

資料

GC/MS/MSによる農産物中の残留農薬迅速一斉分析法の妥当性評価

Validation on Simultaneous Rapid Method of Pesticide Residues in Agricultural Products by GC/MS/MS

山下清佳 清川由樹¹ 茶屋真弓
弓場香純 吉田純一

1 はじめに

現在当センターでは、食品中に残留する農薬等の試験について、厚生労働省から示された通知試験法¹⁾に準じて実施しているが、2010年12月に「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」²⁾（以下「ガイドライン」という。）が改正され、通知法に従って試験を行う場合についても、試験機関ごとに当該試験法の妥当性を評価することが求められている。

近年、食品中の残留農薬分析においてQuEChERS法と固相抽出法を組み合わせることで迅速化と精製効率を高めた試験法^{3),4)}（以下「迅速法」という。）を採用している試験機関が増えており、当センターでも、この迅速法を用いたLC/MS/MSの分析で良好な結果が得られていることを報告している⁵⁾。

今回、2016年度に分析機器がGC/MSからGC/MS/MSへ変更になったことから、新たに迅速法を取り入れた分析法を検討し、16種類の農産物を対象として妥当性評価を実施したので報告する。

2 方法

2.1 試料

当センターに行政検査依頼のあった以下の16種類の農産物を試料とした。

野菜：そら豆、ニガウリ、オクラ、かんしょ、ごぼう、
なす、とうもろこし、きゅうり、キャベツ、だいこん

果物：びわ、バナナ、パッションフルーツ、グレープ
フルーツ、たんかん、きんかん

2.2 試薬

農薬標準品は関東化学(株)製、和光純薬工業(株)製 Dr.Ehrenstorfer社製及びAccuStandard社製の残留農薬試験用農薬標準品を用いた。アセトニトリル、アセトン、トルエン、*n*-ヘキサンは関東化学(株)製及び和光純薬工業(株)製の残留農薬試験用を用いた。塩化ナトリウム（残留農薬試験用）、クエン酸三ナトリウム二水和物（特級）、クエン酸二水素ナトリウム1.5水和物（特級）、無水硫酸マグネシウム（特級）は関東化学(株)製及び和光純薬工業(株)製を用いた。固相抽出カラムはジーエルサイエンス(株)製 InertSep C18（1g, 6mL）、InertSep GC/PSA（500mg/500mg, 6mL）を用いた。

2.3 対象農薬及び混合標準溶液

230項目273成分を対象とした。ただし、柑橘類（3種類）については、防ばい剤も含めた235項目278成分を対象とした。混合標準溶液は、農薬標準品から自家調整した標準液（24成分）と市販の混合標準液8製品（計254成分）を混合し、アセトンにより1 μ g/mLとなるように希釈し作成した。

2.4 検量線の作成

混合標準溶液を用いて、0.01～0.60 μ g/mL（8点）の検量線用標準液をアセトン/*n*-ヘキサン（1：1）で調製した。

2.5 装置

ガスクロマトグラフタンデム型質量分析計
：島津製作所製GCMS-TQ8040

1 退職

2. 6 測定条件

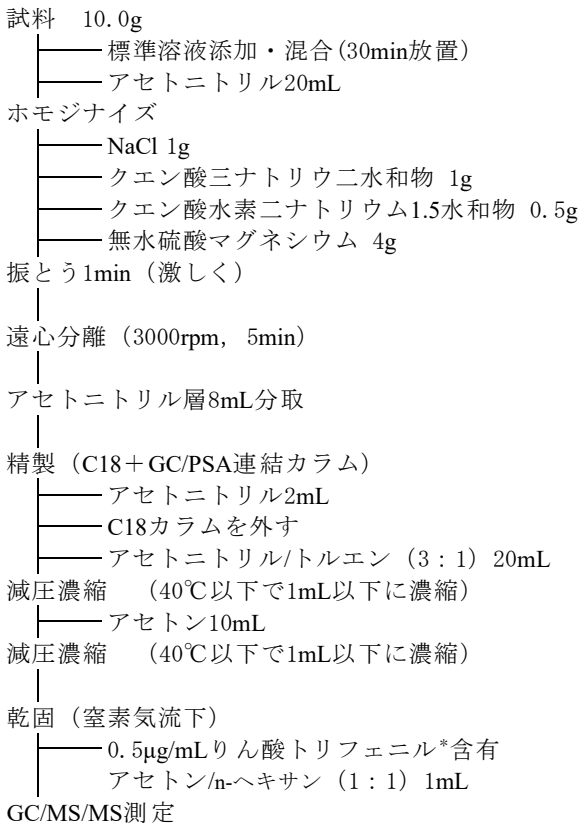
測定条件は表1のとおり。

表1 GC/MS/MSの測定条件

注入口温度	: 250°C
分析カラム	: (株)島津ジーエルシー製 SH-Rxi-5Sil MS/5M Integra guard (0.25mm i.d. × 30m, 0.25µm)
カラム温度	: 50°C (1min) → 25°C/min → 125°C (0min) → 10°C/min → 300°C (10min)
キャリアガス	: 超高純度ヘリウムガス1.69mL/min
注 入 量	: 1µL (高圧スプリットレス, 250kPa, 1.5min)
イオン化法	: EIモード
イオン化電圧	: 70eV
イオン源温度	: 200°C
インターフェイス温度	: 250°C
測定モード	: MRM (Multiple Reaction Monitoring)

2. 7 試験溶液の調製

図1のフローチャートに従って試験溶液を調製した。
なお、内部標準法を用いて定量した。



*内部標準

図1 試験フロー

2. 8 妥当性評価のための実験計画

一斉分析法のため、ガイドラインに基づき、2濃度で妥当性評価を行うこととした。各ブランク試料に対し、各農薬の試料中濃度として、1つは当該試験法の定量限界である0.01µg/gとし、もう1つの濃度は各農薬の平均的な基準値に近い0.1µg/gとなるように混合標準溶液を添加し、30分間以上経過した後抽出操作を行った。分析者1名が1日2併行5日間または分析者2名が1日2併行3日間行う計画とした。

3 結果及び考察

3. 1 選択性

ブランク試料について定量を妨害するピークの有無を確認した。妨害ピークを認めた農薬は表2のガイドラインの許容範囲に基づき評価した。ガイドラインの許容範囲外であったのは、オクラ、きゅうり、たんかん、きんかんで2農薬、かんしょ、とうもろこし、グレープフルーツで3農薬、びわ、そら豆、なす、キャベツ、だいこんで4農薬、パッションフルーツ、ごぼうで5農薬、ニガウリで6農薬、バナナで12農薬であった。

表2 妨害ピークの許容範囲

定量限界と基準値の関係	妨害ピークの許容範囲
定量限界 ≤ 基準値 1/3	< 基準値濃度相当ピークの 1/10
定量限界 > 基準値 1/3	< 定量限界濃度相当ピークの 1/3
不検出	< 定量限界濃度相当ピークの 1/3

3. 2 真度および精度

選択性および定量限界でガイドラインの目標値を満たす項目についての真度および精度の評価結果を表4及び表5に示す。

真度はほぼ全ての農産物で約7割以上の農薬がガイドラインの目標値 (表3) を満たした。

真度が目標値を満たさない場合、低濃度域 (0.01µg/g) での真度が120%を超える項目が多かった。

精度は、全ての農産物で対象農薬230項目 (柑橘類については235項目) のうち、8割以上がガイドラインの目標値 (表3) を満たした。併行精度に比べて室内精度が不適となる項目が多い傾向が見られた。

表3 真度及び精度の目標値

濃度 (µg/g)	真度 (回収率) (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)
0.01	70~120	25>	30>
0.1	70~120	15>	20>

3. 3 定量限界

基準値が「不検出」または定量限界である0.01µg/gの場合については、ガイドラインに基づき定量限界を評価した。添加濃度0.01µg/gの試料溶液から得られるピークがS/N比≧10を満たさなかったのは、とうもろこし、キ

ャベツで1項目、バナナ、なす、きゅうり、だいこんで2項目、オクラ、たんかん、きんかんで3項目、そら豆、ニガウリ、ごぼうで4項目、パッションフルーツで5項目、びわ、グレープフルーツで7項目、かんしょで8項目であった。

表4 真度評価結果 (対象項目数 : 230)

添加濃度 (µg/g)	びわ		そら豆		バナナ		ニガウリ		パッションフルーツ		オクラ	
	0.01	0.1	0.01	0.1	0.01	0.1	0.01	0.1	0.01	0.1	0.01	0.1
回収率 (%)												
<50	3	2	2	5	2	6	6	10	4	8	24	13
50-70	4	6	8	12	11	9	11	24	12	22	31	31
70-120	173	219	205	210	135	211	196	193	182	196	170	177
120-150	48	0	11	1	71	4	14	2	26	2	1	3
150<	2	3	4	2	11	0	3	1	6	2	4	6

添加濃度 (µg/g)	かんしょ		ごぼう		なす		とうもろこし		きゅうり		キャベツ	
	0.01	0.1	0.01	0.1	0.01	0.1	0.01	0.1	0.01	0.1	0.01	0.1
回収率 (%)												
<50	8	21	2	5	8	23	2	4	0	3	3	10
50-70	15	20	6	22	17	46	5	9	3	4	12	18
70-120	191	188	192	200	194	161	200	216	195	217	196	201
120-150	13	0	22	3	8	0	19	1	25	3	18	0
150<	3	1	8	0	3	0	4	0	7	3	1	1

添加濃度 (µg/g)	だいこん		グレープフルーツ*		たんかん*		きんかん*	
	0.01	0.1	0.01	0.1	0.01	0.1	0.01	0.1
回収率 (%)								
<50	14	16	6	8	19	22	4	6
50-70	12	25	5	11	19	24	4	4
70-120	186	189	155	206	140	182	146	222
120-150	17	0	56	8	51	6	74	1
150<	1	0	13	2	6	1	7	2

*235項目

表5 精度評価結果 (適合項目数, 対象項目数 : 230)

添加濃度 (µg/g)	びわ		そら豆		バナナ		ニガウリ		パッションフルーツ		オクラ	
	0.01	0.1	0.01	0.1	0.01	0.1	0.01	0.1	0.01	0.1	0.01	0.1
併行精度	229	226	229	226	227	225	225	212	226	213	223	208
室内精度	229	224	228	224	227	220	223	213	224	211	214	198

添加濃度 (µg/g)	かんしょ		ごぼう		なす		とうもろこし		きゅうり		キャベツ	
	0.01	0.1	0.01	0.1	0.01	0.1	0.01	0.1	0.01	0.1	0.01	0.1
併行精度	223	229	226	224	223	202	228	226	227	223	226	228
室内精度	223	226	227	223	222	207	226	223	227	220	225	218

添加濃度 (µg/g)	だいこん		グレープフルーツ*		たんかん*		きんかん*	
	0.01	0.1	0.01	0.1	0.01	0.1	0.01	0.1
併行精度	228	223	229	228	227	228	224	222
室内精度	225	215	228	215	209	198	223	220

*235項目

3. 4 妥当性評価結果について

妥当性評価は、ガイドラインに基づき当センターの検査実施標準作業書に定めている評価方法（表6）に基づいて評価した。

16種類の農産物について、230項目（柑橘類については235項目）の妥当性評価を実施した結果、妥当性が確認されたのは156～209項目であり、たんかん以外の15種類の農作物で7割以上が適合した（表7、別添表8及び表9）。

表6 妥当性評価の方法

基準値と濃度 (µg/g) の関係	満たすべき項目
基準値 < 0.01	評価不能*
基準値 = 0.01	選択性、定量限界及び濃度0.01µg/g時の真度と精度
基準値 = 0.1	選択性及び濃度0.1µg/g時の真度と精度
0.01 < 基準値 < 0.1 0.1 < 基準値	選択性、濃度0.1µg/g及び濃度0.01µg/g時の真度と精度

* 定量限界が0.01µg/gであるため

表7 妥当性評価結果まとめ（対象項目数：230）

	びわ	そら豆	バナナ	ニガウリ	パッション フルーツ	オクラ	かんしょ	ごぼう	なす	とうもろこし
適合項目数	195	204	174	190	189	173	182	191	179	209
適合率 (%)	84.8	88.7	75.7	82.6	82.2	75.2	79.1	83.0	77.8	90.9

	きゅうり	キャベツ	だいこん	グレープ* フルーツ	* たんかん	* きんかん
適合項目数	205	192	182	176	156	179
適合率 (%)	89.1	83.5	79.1	74.9	66.4	76.2

*235項目

3. 5 分析法変更前との比較

変更前の旧機種、通知法で妥当性評価を実施していたびわ、そら豆、ニガウリ、パッションフルーツ及びキャベツの5種類^{6),7)}について、今回と比較した結果、変更前の適合率は7割程度であったが今回は8割以上になった（表10）。

また、迅速法になったことで、前処理操作が簡略化され、前処理に費やしていた時間が、約半分に短縮された。

4 まとめ

1) 前処理操作を簡略化した迅速法でも、分析機種を

GC/MS/MSへ変更にしたことにより、検出感度等がよくなった結果、妥当性評価の適合率が増加した。また、迅速法になったことで、前処理が簡便になり、前処理に費やす時間が大幅に短縮された。

2) 今回、バナナ、オクラ及び柑橘類について妥当性適合項目が少なかった。バナナ及びオクラは粘質物の影響が、柑橘類はpHの影響が推測されることからそれらに考慮した前処理の検討が必要と思われる。

3) 今後も引き続き検査可能対象作物の拡大、内部精度管理による関連データの収集及び検証を行っていく予定である。

表10 妥当性評価結果の比較（対象項目数：230）

	びわ		そら豆		ニガウリ		パッションフルーツ		キャベツ	
	変更前*1	変更後*2	変更前*1	変更後*2	変更前*1	変更後*2	変更前*1	変更後*2	変更前*1	変更後*2
適合項目数	154	195	153	204	165	190	172	189	146	192
適合率 (%)	66.9	84.8	66.5	88.7	71.7	82.6	74.8	82.2	63.5	83.5

*1 旧機種+通知法

*2 新機種+迅速法

参考文献

- 1) 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（食安発第0124001号），平成17年1月24日
- 2) 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等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインについて（食安発第1115001号），平成19年11月15日
- 3) 高取聡，山本遥菜，他；LC-MS/MSを用いた迅速な野菜類および果実中の残留農薬一斉分析法の妥当性評価，食品衛生学雑誌，**54**，(3)，237～249（2013）
- 4) 岩越景子，田村康宏，他；農産物中残留農薬の迅速試験法開発と妥当性評価，第106回日本食品衛生学会学術講演会講演要旨集，107（2013）
- 5) 榎元清美，岩屋あまね，他；LC-MS/MSを用いた農産物中の残留農薬迅速分析法の検討，本誌，**15**，58～64（2014）
- 6) 榎元清美，岩屋あまね，他；GC/MSによる農産物中の残留農薬一斉分析法の妥当性評価（第I報），本誌，**14**，63～71（2013）
- 7) 茶屋真弓，松岡さゆり，他；GC/MSによる農産物中の残留農薬一斉分析法の妥当性評価（第II報），本誌，**17**，67～73（2016）

表8 妥当性評価結果 (その1)

No.	項目名	びわ	そら豆	バナナ	ニガウリ	フルーツ			
						パッション	オクラ	かんしょ	ごぼう
1	BHC	○	○	×	○	×	×	×	×
2	γ-BHC	○	○	×	×	×	×	×	×
3	DDT	○	○	○	○	○	○	○	○
4	EPN	×	○	○	×	×	×	×	○
5	TCMTB	○	×	×	×	×	×	×	×
6	XMC	○	○	○	○	○	×	×	○
7	アクリナトリン	○	○	×	×	○	×	○	×
8	アザコナゾール	○	○	○	○	○	○	○	○
9	アジンホスメチル	×	○	×	○	○	×	○	×
10	アセタミド	○	○	○	○	○	○	○	○
11	アセトクロール	○	○	○	○	○	○	○	○
12	アトラジン	○	○	○	○	○	○	○	○
13	アニロホス	○	○	○	○	○	○	○	○
14	アメトリン	○	×	○	○	○	○	○	×
15	アラクロール	○	○	○	○	○	○	○	○
16	アルドリシ及びディルドリン	×	×	×	×	×	×	×	×
17	イサゾホス	○	○	○	○	○	○	○	○
18	イソキサチオン	○	○	○	○	○	○	○	○
19	イソフェンホス	○	○	×	○	○	○	○	○
20	イソプロカルブ	○	○	○	○	○	×	×	○
21	イソプロチオラン	○	○	○	○	○	○	○	○
22	イプロベンホス	○	○	×	○	○	○	○	○
23	イマザメタベンズメチルエステル	×	×	×	×	×	×	×	×
24	ユニコナゾールP	○	○	○	○	○	○	○	○
25	エスプロカルブ	○	○	○	○	○	○	○	○
26	エタルフルラリン	○	○	○	○	○	×	○	○
27	エチオン	○	○	○	○	○	○	○	○
28	エディフェンホス	○	○	○	○	○	○	○	○
29	エトキサゾール	○	○	○	○	○	○	○	×
30	エトフェンブロックス	○	○	○	○	○	○	×	○
31	エトフメセート	○	○	○	○	○	○	○	○
32	エトプロホス	○	○	○	○	○	×	○	○
33	エトリムホス	○	○	○	○	○	○	○	○
34	エンドスルファン	○	○	○	○	○	○	○	○
35	エンドリン	○	○	×	○	×	×	○	○
36	オキサジアゾン	○	○	○	○	○	○	○	○
37	オキサジキシル	○	○	○	○	○	○	○	○
38	オキシフルオルフェン	○	○	○	○	○	○	○	○
39	オメトエート	○	○	○	○	○	×	×	×
40	オリザリン	×	×	○	×	×	×	×	×
41	カズサホス	○	○	○	○	○	×	○	×
42	カフェンストロール	○	○	○	○	×	×	×	×
43	カルフェントラゾニエチル	○	○	○	○	○	○	○	○
44	カルボキシ	○	○	○	×	○	×	○	×
45	キナルホス	○	○	○	○	○	○	○	○
46	キノキシフェン	○	○	○	○	○	○	○	○
47	キノクラミン	×	○	○	○	○	○	○	○
48	キントゼン	×	×	×	×	×	×	×	×
49	クレソキシメチル	○	○	○	○	○	○	○	○
50	クロマゾン	○	○	○	×	○	×	○	○
51	クロルエトキシホス	×	×	×	×	×	×	×	×
52	クロルタージメチル	○	○	○	○	○	○	○	○
53	クロルデン	○	○	○	○	○	○	○	○
54	クロルピリホス	○	○	○	○	○	○	○	○
55	クロルピリホスメチル	○	○	○	×	○	×	○	○
56	クロルフェナピル	○	○	○	○	○	○	○	○
57	クロルフェンソン	○	○	○	○	○	○	○	○
58	クロルフェンピホス	○	○	○	○	○	○	○	○
59	クロルブファム	○	○	○	×	○	○	○	○

○：妥当性評価適合 ×：妥当性評価不適合 除外：基準値が0.01μg/g未満のもの -：未測定項目

*：定量限界が許容範囲外

表8 妥当性評価結果（その2）

No.	項目名	びわ	そら豆	バナナ	ニガウリ	フルーツ		かんしょ	ごぼう
						パッション	オクラ		
60	クロルプロファミ	○	○	○	○	○	○	○	○
61	クロルベンシド	○	○	○	○	○	○	○	○
62	クロベンジレート	○	○	○	○	○	○	○	○
63	クロロネブ	×	×	×	×	×	×	×	×
64	シアナジン	○	○	○	○	○	×	○	○
65	シアノホス	○	○	○	○	○	○	○	○
66	ジェトフェンカルブ	○	○	○	○	○	○	○	○
67	ジクロシメット	○	○	○	○	○	○	○	○
68	ジクロトホス	○	○	○	×	×	○	○	×
69	ジクロフェンチオン	○	○	○	○	○	○	○	○
70	ジクロホップメチル	○	○	○	○	○	×	○	○
71	ジクロラン	○	○	○	○	○	○	○	○
72	1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4エチルフェニル)エタン	○	○	○	○	○	○	○	○
73	ジコホール	○	○	○	○	○	○	○	○
74	ジスルホトン	○	○	○	×	×	×	×	○
75	シニドンエチル	○	○	○	○	○	○	○	○
76	シハロトリン	×	○	×	○	○	○	×	×
77	シハロホップチル	○	○	○	○	○	×	○	○
78	ジフェナミド	○	○	○	○	×	○	○	○
79	ジフェノナゾール	×	○	○	×	×	○	×	○
80	シフルトリン	×	○	×	×	×	○	×	○
81	ジフルフェニカン	○	○	○	○	○	○	○	○
82	シプロコナゾール	○	○	○	○	○	○	○	○
83	シペルメトリン	×	○	×	○	×	×	×	○
84	シマジン	○	○	○	○	○	○	○	○
85	ジメタメトリン	○	○	○	○	○	○	○	○
86	ジメチルピホス	○	○	○	○	○	○	○	○
87	ジメテナミド	○	○	○	○	○	○	○	○
88	ジメトエート	○	○	×	×	×	○	○	×
89	シメトリン	○	○	○	○	○	○	○	○
90	ジメピペレート	○	○	○	○	○	○	○	○
91	スピロキサミン	×	○	○	○	○	○	○	○
92	スピロジクロフェン	○	○	×	×	×	×	○	○
93	ゾキサミド	○	×	○	×	○	×	○	○
94	ターバシル	○	○	○	○	○	○	○	○
95	ダイアジノン	○	○	○	○	○	○	○	○
96	チオベンカルブ	○	○	○	○	○	○	○	○
97	チオメトン	○	×	○	×	×	○	○	×
98	チフルザミド	○	○	○	○	○	○	○	○
99	テクナゼン	×	×	×	×	×	×	×	×
100	テトラクロルピホス	○	○	○	○	○	○	○	○
101	テトラコナゾール	○	○	○	○	○	○	○	○
102	テトラジホン	○	○	○	○	○	○	○	○
103	テニルクロール	○	○	○	○	○	○	○	○
104	テブコナゾール	○	○	○	○	○	○	○	○
105	テブフェンピラド	○	○	○	○	○	○	○	○
106	テフルトリン	○	○	○	○	○	○	○	○
107	デメトンSメチル	○	○	○	×	×	×	×	×
108	デルタメトリン及びトラロメトリン	×	○	×	○	○	×	×	○
109	テルブトリン	○	○	○	○	○	○	×	○
110	テルブホス	除外	除外	○	除外	除外	除外	除外	除外
111	トリアジメノール	×	○	×	○	○	○	○	○
112	トリアジメホン	○	○	○	○	○	○	○	○
113	トリアゾホス	○	○	○	○	○	○	○	○
114	トリアレート	○	○	○	×	×	×	○	×
115	トリシクラゾール	○	○	○	○	○	○	○	○
116	トリブホス	○	○	×	○	○	○	○	○
117	トリフルラン	○	○	○	×	×	×	○	×
118	トリプロキシストロピン	○	○	○	○	○	○	○	○

○：妥当性評価適合 ×：妥当性評価不適合 除外：基準値が0.01µg/g未満のもの -：未測定項目

* 定量限界が許容範囲外

表8 妥当性評価結果 (その3)

No.	項目名	びわ	そら豆	バナナ	ニガウリ	フルーツ			
						パッション	オクラ	かんしょ	ごぼう
119	トルクロホスメチル	○	○	○	○	○	○	○	○
120	トルフェンピラド	×	○	×	○	○	○	○	○
121	2-(1+ナフチル)アセタミド	○	○	×	○	○	○	×	○
122	ナプロパミド	○	○	○	○	○	○	○	○
123	ニトカールイソプロピル	×	○	○	○	○	○	○	○
124	ノルフルラゾン	○	○	○	○	○	○	○	○
125	バクロトラゾール	○	○	×	○	○	○	○	○
126	パラチオン	○	○	○	○	×	×	○	○
127	パラチオンメチル	○	○	○	○	○	×	○	○
128	ハルフェンブロックス	×	○	×	○	○	○	○	○
129	ピコリナフェン	○	○	○	○	○	○	○	○
130	ビテルタノール	×	×	×	○	×	○	×	○
131	ビフェノックス	×	○	×	○	○	○	○	○
132	ビフェントリン	○	○	○	○	○	○	○	○
133	ピペロニルブトキシド	○	○	○	○	○	○	○	○
134	ピペロホス	○	○	×	○	○	○	○	○
135	ピラクロホス	○	○	×	○	○	○	○	○
136	ピラゾホス	○	○	○	○	○	○	○	○
137	ピラフルフェンエチル	○	○	○	○	○	×	○	○
138	ピリダフェンチオン	○	○	×	○	○	○	○	○
139	ピリダベン	×	○	○	○	○	○	○	○
140	ピリフェノックス	×	×	○	×	×	○	○	×
141	ピリプチカルブ	○	○	×	○	○	○	○	○
142	ピリプロキシフェン	○	○	○	○	○	○	○	○
143	ピリミノバックメチル	○	○	○	○	○	○	○	○
144	ピリミホスメチル	○	○	○	○	○	○	○	○
145	ピリメタニル	○	○	○	○	○	○	○	○
146	ピロキロン	○	○	○	○	○	○	○	○
147	ピンクロゾリン	○	○	○	○	○	○	○	○
148	フィプロニル	○	○	除外	○	○	○	○	○
149	フェナミホス	○	○	×	○	○	○	○	○
150	フェナリモル	○	○	○	○	○	○	○	○
151	フェニトロチオン	○	○	○	○	○	○	○	○
152	フェノキサニル	○	○	○	○	○	○	○	○
153	フェノチオカルブ	○	○	○	○	○	○	○	○
154	フェノトリン	×	×	○	○	○	○	○	○
155	フェンアミドン	○	○	○	○	○	○	○	○
156	フェンクロホス	○	○	○	○	○	○	○	○
157	フェンスルホチオン	×	○	×	×	×	○	×	×
158	フェンチオン	○	○	○	○	○	×	○	○
159	フェントエート	○	○	○	○	○	○	○	○
160	フェンバレート	×	○	×	○	○	×	×	○
161	フェンプロナゾール	○	○	×	○	○	○	○	○
162	フェンプロパトリン	○	○	○	○	○	○	×	○
163	フェンプロピモルフ	○	○	○	○	○	○	○	○
164	フサライド	○	○	○	○	○	○	○	○
165	ブタクロール	○	×	○	○	○	○	○	○
166	ブタミホス	○	○	○	○	○	○	○	○
167	ブピリメート	○	○	○	○	○	○	○	○
168	ブプロフェジン	○	○	○	○	○	○	○	○
169	フラムプロップメチル	○	○	○	○	○	○	○	○
170	フルアクリピリム	○	○	×	○	○	○	○	○
171	フルキノナゾール	○	○	○	○	×	×	×	○
172	フルジオキシニル	×	×	×	×	×	×	×	×
173	フルシトリネート	×	○	×	×	×	○	×	○
174	フルチアセットメチル	○	×	×	○	×	×	×	○
175	フルトラニル	○	○	○	○	○	○	○	○
176	フルトリアホール	○	○	○	○	○	○	○	○
177	フルバリネート	×	○	×	○	○	×	×	○

○ : 妥当性評価適合 × : 妥当性評価不適合 除外 : 基準値が0.01µg/g未満のもの - : 未測定項目

* 定量限界が許容範囲外

表8 妥当性評価結果（その4）

No.	項目名	びわ	そら豆	バナナ	ニガウリ	フルーツ			
						パッション	オクラ	かんしょ	ごぼう
178	フルフェニルエチル	○	○	○	○	○	×	○	○
179	フルミオキサジン	○	○	×	○	○	○	×	○
180	フルミクロラックベンチル	○	○	×	○	○	×	○	○
181	フルリドン	○	○	×	○	○	○	○	○
182	プレチラクロール	○	○	○	○	○	○	○	○
183	プロシミドン	○	○	○	○	○	○	○	○
184	プロチオホス	○	○	○	○	○	○	○	○
185	プロパクロール	○	○	×	×	×	×	○	○
186	プロバジン	○	○	×	○	○	○	○	○
187	プロバニル	○	○	○	○	○	○	○	○
188	プロパホス	○	○	○	○	○	○	○	○
189	プロパルギット	○	×	○	○	○	○	×	×
190	プロピコナゾール	○	○	○	○	○	○	○	○
191	プロピザミド	○	○	○	○	○	○	○	○
192	プロヒドロジヤスモン	○	○	○	○	○	○	○	○
193	プロフェノホス	○	○	○	○	○	○	○	○
194	プロボキスル	○	○	○	×	○	×	×	○
195	プロマシル	○	○	○	○	○	○	○	○
196	プロメトリン	○	○	○	○	○	○	×	○
197	プロモプロピレート	○	○	○	○	○	○	○	○
198	プロモホス	○	○	○	○	○	○	○	○
199	プロモホスエチル	○	○	○	○	○	○	○	○
200	ヘキサコナゾール	○	○	○	○	○	○	○	○
201	ヘキサジノン	○	○	○	○	○	○	×	×
202	ベナラキシル	○	×	○	○	○	○	○	○
203	ベノキサコール	○	○	○	○	○	○	○	○
204	ヘプタクロル	○	○	×	×	○	×	○	×
205	ペルメトリン	×	○	○	○	○	○	○	○
206	ペンコナゾール	○	○	○	○	○	○	○	○
207	ペンディメタリン	○	○	○	○	○	○	○	○
208	ベンフルラリン	○	○	○	○	○	×	○	○
209	ベンフレセート	○	○	○	○	○	○	○	○
210	ホサロン	○	×	×	○	○	○	×	×
211	ホスチアゼート	○	○	×	○	○	○	○	○
212	ホスファイトドン	○	○	×	○	○	○	○	○
213	ホスメット	○	×	×	×	×	×	×	○
214	ホルモチオン	○	×	×	×	×	×	×	×
215	ホレート	×	○	×	×	×	×	×	×
216	マラチオン	○	○	○	○	○	○	○	○
217	マイクロブタニル	○	○	○	○	○	○	○	○
218	メカルバム	○	○	○	○	○	○	○	○
219	メタラキシル及びメフェノキサム	○	○	○	○	○	○	○	○
220	メチダチオン	○	○	○	○	○	○	○	○
221	メトキシクロール	○	○	○	○	○	○	○	○
222	メトブレン	×	×	×	×	×	×	×	×
223	メトラクロール	×	○	○	○	○	○	○	○
224	メビンホス	○	○	○	×	×	×	×	○
225	メフェナセツト	○	○	○	○	○	○	○	○
226	メフェニルジェチル	○	○	○	○	○	○	○	○
227	メブロンル	○	○	○	○	○	○	○	○
228	モノクロトホス	○	○	×	○	○	○	×	×
229	レスメトリン	○	×	○	×	○	×	○	×
230	レナシル	○	×	○	○	×	○	×	○
231	アゾキシストロピン	-	-	-	-	-	-	-	-
232	イマザリル	-	-	-	-	-	-	-	-
233	オルトフェニルフェノール	-	-	-	-	-	-	-	-
234	ジフェニル	-	-	-	-	-	-	-	-
235	チアベンダゾール	-	-	-	-	-	-	-	-

適合項目数 195 204 174 190 189 173 182 191

○：妥当性評価適合 ×：妥当性評価不適合 除外：基準値が0.01µg/g未満のもの -：未測定項目

*定量限界が許容範囲外

表9 妥当性評価結果 (その1)

No.	項目名	なす	とうもろこし	きゅうり	キャベツ	だいこん	グレープフルーツ	たんかん	きんかん
1	BHC	×	○	○	○	○	○	×	○
2	γ-BHC	×	○	○	○	○	○	×	○
3	DDT	○	○	○	○	○	○	○	○
4	EPN	○	○	○	○	○	○	×	×
5	TCMTB	×	×	×	×	×	×	×	○
6	XMC	×	○	○	○	○	×	×	×
7	アクリナトリン	×	○	×	×	○	×	×	○
8	アザコナゾール	○	○	○	○	○	×	○	○
9	アジンホスメチル	○	○	○	×	×	×	×	×
10	アセタミブド	○	○	○	×	○	○	○	○
11	アセトクロール	○	○	○	○	×	○	○	○
12	アトラジン	○	○	○	○	○	○	○	○
13	アニロホス	○	○	○	○	×	×	×	○
14	アメトリン	○	○	○	○	○	○	○	○
15	アラクロール	○	○	○	○	×	○	○	○
16	アルドリノ及びディドリノ	×	×	○	×	×	○	○	○
17	イサゾホス	○	○	○	○	○	○	○	○
18	イソキサチオン	○	○	○	○	○	○	○	○
19	イソフェンホス	○	○	○	○	○	○	○	×
20	イソプロカルブ	○	○	○	○	○	○	○	○
21	イソプロチオラン	○	○	○	○	○	○	○	○
22	イプロベンホス	○	○	○	○	○	○	○	○
23	イマザタベンズメチルエステル	×	×	×	×	×	×	×	×
24	ユニコナゾールP	○	○	○	○	○	×	○	○
25	エスプロカルブ	○	○	○	○	○	○	○	○
26	エタルフルラリン	○	○	○	○	○	○	○	○
27	エチオン	○	○	○	○	○	○	○	○
28	エディフェンホス	○	○	○	○	○	○	×	○
29	エトキサゾール	○	○	○	○	○	×	×	×
30	エトフェンブロックス	○	○	○	○	○	○	○	○
31	エトフメセート	○	○	○	○	○	○	○	○
32	エトプロホス	○	○	○	○	○	○	○	○
33	エトリムホス	○	○	○	○	○	○	○	○
34	エンドスルファン	○	○	○	○	○	○	○	○
35	エンドリン	○	○	○	○	○	○	○	○
36	オキサジアゾン	○	○	○	○	○	○	○	○
37	オキサジキシル	○	○	○	○	○	×	○	○
38	オキシフルオルフェン	○	○	○	○	○	○	○	○
39	オメトエート	×	○	×	×	×	×	×	×
40	オリザリン	×	×	×	×	×	×	×	×
41	カズサホス	○	○	○	○	○	○	○	○
42	カフェンストロール	○	○	○	○	×	×	×	○
43	カルフェントラゾリエチル	○	○	○	○	○	○	○	○
44	カルボキシシン	○	○	○	×	○	○	○	○
45	キナルホス	○	○	○	○	○	○	○	○
46	キノキシフェン	○	○	○	○	○	○	○	○
47	キノクラミン	○	○	○	○	○	○	×	○
48	キントゼン	×	○	○	×	×	○	○	○
49	クレソキシメチル	○	○	○	○	○	○	○	○
50	クロマゾン	○	○	○	○	○	○	○	○
51	クロロエトキシホス	×	×	○	×	×	○	○	○
52	クロルタルジメチル	○	○	○	○	○	○	○	○
53	クロルデン	○	○	○	○	○	○	○	○
54	クロルピリホス	○	○	○	○	○	×	○	○
55	クロルピリホスメチル	×	○	○	○	×	○	×	○
56	クロルフェナピル	○	○	○	○	○	○	○	○
57	クロルフェンソン	○	○	○	○	○	○	○	○
58	クロルフェンピホス	○	○	○	○	○	○	○	○
59	クロルブファム	○	○	○	○	○	○	○	○

○：妥当性評価適合 ×：妥当性評価不適合 除外：基準値が0.01µg/g未満のもの -：未測定項目

*定量限界が許容範囲外

表9 妥当性評価結果（その2）

No.	項目名	なす	とうもろこし	きゅうり	キャベツ	だいこん	グレープフルーツ	たんかん	きんかん
60	クロルプロファミ	○	○	○	○	○	○	○	○
61	クロルベンシド	○	○	○	○	○	○	○	○
62	クロベンジレート	○	○	○	○	○	○	○	○
63	クロロネブ	×	×	×	×	×	×	×	×
64	シアナジン	×	○	○	×	×	○	×	○
65	シアノホス	×	○	○	○	○	○	×	○
66	ジェトフェンカルブ	○	○	○	○	○	○	○	×
67	ジクロシメット	○	○	○	○	○	○	○	○
68	ジクロトホス	○	○	○	○	○	×	○	×
69	ジクロフェンチオン	○	○	○	○	○	○	○	○
70	ジクロホップメチル	○	○	○	○	○	○	○	○
71	ジクロラン	○	○	○	○	○	○	○	○
72	1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4-エチルフェニル)エタン	○	○	○	○	○	○	○	○
73	ジコホール	○	○	○	○	○	×	×	×
74	ジスルホトン	×	○	○	×	×	○	×	○
75	シニドンエチル	○	○	○	○	○	×	×	○
76	シハロトリン	×	×	×	×	×	×	×	×
77	シハロホップチル	○	○	○	○	○	×	×	×
78	ジフェナミド	○	○	○	○	○	○	○	×
79	ジフェノコナゾール	○	○	○	○	○	×	×	×
80	シフルトリン	×	○	×	×	○	○	×	○
81	ジフルフェニカン	○	○	○	○	○	○	○	○
82	シプロコナゾール	○	○	○	○	○	○	○	○
83	シペルメトリン	×	×	○	×	○	○	×	○
84	シマジン	○	○	○	○	○	○	○	○
85	ジメタメトリン	○	○	○	○	○	○	○	○
86	ジメチルビンホス	○	○	○	○	×	○	×	○
87	ジメテナミド	○	○	○	○	○	○	○	○
88	ジメトエート	○	×	×	○	○	×	○	×
89	シメトリン	○	○	○	○	○	○	○	○
90	ジメピペレート	○	○	○	○	○	○	○	○
91	スピロキサミン	○	○	○	○	○	×	×	×
92	スピロジクロフェン	×	○	○	○	×	×	×	○
93	ゾキサミド	○	○	○	○	×	×	×	○
94	ターバシル	○	○	○	○	○	○	○	○
95	ダイアジノン	○	○	○	○	○	○	○	○
96	チオベンカルブ	○	○	○	○	○	○	○	○
97	チオメトン	○	×	×	○	○	○	○	×
98	チフルザミド	○	○	○	○	○	○	○	○
99	テクナゼン	×	×	×	×	×	○	○	×
100	テトラコルピホス	○	○	○	○	×	○	×	○
101	テトラコナゾール	○	○	○	○	○	○	○	×
102	テトラジホン	○	○	○	○	○	○	○	○
103	テニルクロール	○	○	○	○	×	○	○	○
104	テブコナゾール	○	○	○	○	○	×	×	×
105	テブフェンピラド	○	○	○	○	○	○	×	×
106	テフルトリン	○	○	○	○	○	○	×	○
107	デメトン&メチル	×	○	○	○	○	○	○	○
108	デルタメトリン及びトラロメトリン	×	○	○	○	○	○	×	○
109	テルブトリン	○	○	○	○	○	○	○	○
110	テルブホス	除外	○	除外	○	除外	除外	除外	除外
111	トリアジメノール	×	○	○	○	○	○	○	○
112	トリアジメホン	○	○	○	○	○	○	○	○
113	トリアゾホス	○	○	○	○	○	○	○	○
114	トリアレート	×	○	○	×	×	○	○	○
115	トリシクラゾール	○	○	○	○	○	○	○	○
116	トリブホス	○	○	○	×	○	×	○	○
117	トリフルラリン	○	○	○	○	○	○	○	○
118	トリプロキシストロピン	○	○	○	○	○	○	○	○

○：妥当性評価適合 ×：妥当性評価不適合 除外：基準値が0.01µg/g未満のもの -：未測定項目

* 定量限界が許容範囲外

表9 妥当性評価結果 (その3)

No.	項目名	なす	とうもろこし	きゅうり	キャベツ	だいこん	グレープフルーツ	たんかん	きんかん
119	トルクロホスメチル	○	○	○	○	○	○	○	○
120	トルフェンピラド	×	○	○	○	○	×	×	×
121	2(4-ナフチル)アセタミド	○	○	○	○	○	○	○	○
122	ナプロバミド	○	○	○	○	○	○	○	○
123	ニトケールイソプロピル	○	○	○	○	○	○	○	○
124	ノルフルラゾン	○	○	○	○	○	○	○	×
125	バクロブトラソール	○	○	○	○	○	○	○	○
126	パラチオン	○	○	○	○	○	○	○	○
127	パラチオンメチル	×	○	○	○	○	×	×	○
128	ハルフェンプロックス	○	○	○	○	○	○	○	○
129	ピコリナフェン	○	○	○	○	○	○	○	○
130	ビテルタノール	○	×	×	×	×	×	×	×
131	ピフェノックス	○	○	○	○	○	○	○	○
132	ピフェントリン	○	○	○	○	○	○	○	○
133	ピペロニルプロキソド	○	○	○	○	○	×	×	×
134	ピペロホス	○	○	○	○	○	○	○	×
135	ピラクロホス	○	×	○	○	×	○	×	○
136	ピラゾホス	○	○	○	○	○	○	○	○
137	ピラフルフェンエチル	×	○	○	○	○	○	○	×
138	ピリダフェンチオン	○	○	○	○	○	○	○	○
139	ピリダベン	○	○	○	○	○	○	×	○
140	ピリフェノックス	○	○	○	○	○	○	○	○
141	ピリブチカルブ	○	○	○	○	○	○	×	○
142	ピリプロキシフェン	○	○	○	○	○	×	×	×
143	ピリミノバックメチル	○	○	○	○	○	○	○	○
144	ピリミホスメチル	○	○	○	○	○	○	○	○
145	ピリメタニル	○	○	○	○	○	○	○	○
146	ピロキロン	○	○	○	○	○	○	○	○
147	ピンクロゾリン	○	○	○	○	○	○	○	○
148	フィプロニル	×	○	○	○	○	○	○	○
149	フェナミホス	○	○	○	○	○	×	×	×
150	フェナリモル	○	○	○	○	○	×	×	×
151	フェニトロチオン	×	○	○	○	○	×	×	○
152	フェノキサニル	○	○	○	○	○	○	○	○
153	フェノチカルブ	○	○	○	×	○	○	○	○
154	フェノトリオン	○	○	○	○	○	×	×	×
155	フェンアミドン	○	○	○	○	○	×	×	×
156	フェンクロルホス	○	○	○	○	○	○	×	○
157	フェンスルホチオン	○	○	○	○	○	○	○	○
158	フェンチオン	×	○	○	○	○	○	○	○
159	フェントエート	○	○	○	○	×	○	×	○
160	フェンバレート	×	○	×	○	○	×	×	×
161	フェンプロナソール	○	○	○	○	○	○	×	○
162	フェンプロパトリン	○	○	○	○	○	○	○	×
163	フェンプロピモルフ	○	○	○	○	○	○	○	○
164	フサライド	○	○	○	○	○	○	○	○
165	ブタクロール	○	○	○	○	×	×	○	○
166	ブタミホス	○	○	○	○	○	○	○	○
167	ブピリメート	○	○	○	○	○	○	○	○
168	ブプロフェジン	○	○	○	○	○	○	○	○
169	フラムプロップメチル	○	○	○	○	○	○	○	○
170	フルアクリピリム	○	○	○	○	○	×	×	×
171	フルキノナソール	×	○	×	○	○	○	×	○
172	フルジオキシニル	×	×	×	×	×	×	×	×
173	フルシトリネート	×	○	○	×	×	○	×	×
174	フルチアセツメチル	×	×	○	○	×	×	×	×
175	フルトラニル	○	○	○	○	○	○	○	○
176	フルトリアホール	○	○	○	○	○	○	○	○
177	フルバリネート	×	○	×	×	×	○	×	○

○：妥当性評価適合 ×：妥当性評価不適合 除外：基準値が0.01µg/g未満のもの -：未測定項目

* 定量限界が許容範囲外

表9 妥当性評価結果（その4）

No.	項目名	なす	とうもろこし	きゅうり	キャベツ	だいこん	グレープフルーツ	たんかん	きんかん
178	フルフェンピルエチル	×	○	○	○	○	○	×	×
179	フルミオキサジン	○	○	○	○	○	○	○	○
180	フルミクロラックベンチル	○	○	○	○	○	○	○	○
181	フルリドン	×	○	○	○	○	○	○	○
182	プレチラクロール	○	○	○	○	×	○	○	○
183	プロシミドン	○	○	×	○	○	○	○	○
184	プロチオホス	○	○	○	○	○	○	○	○
185	プロパクロール	○	○	○	×	×	○	○	○
186	プロバジン	○	○	○	○	○	○	○	○
187	プロバニル	○	○	○	○	○	○	○	○
188	プロパホス	○	○	○	○	○	○	○	○
189	プロパルギット	○	○	×	○	×	○	○	○
190	プロピコナゾール	○	○	○	○	○	×	×	×
191	プロピザミド	○	○	○	○	○	○	○	○
192	プロヒドロジヤスモン	○	○	○	○	○	○	○	○
193	プロフェノホス	○	○	○	○	○	○	○	○
194	プロボキスル	×	○	○	×	○	○	×	○
195	プロマシル	○	○	○	○	○	○	○	○
196	プロメトリン	○	○	○	○	○	○	○	○
197	プロモプロピレート	○	○	○	○	○	○	○	○
198	プロモホス	○	○	○	○	×	○	×	○
199	プロモホスエチル	○	○	○	○	○	○	○	○
200	ヘキサコナゾール	○	○	○	×	×	×	×	○
201	ヘキサジノン	×	×	×	×	×	×	×	×
202	ベナラキシル	○	○	○	○	○	×	○	×
203	ベノキサコール	○	○	○	○	○	○	○	○
204	ヘプタクロル	×	○	○	○	○	○	○	○
205	ペルメトリン	○	○	○	○	○	×	×	×
206	ペンコナゾール	○	○	○	○	○	○	○	○
207	ペンディメタリン	○	○	○	○	○	○	○	○
208	ベンフルラリン	○	×	○	○	○	○	○	○
209	ベンフレセート	○	○	○	○	○	○	○	○
210	ホサロン	○	○	○	○	×	○	×	○
211	ホスタアゼート	○	○	○	○	○	○	○	×
212	ホスファミドン	○	○	○	○	×	○	○	○
213	ホスメット	×	×	×	×	×	×	×	×
214	ホルモチオン	×	×	×	×	×	×	×	×
215	ホレート	×	×	○	×	○	○	○	○
216	マラチオン	×	○	○	○	×	○	×	○
217	マイクロブタニル	○	○	○	○	○	×	○	○
218	メカルバム	○	○	○	○	○	○	○	○
219	メタラキシル及びメフェノキサム	○	○	○	○	○	○	○	○
220	メチダチオン	×	○	○	×	×	×	×	○
221	メトキシクロール	○	○	○	○	○	○	○	○
222	メトブレン	×	○	○	×	×	×	×	○
223	メトラクロール	○	○	○	○	○	○	○	○
224	メビンホス	○	○	○	×	○	○	○	○
225	メフェナセツト	○	○	○	○	○	○	○	○
226	メフェンピルジェチル	○	○	○	○	○	○	○	○
227	メプロニル	○	○	○	○	○	×	×	×
228	モノクロトホス	×	○	×	×	×	○	×	○
229	レスメトリン	×	○	×	×	○	○	○	×
230	レナシル	○	×	×	×	×	×	○	×
231	アゾキシストロピン	—	—	—	—	—	×	×	×
232	イマザリル	—	—	—	—	—	×	×	×
233	オルトフェニルフェノール	—	—	—	—	—	○	○	○
234	ジフェニル	—	—	—	—	—	×	×	×
235	チアベンダゾール	—	—	—	—	—	×	×	×
適合項目数		179	209	205	192	182	176	156	179

○：妥当性評価適合 ×：妥当性評価不適合 除外：基準値が0.01µg/g未満のもの —：未測定項目

* 定量限界が許容範囲外