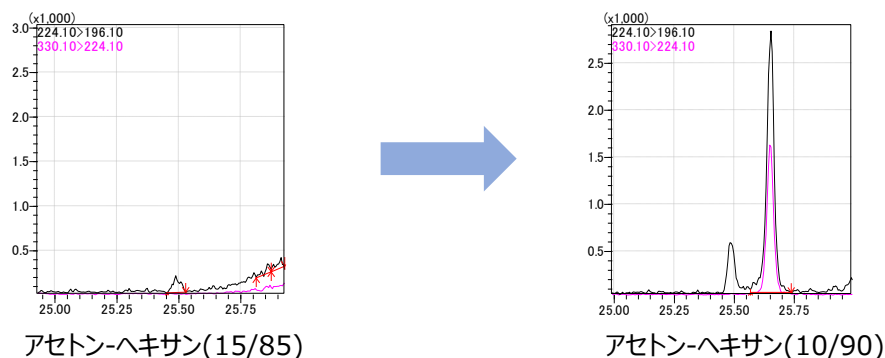


図 4. 溶出溶媒の違いによるピークの形状及び保持時間のずれ(例：ファモキサドン)

(3)青汁

試料採取量が 2 g であるため添加濃度を試料中 0.01 ppm にした場合バイアル中の測定濃度が 1 ppb となりより高感度での測定が求められるが大量注入を行うことで 301 成分で目標値を満たす良好な結果が得られた。一部、試料由来ピークの影響を受けやすくカルベタミド、クロルフェナピルなど 8 成分で評価ができなかった。

(4)赤ワイン

試料 10 g にアセトニトリル 10 mL を添加し続いて塩類を添加して振とう、遠心分離したところアセトニトリル層が約 12 mL となった。これは試料に含まれるエタノール(試料のアルコール分 11 %) がアセトニトリルに移行したためと推測される。そこで遠心分離後の残留物にアセトニトリル 7.5 mL を添加して繰り返し抽出を行い合算した抽出液を 20 mL に定容し定量性を確保した(図 1-4)。その結果 318 成分で目標値を満たす良好な結果が得られた。

【まとめ】

残留農薬一斉分析法である STQ 法(GC-B 法)を用いて加工食品の分析適合性を検討した。今回用いた試料では対象成分の 9 割以上で妥当性評価ガイドラインの目標値を満たすことができ、STQ 法は一律基準値添加濃度(0.01 ppm)における加工食品にも適合できる分析法であることが示唆された。今後は更に異なる試料で検討する予定である。

【参考資料】

1)厚生労働省：医薬食品局食品安全部発 第 1115001 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

表1 添加回収試験結果

添加濃度:0.01ppm(試料中)

No.	成分名	サンドイッチ				冷凍餃子				青汁				赤ワイン			
		真度 ¹⁾		併行精度	室内精度	評価	真度 ¹⁾		併行精度	室内精度	評価	真度 ¹⁾		併行精度	室内精度	評価	
		(回収率)	(RSD%)				(RSD%)	(回収率)				(RSD%)	(RSD%)				(回収率)
1	1,1-シクロ-2,2-ビス(4-エチルフェニル)エタン	76	3	4	○	77	6	9	○	97	4	9	○	78	7	9	○
2	alpha-BHC	85	5	5	○	89	5	9	○	111	5	11	○	95	6	7	○
3	beta-BHC	86	4	4	○	88	7	8	○	111	4	5	○	95	3	6	○
4	gamma-BHC (リンデン)	83	5	5	○	91	6	8	○	101	8	11	○	91	5	8	○
5	delta-BHC	87	4	6	○	86	7	12	○	103	6	7	○	89	5	7	○
6	alpha-エンドスルファン	77	7	10	○	74	13	19	○	108	12	15	○	81	7	14	○
7	beta-エンドスルファン	79	14	15	○	75	6	10	○	101	13	16	○	85	12	14	○
8	DCIP	82	6	6	○	82	6	11	○	86	6	12	○	85	5	8	○
9	EPN	95	3	4	○	86	5	6	○	112	4	5	○	81	3	7	○
10	EPTC	82	3	4	○	84	5	12	○	93	8	10	○	87	4	6	○
11	MCPAチオエチル	80	5	5	○	87	9	12	○	96	6	14	○	88	7	9	○
12	MCPBエチル	86	4	5	○	87	4	11	○	96	5	9	○	88	4	7	○
13	TCMTB	84	6	12	○	60	7	18	○	89	20	27	○	85	4	7	○
14	XMC	102	4	8	○	94	5	9	○	106	7	15	○	90	4	8	○
15	アザコナゾール	89	3	4	○	70	7	10	○	94	3	10	○	83	4	5	○
16	アジンホスエチル	95	4	6	○	91	4	9	○	110	9	10	○	91	5	6	○
17	アジンホスメチル	124	2	5	○	90	6	6	○	125	19	19	○	86	5	7	○
18	アセトクロール	96	2	8	○	88	8	10	○	111	5	9	○	95	4	7	○
19	アトラジン	94	4	5	○	89	6	10	○	101	8	15	○	96	8	10	○
20	アニコホス	97	5	8	○	89	6	7	○	110	5	13	○	88	6	7	○
21	アマトリン	91	3	7	○	87	5	8	○	100	6	11	○	89	6	6	○
22	アラクロール	99	3	3	○	90	6	11	○	107	4	9	○	93	5	7	○
23	アリドクロール	53	4	5	○	54	8	13	○	50	9	9	○	54	5	10	○
24	イザゾホス	96	5	6	○	95	5	10	○	98	5	12	○	95	8	8	○
25	イソカルボホス	104	4	7	○	87	11	14	○	119	19	30	○	97	11	12	○
26	イソキサジフェンエチル	102	3	4	○	92	5	10	○	107	7	14	○	89	5	5	○
27	イソキサジオン	98	4	5	○	89	5	9	○	111	7	10	○	81	5	6	○
28	イソフェンホス	98	3	5	○	89	3	8	○	105	5	8	○	87	5	5	○
29	イソフェンホスオキシソ	102	3	4	○	89	5	8	○	106	3	9	○	90	4	6	○
30	イソプロカルブ	100	3	4	○	92	5	8	○	103	3	7	○	92	4	8	○
31	イソプロチオラン	95	5	6	○	93	7	11	○	117	6	9	○	93	6	8	○
32	イプロシオン	101	8	10	○	90	13	17	○	111	14	26	○	86	14	14	○
33	イプロベンホス	96	4	5	○	93	5	7	○	99	2	8	○	94	5	7	○
34	イメベンコナゾール	93	4	6	○	77	6	10	○	108	2	10	○	78	5	6	○
35	インダノファン	99	6	7	○	86	6	10	○	108	6	11	○	87	5	7	○
36	インドキサカルブ	98	4	5	○	87	5	10	○	115	5	11	○	80	4	5	○
37	ウニコゾール(ウニコゾールP)	97	4	6	○	69	4	8	○	91	8	11	○	87	7	7	○
38	エスプロカルブ	85	3	3	○	83	5	6	○	98	4	8	○	86	4	5	○
39	エタルフルラン	95	4	6	○	92	7	8	○	112	3	16	○	81	5	6	○
40	エチオン	99	4	5	○	85	4	7	○	107	4	11	○	79	5	6	○
41	エチクロセート	72	9	9	○	23	15	16	○	75	11	13	○	66	8	9	○
42	エチフェンホス	96	3	4	○	93	5	7	○	103	3	8	○	90	5	6	○
43	エトフェンロックス	72	4	5	○	71	5	8	○	90	4	10	○	76	6	6	○
44	エトフメセート	103	3	6	○	92	5	10	○	102	6	10	○	93	5	6	○
45	エトプロホス	102	3	5	○	93	6	8	○	120	5	10	○	94	3	8	○
46	エトベンザニド	91	3	4	○	82	12	15	○	105	6	6	○	88	4	6	○
47	エトリンアゾール	82	3	4	○	84	6	10	○	94	6	12	○	93	6	9	○
48	エトリムホス	91	5	6	○	89	4	6	○	101	7	9	○	95	6	6	○
49	エホキシコナゾール	94	3	3	○	84	5	10	○	101	4	12	○	88	3	7	○
50	エンドスルファンスルファート	102	8	16	○	91	17	18	○	98	28	29	○	85	13	23	○
51	オキサジソン	90	6	6	○	81	9	10	○	98	5	7	○	81	6	6	○
52	オキサジキシル	85	4	4	○	63	8	11	○	87	5	8	○	74	5	10	○
53	オキサベトリニル	112	5	10	○	116	19	21	○	102	11	19	○	91	12	24	○
54	オキシフルオルフェン	92	7	8	○	88	6	10	○	115	8	20	○	79	6	10	○
55	オキサホコナゾール	96	3	5	○	72	12	23	○	95	7	10	○	84	4	6	○
56	オルトフェニルフェノール	88	7	8	○	51	10	12	○	105	6	11	○	81	3	5	○
57	オキサホス	98	3	4	○	95	5	9	○	125	6	12	○	94	5	5	○
58	オフェンストロール	102	6	6	○	90	5	9	○	111	8	11	○	88	4	5	○
59	カルフェントラゾンエチル	102	2	3	○	88	6	9	○	112	1	10	○	90	5	5	○
60	カルヘタミド	76	2	5	○	46	10	11	○	-	-	-	○	72	6	7	○
61	カルホキシソ	94	6	6	○	82	5	9	○	82	10	17	○	88	4	5	○
62	カルホフェチオン	83	4	5	○	78	5	11	○	107	4	8	○	78	4	7	○
63	カルホフラン	102	2	3	○	98	5	6	○	115	4	7	○	96	2	6	○
64	キサロキプロピル(キサロキプロピルPエチル)	96	3	3	○	84	4	8	○	103	4	7	○	84	4	4	○
65	キシリルカルブ	97	3	4	○	92	5	10	○	105	6	12	○	92	3	9	○
66	キシロホス	92	5	5	○	96	5	8	○	106	5	7	○	90	6	7	○
67	キノキシフェン	62	4	5	○	74	5	9	○	95	6	9	○	84	5	7	○
68	キノクラミン	86	5	6	○	75	9	11	○	116	9	10	○	81	3	5	○
69	キノメチオネート	59	5	9	○	69	7	7	○	94	9	12	○	79	5	6	○
70	キノトゼン	66	5	9	○	79	9	16	○	102	8	15	○	81	10	10	○
71	クリミジン	33	6	10	○	45	9	9	○	53	6	12	○	34	6	11	○
72	クロキシメチル	99	4	5	○	92	9	10	○	105	7	7	○	91	5	8	○
73	クロソリネート	99	5	7	○	92	6	9	○	103	14	15	○	89	6	10	○
74	クロマソソ	102	3	4	○	100	5	11	○	111	3	8	○	96	6	6	○
75	クロトキシフェン(クロトキシニル)	92	6	7	○	86	5	9	○	103	9	15	○	81	8	10	○

-:未知試料由来ピークにより評価ができなかった成分

1)フェナントレン-d体による真度(回収率)の補正は行っていない

表1 添加回収試験結果

添加濃度:0.01ppm(試料中)

No.	成分名	サンドイッチ			冷凍餃子			青汁			赤ワイン						
		真度 ¹⁾ (回収率)	併行精度	室内精度	評価	真度 ¹⁾ (回収率)	併行精度	室内精度	評価	真度 ¹⁾ (回収率)	併行精度	室内精度	評価				
		(%)	(RSD%)	(RSD%)		(%)	(RSD%)	(RSD%)		(%)	(RSD%)	(RSD%)		(%)	(RSD%)	(RSD%)	
76	クロムロップ	89	4	6	○	86	5	5	○	103	8	14	○	85	7	7	○
77	クロロエトキシホス	84	3	4	○	83	6	8	○	100	4	9	○	81	6	7	○
78	クロルタールジメチル	89	4	4	○	90	6	8	○	102	5	7	○	92	7	8	○
79	クロロニトロフェン	77	6	8	○	76	5	8	○	112	8	12	○	81	8	9	○
80	クロロピリホス	83	4	5	○	85	6	8	○	109	12	18	○	85	6	6	○
81	クロロピリホスメチル	87	4	4	○	88	7	8	○	101	3	10	○	88	4	7	○
82	クロルフェナビル	95	12	14	○	81	13	19	○	-	-	-		84	14	22	○
83	クロルフェンソ	88	2	3	○	84	6	7	○	101	4	7	○	86	5	5	○
84	(E)-クロルフェンホス	101	4	6	○	86	6	7	○	106	5	12	○	90	6	7	○
85	(Z)-クロルフェンホス	95	5	6	○	92	7	9	○	98	5	9	○	95	5	6	○
86	クロルブファム	103	6	8	○	96	5	14	○	112	9	14	○	100	4	14	○
87	クロルプロパム	92	4	7	○	86	6	6	○	114	6	7	○	85	5	9	○
88	クロルベンジド	62	7	7	○	73	4	9	○	98	4	13	○	77	6	6	○
89	クロルベンジレート	87	4	4	○	83	5	8	○	99	10	10	○	83	6	6	○
90	クロルメホス	91	2	5	○	90	5	10	○	97	4	10	○	91	5	6	○
91	クロルネフ	87	3	4	○	86	7	13	○	95	5	8	○	91	6	7	○
92	クロルプロピレート	86	4	5	○	82	5	9	○	101	7	9	○	83	4	5	○
93	シアナジン	94	8	8	○	77	12	12	○	109	7	20	○	89	10	13	○
94	シアノフェンホス	99	3	5	○	98	7	8	○	105	9	11	○	90	5	8	○
95	シアノホス	97	3	4	○	96	4	10	○	98	8	8	○	97	5	9	○
96	シアリホス	90	4	4	○	89	6	8	○	105	5	12	○	87	7	8	○
97	ジエトフェンカルブ	100	3	4	○	94	6	8	○	110	5	13	○	96	4	6	○
98	ジオキササチオン	96	2	4	○	90	3	8	○	102	9	12	○	82	6	8	○
99	ジオキサベンゾホス(サリチオン)	102	4	6	○	96	7	10	○	117	7	8	○	95	4	7	○
100	ジクロシメット-1	95	8	9	○	92	6	9	○	96	8	8	○	91	4	6	○
101	ジクロシメット-2	97	3	5	○	89	5	10	○	103	3	15	○	90	3	6	○
102	ジクロフェンチオン	83	3	4	○	81	6	7	○	96	3	7	○	84	5	7	○
103	ジクロプロトゾール	93	4	4	○	79	4	8	○	101	5	9	○	85	5	7	○
104	ジクロベニル	91	4	9	○	90	6	11	○	102	4	9	○	91	5	8	○
105	ジクロホップメチル	84	5	6	○	84	5	8	○	97	5	10	○	83	8	11	○
106	ジクロラン	97	4	7	○	98	9	10	○	135	12	13	○	98	7	8	○
107	ジクロホス	107	3	4	○	104	6	9	○	93	4	7	○	89	5	11	○
108	ジスルホト	88	7	7	○	86	10	11	○	75	8	22	○	87	10	10	○
109	ジスルホトスルホ	105	3	6	○	98	4	9	○	106	4	14	○	94	4	7	○
110	ジタリムホス	90	4	5	○	86	7	12	○	91	7	10	○	81	4	9	○
111	ジチオピル	96	4	5	○	87	6	12	○	97	5	8	○	85	6	7	○
112	ジニコナゾール	94	7	7	○	65	7	9	○	99	5	9	○	82	5	7	○
113	ジニオンエチル	96	4	5	○	93	5	10	○	108	4	9	○	84	5	6	○
114	ジハロリン-1	99	4	6	○	84	5	7	○	109	7	11	○	77	5	5	○
115	ジハロリン-2	97	6	8	○	85	6	11	○	114	5	8	○	75	5	8	○
116	ジハロホップブチル	103	3	4	○	85	6	7	○	100	4	7	○	81	5	7	○
117	ジフェナミド	102	2	4	○	94	5	8	○	114	3	10	○	96	4	4	○
118	ジフェニル	81	5	9	○	84	5	8	○	104	8	12	○	89	6	7	○
119	ジフェニルアミン	86	3	7	○	89	4	6	○	106	10	10	○	89	5	7	○
120	ジフェノコナゾール-1	95	3	5	○	79	4	10	○	96	3	6	○	84	4	6	○
121	ジフェノコナゾール-2	95	4	5	○	82	3	8	○	96	5	8	○	85	5	6	○
122	シフルトリン-1	88	6	7	○	83	7	10	○	92	6	14	○	76	7	9	○
123	シフルトリン-2	90	4	5	○	81	4	8	○	105	10	12	○	74	8	9	○
124	シフルトリン-3	88	7	8	○	81	8	13	○	97	9	17	○	82	7	8	○
125	シフルトリン-4	95	7	8	○	83	6	12	○	99	11	19	○	78	7	9	○
126	シフルフェナミド	97	12	16	○	87	22	23	○	124	12	20	○	81	7	11	○
127	シフルフェニカン	90	4	5	○	87	4	11	○	101	3	6	○	82	5	6	○
128	シフルコナゾール-1,2	93	3	5	○	72	6	10	○	98	13	16	○	84	4	6	○
129	シフルロジニル	83	4	4	○	82	6	8	○	104	10	11	○	97	6	6	○
130	シベルメトリン-1	87	5	6	○	82	7	8	○	100	5	12	○	74	8	8	○
131	シベルメトリン-2	90	5	5	○	82	5	10	○	98	13	13	○	76	6	7	○
132	シベルメトリン-3	86	3	7	○	84	8	11	○	100	12	15	○	75	10	13	○
133	シベルメトリン-4	92	5	5	○	84	4	11	○	97	9	15	○	79	8	9	○
134	シマジン	95	3	17	○	83	7	12	○	127	3	13	○	90	3	8	○
135	シメコナゾール	96	7	7	○	81	6	11	○	103	3	9	○	89	3	5	○
136	シメタリン	90	4	4	○	86	4	10	○	102	5	12	○	87	5	6	○
137	(E)-ジメチルピホス	99	5	5	○	90	5	9	○	104	8	9	○	93	4	5	○
138	(Z)-ジメチルピホス	102	3	5	○	93	6	8	○	108	6	11	○	95	5	6	○
139	ジメテナミド(ジメテナミドP)	96	3	4	○	90	5	8	○	101	4	8	○	93	5	6	○
140	ジモルファ-1	97	4	5	○	75	5	9	○	95	3	7	○	84	4	7	○
141	ジモルファ-2	101	4	4	○	73	6	9	○	98	4	10	○	86	4	7	○
142	シメトリン	88	6	7	○	85	8	8	○	107	5	6	○	92	2	4	○
143	ジヒハレート	85	4	5	○	89	8	11	○	96	6	13	○	89	5	6	○
144	シラフルオフェン	52	5	7	○	56	4	6	○	-	-	-		73	6	6	○
145	シンメチリン	86	5	6	○	85	9	14	○	108	5	7	○	87	13	17	○
146	スウェップ	91	5	5	○	93	9	11	○	103	7	11	○	100	7	9	○
147	スビロキサミン-1	83	4	8	○	74	11	18	○	74	9	12	○	77	5	9	○
148	スビロキサミン-2	87	2	4	○	74	11	21	○	84	6	12	○	79	5	8	○
149	スビロシクロフェン	89	9	9	○	78	10	11	○	97	18	24	○	85	12	14	○
150	スルピホス	88	4	4	○	83	6	10	○	101	10	22	○	79	5	6	○

-:未知試料由来ピークにより評価ができなかった成分

1)フェナントレン-9体による真度(回収率)の補正は行っていない

表1 添加回収試験結果

添加濃度:0.01ppm(試料中)

No.	成分名	サンドイッチ			冷凍餃子			青汁			赤ワイン						
		真度 ¹⁾ (回収率)	併行精度	室内精度	評価	真度 ¹⁾ (回収率)	併行精度	室内精度	評価	真度 ¹⁾ (回収率)	併行精度	室内精度	評価				
		(%)	(RSD%)	(RSD%)		(%)	(RSD%)	(RSD%)		(%)	(RSD%)	(RSD%)		(%)	(RSD%)	(RSD%)	
151	スルホテップ	100	4	4	○	89	4	8	○	102	5	8	○	85	7	7	○
152	ソキサミド	85	4	10	○	81	5	9	○	149	6	48	○	87	5	6	○
153	ターハニル	78	5	5	○	61	10	13	○	115	8	10	○	83	4	5	○
154	ダイアジノン	91	5	5	○	91	6	9	○	95	7	11	○	96	12	13	○
155	ダイアレート-1	85	3	5	○	85	3	6	○	104	6	13	○	88	5	5	○
156	ダイアレート-2	88	6	8	○	87	6	12	○	115	11	17	○	99	7	10	○
157	チオベンカルブ	87	6	8	○	86	8	9	○	99	7	11	○	90	6	10	○
158	チオメソ	99	4	4	○	94	5	9	○	91	7	17	○	98	3	6	○
159	テカナゼン	75	3	6	○	78	8	9	○	104	6	12	○	86	5	8	○
160	テトラクロロビニホス	95	4	4	○	88	3	11	○	104	3	8	○	91	5	5	○
161	テトラコナゾール	97	2	5	○	85	5	9	○	104	4	12	○	87	6	7	○
162	テトラソリン	79	4	4	○	79	9	10	○	106	8	18	○	81	6	7	○
163	テトラトリン-1	115	4	5	○	91	5	10	○	112	5	7	○	85	10	11	○
164	テトラトリン-2	98	4	4	○	87	4	9	○	108	5	7	○	83	5	8	○
165	テニルコロール	95	3	6	○	91	8	10	○	107	5	10	○	89	4	5	○
166	テコナゾール	91	4	6	○	76	6	7	○	95	5	8	○	87	6	8	○
167	テフビリムホス	82	3	5	○	83	7	10	○	90	5	9	○	85	6	7	○
168	テフフェビラト	87	5	6	○	81	6	8	○	95	4	7	○	83	4	5	○
169	テフルリン	81	5	5	○	80	5	7	○	92	2	6	○	80	6	7	○
170	テメソ-S-メチル(メチルジメソ)	96	4	4	○	89	6	11	○	88	10	17	○	87	6	8	○
171	テメソメソ-1(テメソメソ分解物-1)	102	10	12	○	65	16	27	○	106	12	21	○	102	6	9	○
172	テメソメソ-2(テメソメソ分解物-2)	77	7	11	○	83	3	9	○	100	6	13	○	73	9	9	○
173	テメソカルブ	93	3	4	○	89	6	8	○	101	2	9	○	91	4	5	○
174	テメソトリン	91	4	5	○	87	6	10	○	103	7	9	○	89	5	6	○
175	テメソホス	90	3	5	○	90	6	8	○	95	4	14	○	87	6	7	○
176	テリアンメソ-1	96	5	10	○	66	6	11	○	105	12	13	○	92	4	10	○
177	テリアンメソ-2	95	3	5	○	55	12	13	○	115	12	17	○	82	9	10	○
178	テリアンメソ	99	5	6	○	94	7	7	○	104	6	18	○	98	4	7	○
179	テリアンホス	87	13	14	○	98	9	10	○	-	-	-	-	95	3	4	○
180	テリアレート	72	3	5	○	75	8	12	○	91	6	10	○	87	7	9	○
181	テリアホス	73	5	5	○	75	3	8	○	97	8	14	○	78	5	8	○
182	テリアラリン	91	2	4	○	90	6	9	○	118	4	9	○	80	4	7	○
183	テリアロキシストロビン	104	5	9	○	87	5	11	○	106	9	11	○	79	5	9	○
184	テリアクロホスメチル	90	4	4	○	88	5	7	○	100	3	5	○	89	5	7	○
185	テリアフェビラト	87	5	5	○	70	4	16	○	-	-	-	-	82	4	5	○
186	テリアロハミド	100	4	5	○	92	6	9	○	106	4	9	○	93	5	6	○
187	テリアラリン	104	4	6	○	92	3	10	○	83	8	13	○	88	5	5	○
188	テリアタールイソプロピル	97	3	4	○	94	4	6	○	115	7	13	○	90	6	6	○
189	テリアフェン	83	4	6	○	83	6	9	○	103	5	16	○	81	9	10	○
190	テリアフルラゾン	90	4	5	○	52	12	18	○	95	4	8	○	79	5	6	○
191	テリアクロトラゾール	95	3	6	○	82	5	12	○	98	3	11	○	87	5	7	○
192	テリアチオン	103	6	6	○	99	7	10	○	110	3	16	○	90	6	9	○
193	テリアチオンメチル	100	4	5	○	94	6	7	○	116	3	10	○	93	4	5	○
194	テリアフェンロックス	64	5	6	○	64	4	8	○	86	5	10	○	75	7	7	○
195	テリアナフェン	93	5	5	○	84	6	10	○	99	5	10	○	78	5	5	○
196	テリアタノール	66	9	11	○	46	7	8	○	92	5	6	○	76	5	5	○
197	テリアフェネート	88	2	6	○	80	8	9	○	113	6	13	○	90	8	9	○
198	テリアフェノックス	100	3	7	○	86	6	14	○	124	15	18	○	80	10	11	○
199	テリアフェントリン	71	5	5	○	71	5	9	○	95	5	9	○	75	5	6	○
200	テリアフェロニルプロキソド	90	3	5	○	88	4	8	○	97	3	8	○	86	6	7	○
201	テリアロホス	98	3	4	○	88	4	12	○	105	4	7	○	85	5	7	○
202	テリアクロストロビン	127	3	8	○	93	3	16	○	150	5	11	○	88	3	4	○
203	テリアクロホス	97	4	5	○	89	6	9	○	109	4	8	○	88	4	8	○
204	テリアソホス	105	3	6	○	88	6	12	○	103	9	16	○	85	7	8	○
205	テリアフルフェンエチル	91	7	7	○	91	6	10	○	103	5	14	○	87	5	8	○
206	テリアタフェンチオン	108	3	5	○	93	7	9	○	107	5	9	○	89	3	6	○
207	テリアタヘン	80	5	6	○	73	4	7	○	97	5	12	○	77	8	9	○
208	(E)-テリアフェノックス	82	6	8	○	77	6	9	○	94	11	14	○	85	3	10	○
209	(Z)-テリアフェノックス	90	7	9	○	81	10	17	○	95	12	13	○	89	9	15	○
210	テリアチカルブ	90	4	5	○	83	5	7	○	100	4	9	○	81	5	6	○
211	テリアロキシフェン	88	3	4	○	79	4	7	○	97	7	23	○	80	6	6	○
212	テリアミンフェン	81	3	4	○	75	4	7	○	101	4	8	○	83	4	4	○
213	テリアミホスメチル	97	5	5	○	85	7	9	○	100	8	12	○	92	6	8	○
214	(E)-テリアミホスメチル	100	4	4	○	91	5	9	○	99	5	7	○	90	4	6	○
215	(Z)-テリアミホスメチル	98	3	4	○	92	5	9	○	104	3	8	○	90	4	6	○
216	テリアメタニル	86	2	4	○	86	5	11	○	106	4	10	○	94	6	8	○
217	テリアロキロン	77	1	2	○	78	7	11	○	86	8	10	○	84	3	10	○
218	テリアクロロリン	95	6	6	○	88	8	11	○	108	11	23	○	91	7	12	○
219	テリアモキサト	102	5	8	○	54	7	7	○	108	6	9	○	93	19	23	○
220	テリアロニル	105	5	6	○	86	6	8	○	110	4	17	○	93	5	5	○
221	テリアメホス	94	4	7	○	82	6	13	○	100	16	18	○	88	6	8	○
222	テリアリモル	85	4	5	○	69	5	8	○	95	6	7	○	84	5	6	○
223	テリアニロチオン	104	4	5	○	98	5	8	○	121	4	8	○	92	7	8	○
224	テリアメキサニル	99	3	3	○	92	6	13	○	107	5	14	○	88	5	5	○
225	テリアメキサニル(テリアメキサニル分解物)	93	3	4	○	86	6	10	○	100	4	7	○	87	6	9	○

--:未知試料由来ピークにより評価ができなかった成分
1)フェナントレン-9体による真度(回収率)の補正は行っていない

表1 添加回収試験結果

添加濃度:0.01ppm(試料中)

No.	成分名	サンドイッチ				冷凍餃子				青汁				赤ワイン			
		真度 ¹⁾		併行精度	室内精度	評価	真度 ¹⁾		併行精度	室内精度	評価	真度 ¹⁾		併行精度	室内精度	評価	
		(回収率)	(RSD%)				(RSD%)	(%)				(RSD%)	(RSD%)				(%)
226	フェノチオカルブ	93	4	5	○	87	7	9	○	97	5	9	○	90	5	6	○
227	フェトリン-1	80	6	7	○	81	8	11	○	132	23	24	○	81	8	9	○
228	フェトリン-2	80	4	6	○	74	5	9	○	95	7	18	○	79	4	7	○
229	フェリムゾン	88	9	10	○	84	10	25	○	98	21	36	○	83	11	18	○
230	フェニアミド	100	5	7	○	84	8	10	○	102	6	9	○	88	4	7	○
231	フェンケルホス	81	3	3	○	80	3	7	○	95	6	9	○	84	6	7	○
232	フェンシルホチオン	109	6	6	○	80	7	10	○	110	8	12	○	84	3	5	○
233	フェンチオン	94	3	4	○	88	5	8	○	98	3	14	○	90	4	6	○
234	フェトエート	96	5	5	○	93	4	11	○	107	6	14	○	93	3	5	○
235	フェンハレレート-1	83	7	8	○	80	6	10	○	98	8	11	○	80	7	7	○
236	フェンハレレート-2 (エスフェンハレレート)	83	4	7	○	81	4	9	○	97	9	10	○	76	7	8	○
237	フェンブコナゾール	96	3	3	○	60	7	7	○	95	5	9	○	82	3	5	○
238	フェンブロハドリン	85	6	6	○	81	12	13	○	100	4	8	○	76	5	7	○
239	フェンブロビモルブ	94	4	5	○	81	5	7	○	96	5	9	○	88	4	5	○
240	フサライド	91	5	6	○	92	4	7	○	115	6	13	○	94	3	7	○
241	ブタクロー	86	6	6	○	90	6	10	○	104	2	11	○	86	7	8	○
242	ブタフェナシル	106	3	4	○	88	4	7	○	102	3	7	○	88	4	5	○
243	ブタミホス	102	5	6	○	92	6	8	○	101	6	10	○	85	8	9	○
244	ブチレート	77	3	4	○	79	5	8	○	91	6	9	○	87	5	7	○
245	ブヒリメト	96	3	4	○	84	8	16	○	103	7	13	○	88	6	7	○
246	ブプロフェジソ	83	4	7	○	82	8	10	○	91	11	17	○	89	4	4	○
247	ブラムブロップメチル	101	6	7	○	92	7	11	○	104	6	6	○	91	3	4	○
248	ブラムビル	100	3	3	○	88	6	11	○	105	5	6	○	87	5	8	○
249	ブリラゾール	103	3	5	○	90	6	9	○	108	3	10	○	99	6	8	○
250	ブルアカリビリム	103	3	4	○	92	10	12	○	108	10	11	○	81	3	8	○
251	ブルキノコナゾール	97	4	4	○	85	4	7	○	100	3	6	○	88	4	6	○
252	ブルシオキシニル	61	16	18		13	22	33		64	19	22		55	26	37	
253	ブルシトリン-1	97	4	6	○	85	5	8	○	103	6	10	○	78	5	6	○
254	ブルシトリン-2	102	5	6	○	84	2	10	○	113	8	13	○	77	6	6	○
255	ブルシラゾール	97	3	4	○	82	7	12	○	96	8	14	○	87	7	8	○
256	ブルチアセトメチル	103	4	4	○	87	6	6	○	115	6	11	○	83	7	7	○
257	ブルトラン	100	3	6	○	88	5	8	○	101	2	6	○	89	4	6	○
258	ブルトリアホール	76	7	8	○	29	14	15		77	11	13		66	6	8	
259	ブルバリネート-1	90	5	10	○	80	4	7	○	100	7	13	○	76	6	7	○
260	ブルバリネート-2	85	4	9	○	83	4	9	○	103	8	11	○	76	7	8	○
261	ブルフェンビルエチル	106	3	7	○	90	10	16	○	103	5	12	○	90	4	11	○
262	ブルミオキシジン	110	4	6	○	78	7	11	○	112	6	13	○	89	5	7	○
263	ブルミクロラクバベンチル	101	4	7	○	87	7	11	○	105	11	12	○	81	6	6	○
264	ブルリド	96	6	6	○	26	13	15		76	11	13		67	5	7	
265	ブルチラクロー	92	4	4	○	85	6	7	○	103	5	12	○	87	6	7	○
266	ブルシトリン	-	-	-		92	7	11	○	101	7	7	○	93	3	10	○
267	ブルチオホス	66	4	8		71	3	7	○	92	4	9	○	77	9	9	○
268	ブルバクロー	100	4	5	○	88	7	7	○	114	5	8	○	89	5	10	○
269	ブルバジン	100	3	4	○	96	4	9	○	106	4	8	○	96	5	8	○
270	ブルバニル	97	5	5	○	85	6	10	○	117	10	15	○	91	4	5	○
271	ブルバホス	96	4	5	○	89	6	8	○	94	4	11	○	89	5	6	○
272	ブルバルキット	95	6	8	○	84	4	13	○	100	8	11	○	81	7	8	○
273	ブルブコナゾール-1	93	4	4	○	83	6	8	○	96	7	12	○	86	7	7	○
274	ブルブコナゾール-2	90	7	8	○	91	10	17	○	111	14	21	○	86	5	7	○
275	ブルブサミド	92	3	3	○	95	6	11	○	104	4	10	○	99	5	11	○
276	ブルフェノホス	88	2	5	○	84	3	10	○	100	13	15	○	85	7	7	○
277	ブルホキシル	95	3	3	○	86	7	9	○	103	2	8	○	87	4	7	○
278	ブルマシル	63	10	11		27	14	17		75	14	15		58	9	10	
279	ブルムコナゾール-1	92	5	9	○	82	6	11	○	113	8	13	○	84	4	6	○
280	ブルムコナゾール-2	97	5	6	○	85	6	9	○	111	9	14	○	89	4	7	○
281	ブルトリン	87	4	7	○	86	3	7	○	100	12	13	○	86	7	7	○
282	ブルモブチド	103	3	5	○	89	4	8	○	105	7	14	○	89	5	8	○
283	ブルモブチレート	81	4	5	○	79	5	8	○	99	5	10	○	79	6	7	○
284	ブルモホス	79	3	5	○	80	8	9	○	104	8	9	○	85	6	7	○
285	ブルモホスエチル	67	5	6		72	8	10	○	94	8	10	○	80	6	7	○
286	ブルキコナゾール	89	9	11	○	68	8	9		98	8	13	○	82	4	5	○
287	ブルキサジン	76	3	4	○	48	8	8		75	3	7	○	73	4	8	○
288	ブルナキシル	103	3	6	○	90	3	8	○	119	9	10	○	86	14	15	○
289	ブルナキコール	97	4	5	○	98	7	10	○	117	7	11	○	97	5	7	○
290	ブルメトリン-1	76	5	7	○	71	6	8	○	120	12	16	○	77	6	6	○
291	ブルメトリン-2	78	4	6	○	72	5	7	○	102	7	9	○	75	6	7	○
292	ブルンコナゾール	92	3	5	○	84	7	8	○	100	5	8	○	89	5	6	○
293	ブルンディメタリン	93	3	7	○	85	7	10	○	106	6	12	○	81	7	8	○
294	ブルンキサジン	100	4	5	○	84	5	6	○	101	2	9	○	81	5	8	○
295	ブルンアラリン	89	4	4	○	88	7	9	○	111	4	10	○	79	6	6	○
296	ブルンプレセト	101	2	3	○	94	5	12	○	103	5	11	○	93	6	8	○
297	ブルサロ	114	9	10	○	87	5	7	○	111	5	9	○	86	6	7	○
298	ブルサチアセート-1	100	5	5	○	90	8	12	○	120	8	16	○	90	7	9	○
299	ブルサチアセート-2	98	5	7	○	92	9	12	○	111	5	20	○	94	8	12	○
300	ブルサチアミド-1	91	5	8	○	85	6	15	○	113	14	15	○	90	10	15	○

-:未知試料由来ピークにより評価ができなかった成分

1)フェナントレン-9体による真度(回収率)の補正は行っていない

表1 添加回収試験結果

添加濃度:0.01ppm(試料中)

No.	成分名	サンドイッチ			冷凍餃子			青汁			赤ワイン						
		真度 ¹⁾ (回収率)	併行精度	室内精度	評価	真度 ¹⁾ (回収率)	併行精度	室内精度	評価	真度 ¹⁾ (回収率)	併行精度	室内精度	評価				
		(%)	(RSD%)	(RSD%)		(%)	(RSD%)	(RSD%)		(%)	(RSD%)	(RSD%)					
301	ホスファミド ²	93	5	5	○	81	6	8	○	102	6	10	○	85	7	13	○
302	ホスメット	105	3	4	○	90	4	10	○	120	2	11	○	88	3	6	○
303	ホノホス	91	2	4	○	92	5	9	○	97	4	9	○	101	7	10	○
304	ホルモチオン	89	5	5	○	82	7	11	○	98	9	16	○	89	7	10	○
305	ホレート	95	3	5	○	88	5	11	○	106	4	13	○	92	8	10	○
306	マラチオン	103	4	5	○	96	5	7	○	108	3	9	○	94	5	6	○
307	ミクロブタニル	95	3	4	○	78	7	9	○	99	4	9	○	91	4	5	○
308	メカルハム	94	8	11	○	100	16	18	○	100	15	24	○	97	3	15	○
309	メタクリホス	100	3	4	○	96	5	8	○	103	3	7	○	96	4	7	○
310	メタキシル (メフェノキサム)	100	4	5	○	89	8	9	○	106	9	10	○	89	7	10	○
311	メチダチオン	98	3	4	○	92	5	8	○	104	3	9	○	91	4	7	○
312	ネキンクロール	87	4	4	○	82	6	9	○	92	7	11	○	81	5	7	○
313	ネブレン	59	13	14		-	-	-		-	-	-		84	10	21	○
314	(E)-ネミノストロピン	100	4	4	○	92	6	10	○	105	6	9	○	87	4	7	○
315	(Z)-ネミノストロピン	99	4	5	○	87	8	9	○	101	3	7	○	90	4	6	○
316	ネラクロール (S-ネラクロール)	98	3	4	○	94	4	7	○	102	4	10	○	93	4	5	○
317	ネリアジン	77	4	5	○	74	5	8	○	80	9	13	○	80	8	10	○
318	メフェナセット	105	3	5	○	87	6	10	○	105	5	8	○	89	5	5	○
319	メフェンピルジエチル	95	4	5	○	89	6	10	○	101	6	10	○	86	4	6	○
320	ネロニル	109	4	5	○	100	5	9	○	-	-	-		90	6	6	○
321	ネリネート	84	3	4	○	81	8	11	○	104	5	10	○	88	5	7	○
322	レスネリン-1	94	6	12	○	66	13	30		-	-	-		82	9	9	○
323	レスネリン-2 (ヒオレスネリン)	76	8	11	○	56	8	31		85	17	25	○	76	6	8	○
324	ネナシル	81	5	5	○	51	11	13		86	4	8	○	80	4	6	○
325	ネフトホス	63	8	9		66	6	7		97	7	11	○	75	7	7	○

-: 未知試料由来ピークにより評価ができなかった成分

1)フェナントレン-9体による真度(回収率)の補正は行っていない

Examination of analytical suitability of residual pesticides in processed foods by STQ method

Mikie Shima, Kenji Konishi, Masami Kawakami, Shunsuke Matsuo, Ryoichi Sasano, Isao Saito (AiSTI SCIENCE CO.,Ltd.)