

残留農薬分析業務における分析法の検討

LC-MS/MS による一斉試験法（野菜・果実類）対象農薬追加の妥当性検証

佐々木秀幸*1, 守山智章*1, 山田篤司*2, 鈴木徹也*2, 青山吉一*3, 臼井裕一*4

野菜・果実類を対象とした LC-MS/MS 測定による一斉試験法に新たに 24 農薬の追加が可能か検証を行った。検証対象農薬は、センターで分析を行っていない 12 農薬、個別法等で分析を行っている 10 農薬および GC/MS 測定による一斉試験法で分析を行っている 2 農薬の計 24 農薬とした。厚生労働省の「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」に基づき 3 試験室において妥当性評価を行った。その結果、すべての試験室において、分析性能パラメータがガイドラインに示された目標値に適合しており、調査対象農薬の拡大と分析法の集約による効率化が図られると考えられた。

Keywords : 残留農薬, 野菜・果実類, 妥当性評価ガイドライン, 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計

結 言

独立行政法人農林水産消費安全技術センター農薬実態調査課（以下、センター）では、国内産農産物の残留農薬分析を行っている。平成 27 年度は、野菜・果実類において計 124 種の農薬を対象とした。

このうち、厚生労働省通知¹⁾の一斉試験法を基にした「GC/MS・LC/MS による農薬等の一斉試験法（野菜・果実類）」（以下、一斉試験法（野菜・果実類））により、GC/MS で 50 農薬、LC-MS/MS で 35 農薬を、厚生労働省通知による個別試験法または個別試験法の精製工程等に一部修正を加えた方法（以下、個別法）により 24 農薬を、センターで開発した「センター法残留農薬一斉試験法（野菜・果実類）」²⁾（以下、センター法）により 15 農薬の分析を行っている。

今回、調査対象農薬の拡大と分析法の集約による効率化を目的として、一斉試験法（野菜・果実類）のうち、LC-MS/MS における妥当性検証を行い、良好な結果を得たので報告する。

検証対象は、厚生労働省通知の一斉試験法の分析対象から、センターで妥当性未確認のため分析を行っていない 12 農薬、個別法またはセンター

法で分析を行っている 10 農薬、GC/MS 測定による一斉試験法で分析を行っている農薬の一部である 2 農薬の計 24 農薬とした。

検証法は「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について」^{3, 4)}（以下、ガイドライン）に基づく、試験室毎のシングルラボバリデーションとした。

材料および方法

1. 検証を行った試験室

次の 3 試験室で実施した。

- ・ 農薬検査部農薬実態調査課（以下、小平）
- ・ 本部横浜事務所農薬実態調査課（以下、横浜）
- ・ 神戸センター農薬実態調査課（以下、神戸）

2. 対象農薬

2.1. 新規分析農薬（妥当性未確認）

エチプロール、クロラントラニリプロール、シアナジン、ノバルロン、ピラクロストロビン、ファモキサドン、フィプロニル、フェンブコナゾール、フルオピコリド、プロピザミド、プロメトリン、ベンチアバリカルブイソプロピルの 12 農薬。

*1 独立行政法人農林水産消費安全技術センター農薬検査部

*2 独立行政法人農林水産消費安全技術センター本部横浜事務所

*3 独立行政法人農林水産消費安全技術センター神戸センター、現 名古屋センター

*4 独立行政法人農林水産消費安全技術センター神戸センター

2.2. 個別法またはセンター法で分析を行っている農薬（分析法変更）

個別法：シエノピラフェン，ジフェノコナゾール，シラフルオフェン，フルベンジアミド，ヘキサコナゾール，ペンチオピラド，マンジプロパミドの7農薬。

センター法：ピリミホスメチル，ブタミホス，フルバリネートの3農薬。

2.3. GC/MS 測定による一斉試験法で分析を行っている農薬（測定方法変更）

イソキサチオン，メチダチオンの2農薬。

3. 試料および添加濃度

3.1. 試料

平成27年度までのセンターにおける試験対象の中から代表的な作物として、ほうれんそう、なす、かぶ（根）、かきを選定した。試料は農薬の使用履歴が明らかな国内産で、各試験室毎に同一のものを用いた。

3.2. 添加濃度

一律基準である0.01 mg/kg（以下、低濃度）およびその10倍にあたる0.1 mg/kg（以下、高濃度）の2濃度とした。

4. 試薬等

4.1. 標準品

農薬標準品：クロラントラニリプロール，シエノピラフェン，ジフェノコナゾール，シラフルオフェン，フェンブコナゾール，フルベンジアミド，ヘキサコナゾール，ペンチオピラドおよびマンジプロパミドは農薬混合標準溶液（特注品：林純薬工業株式会社，各20 µg/mL，5 mLアンプル瓶，溶媒（アセトニトリル））を使用した。ファモキサドンはDr.Ehrenstorfer GmbH社製，エチプロール，シアナジン，ノバルロン，ピラクロストロビン，ピリミホスメチル，フィプロニル，フルオピコリド，プロピザミド，プロメトリン，ベンチアバリカルブイソプロピルは和光純薬（株）製，ブタミホス，フルバリネートは林純薬工業（株）製，イソキサチオンは関東化学（株）製，メチダチオンはシグマアルドリッチ社製の，残留農薬試験用またはその同等品を使用した。農薬混合標準溶液に含まれない農薬は，各農薬標準品をアセトニ-

トリルで溶解し500 µg/mLの標準原液を調製した。

試験標準液：各標準原液を混合しアセトニトリルで希釈して20 µg/mLの混合標準液を調製した。混合標準液と農薬混合標準溶液を混合し，アセトニトリルで希釈して2 µg/mLの試験標準液とした。

添加回収試験用標準液および検量線用標準液：試験標準液をアセトニトリルで適宜希釈して調製した。

4.2. 試薬

アセトニトリル（残留農薬試験用および液体クロマトグラフ質量分析計用），トルエン（残留農薬試験用），アセトン（残留農薬試験用），n-ヘキサン（残留農薬試験用），メタノール（液体クロマトグラフ質量分析計用），リン酸トリフェニル（特級），塩化ナトリウム（残留農薬試験用），リン酸水素二カリウム（特級），リン酸二水素カリウム（特級），水酸化ナトリウム（特級），塩酸（特級），無水硫酸ナトリウム（残留農薬試験用），酢酸アンモニウム溶液（高速液体クロマトグラフ用）およびケイソウ土（セライト545）を使用した。

4.3. 調製試薬

0.5 mol/Lリン酸緩衝液（pH 7.0）：リン酸水素二カリウム52.7 gおよびリン酸二水素カリウム30.2 gを量り採り，水約500 mLに溶解し，1 mol/L水酸化ナトリウムまたは1 mol/L塩酸を用いてpH 7.0に調整した後，水を加えて1 Lとした。

4.4. ろ紙

桐山ロート用ろ紙 No.5A-60

4.5. グラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム

SUPELCO 製 ENVI-Carb/LC-NH2 500 mg/500 mg

4.6. 水

超純水製造装置（メルクミリポア製）で製造した超純水を使用した。

4.7. ロータリーエバポレーター

BÜCHI 製 R-200, R-210

4.8. 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計

LC 部：Waters 製 ACQUITY UPLC System
(小平, 神戸, 横浜)

MS 部：Waters 製 Premier XE (小平, 神戸)
：Waters 製 ACQUITY TQD (横浜)

5. 前処理方法

5.1. 抽出

図1の一斉試験法(野菜・果実類)前処理フローに従い試料から農薬をアセトニトリルで抽出し, 抽出液に塩化ナトリウムおよび 0.5 mol/L リン酸緩衝液 (pH 7.0) を加えて振とうした後, 水層を分離除去した.

添加回収試験は, 試料に添加回収試験用標準液を添加し 30 分程度放置した後抽出を開始した.

5.2. 精製

アセトニトリル層を脱水の後, グラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラムで精製し, リン酸トリフェニル (内標準物質) 1 µg/mL を含むアセトンおよび n-ヘキサン (1:1) 混液を加えて, 試験溶液とした (GC/MS 用試験溶液).

この試験溶液 0.125 mL を採り乾固後, アセトニトリルで 0.5 mL としたものを LC-MS/MS 用試験溶液とした.

6. 測定条件

LC-MS/MS による測定イオンおよび測定条件は, 表1から表3のとおりとした. なお, 既に妥当性を確認している 35 農薬の測定条件はそのままとし, 新たに 24 農薬が同時に測定できる条件を作成した.

注入は各測定条件毎に行うこととした.

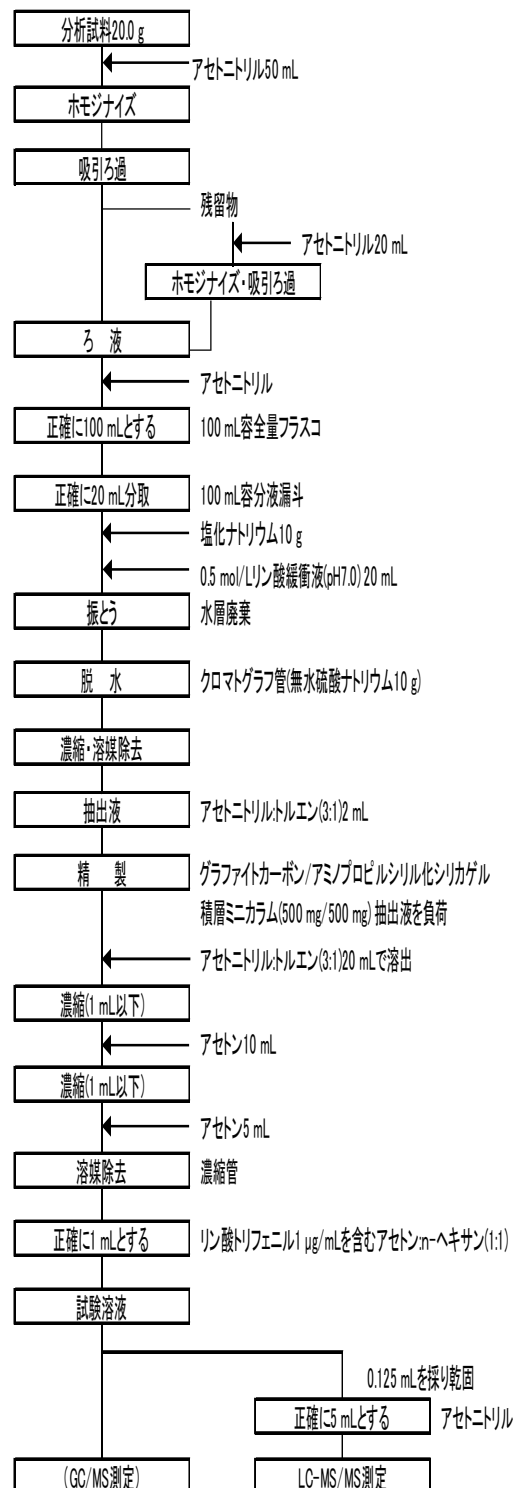


図1.一斉試験法(野菜・果実類)前処理フロー

表 1. LC-MS/MS 測定イオン

農薬名	測定モード	モニターイオン (定量) m/z	モニターイオン (定性) m/z
イキチオン	+	314 > 105	314 > 97
エチプロール	+	397 > 351	397 > 255
クロラントラニプロール	+	484 > 286	484 > 453
シアジゲン	+	241 > 214	241 > 96
シエビラフェン	+	394 > 310	394 > 254
ジフェコナゾール	+	406 > 251	406 > 337
シラフルオフェン	+	426 > 287	426 > 168
ノルフロン	+	493 > 158	493 > 141
ピラロキシプロン	+	388 > 194	388 > 163
ピリメタメチル	+	306 > 108	306 > 164
フアキサドロン	+	392 > 331	392 > 238
フィプロロル	-	435 > 330	435 > 250
フェンコナゾール	+	337 > 70	337 > 125
ブタミホス	+	333 > 152	333 > 180
フルベコリド	+	385 > 175	385 > 173
フルベリネート	+	503 > 208	503 > 181
フルベンジアミド	-	681 > 254	681 > 274
プロピザミド	+	256 > 190	256 > 173
プロトリン	+	242 > 158	242 > 200
ヘキサコナゾール	+	314 > 70	316 > 70
ベンチオバリカルブイプロピル	+	382 > 116	382 > 180
ベンチオピラト	+	360 > 276	360 > 177
マンジプロバミド	+	412 > 328	412 > 356
メチチオン	+	303 > 145	303 > 85

表 2. LC-MS/MS 測定条件

カラム	: Wako 製 Wakopak Ultra C18-2 2.1 mm i.d. ×100 mm, 2 μm
流量	: 0.353 mL/min
カラム温度	: 40 °C
注入量	: 2 μL
移動相	: A 液 5 mmol/L 酢酸アンモニウム水溶液 B 液 5 mmol/L 酢酸アンモニウムメタノール溶液 (グラジエント条件: 表 3)
イオン化法	: エレクトロスプレーイオン化法 (ESI+, ESI-)
測定法	: 多重反応モニタリング法 (MRM)
イオン源温度	: 120 °C
脱溶媒ガス温度	: 400 °C
脱溶媒ガス流量	: 800 L/hr

表 3. グラジエント条件

時間 (min)	A 液:B 液 (比)		A 液:B 液 (比)
0 ~ 0.29	85:15	→	60:40
~ 1.23			60:40
~ 2.18	60:40	→	50:50
~ 2.93	50:50	→	45:55
~ 6.52	45:55	→	5:95
~ 10			5:95

7. 試験法の妥当性評価方法

7.1. 枝分かれ試験

ガイドラインに示された実験例に基づき、各試験室において低濃度および高濃度の添加回収試験をそれぞれ 2 併行で、異なる実施日または実施者で 5 回繰り返した。

7.2. 選択性の確認

あらかじめ検証の対象となる農薬を含まないことを確認した試料 (以下、ブランク試料) の試験溶液を作製し、LC-MS/MS で測定して定量を妨害するピークの有無を確認した。

7.3. 検量線の直線性の確認

0.0005, 0.001, 0.002, 0.005, 0.01, 0.02, 0.05 および 0.1 μg/mL の検量線用標準液を調製した。これらの標準液を LC-MS/MS に注入し、得られたクロマトグラムのピーク面積から検量線を作成し、0.0005 μg/mL から順次、測定濃度を大きくして、0.1 μg/mL まで相関係数 (r) が 0.995 以上を維持しているか確認した。

7.4. 検出限界および定量限界の確認

検出限界の目標値は 0.005 mg/kg、定量限界の目標値は 0.01 mg/kg とした。ブランク試料溶液に 0.0005 μg/mL となるように標準液を添加したものを 10 回、ブランク試料溶液を 5 回ランダムに測定し、正味の測定値 (ブランク試料溶液の測定値を差し引いた測定値) から試料中濃度に換算した値の標準偏差 σ を求めた。標準偏差 σ に 3.67⁵⁾ を乗じた値を検出限界とし、標準偏差 σ に 10 を乗じたものを定量限界とした。

7.5. 真度および精度の確認

ガイドラインに従い、低濃度は真度 (回収率) が 70~120 %, 併行精度が 25 %未満、室内精度が 30 %未満、高濃度は真度が 70~120 %, 併行精度が 15 %未満、室内精度が 20 %未満を目標値 (表 4 参照) とした。

表 4. ガイドラインに示された真度および精度の目標値

濃度 (ppm)	真度 (%)	併行精度 (RSD %)	室内精度 (RSD %)
≤0.001	70~120	30 >	35 >
0.001 < ~ ≤0.01	70~120	25 >	30 >
0.01 < ~ ≤0.1	70~120	15 >	20 >
0.1 <	70~120	10 >	15 >

8. 結果および考察

8.1. 妥当性評価の結果

8.1.1. 選択性

ブランク試料について分析を行ったところ、いずれの農薬においても定量の妨害となるピークは認められず、選択性に問題がないことを確認した。

8.1.2. 検量線の直線性

各試験室の検量線の直線性の結果を表5に示した。すべての農薬について、0.0005~0.1 µg/mLの範囲で相関係数 (r) が0.995以上であることを確認した。

表5. 直線性の範囲と相関係数

農薬名	直線性の範囲 (µg/mL)	相関係数 (r)		
		小平	横浜	神戸
イソキサチオン	0.0005-0.1	1.0000	0.9999	1.0000
エチプロール	0.0005-0.1	0.9999	0.9998	0.9994
クロラントリプリブ ロール	0.0005-0.1	0.9999	0.9998	0.9997
シアナジン	0.0005-0.1	0.9999	0.9997	0.9999
シエビラフェン	0.0005-0.1	1.0000	0.9998	1.0000
ジフェノコナゾール	0.0005-0.1	0.9999	0.9999	0.9999
シラフルオフェン	0.0005-0.1	1.0000	0.9999	1.0000
ノバルロン	0.0005-0.1	1.0000	0.9996	0.9995
ピラカロスタロビン	0.0005-0.1	0.9996	0.9999	0.9998
ピリミホスメチル	0.0005-0.1	1.0000	0.9999	0.9999
ファモキサトール	0.0005-0.1	1.0000	0.9999	0.9999
フィプロニル	0.0005-0.1	1.0000	0.9999	1.0000
フェンプロコナゾール	0.0005-0.1	0.9999	0.9992	0.9995
ブタミホス	0.0005-0.1	0.9998	0.9999	1.0000
フルオビコリトール	0.0005-0.1	0.9999	0.9998	1.0000
フルバリンネート	0.0005-0.1	0.9999	1.0000	1.0000
フルベシジファミド	0.0005-0.1	0.9999	0.9991	0.9998
プロピザミド	0.0005-0.1	1.0000	0.9999	0.9998
プロメトリン	0.0005-0.1	1.0000	0.9998	0.9999
ヘキサコナゾール	0.0005-0.1	0.9998	0.9991	0.9992
ベンチアバリカルブ	0.0005-0.1	0.9996	0.9998	1.0000
イソプロピル				
ベンチオビラトール	0.0005-0.1	1.0000	0.9997	0.9998
マンジプロバミド	0.0005-0.1	0.9999	0.9995	1.0000
メチダチオン	0.0005-0.1	1.0000	0.9997	1.0000

8.1.3. 検出限界および定量限界

各試験室の検出限界および定量限界の結果を表6から表9に示した。いずれも目標値を満たしていた。

8.1.4. 真度および精度

各試験室の真度 (回収率) および精度 (併行精度および室内精度) の結果を表10から表13に示した。

真度は、回収率がいずれもガイドラインに示された目標値70~120%の範囲内であった。

併行精度および室内精度は、いずれもガイドラインに示された目標値を満たしていた。

8.1.5. 空間再現精度の結果

参考としてすべての結果 (3試験室それぞれにおいて1回当たり2併行、異なる実施日または異なる実施者で5回繰り返しの枝分かかれ試験) から求めた真度 (回収率) および精度 (併行精度および室内精度) を表14から表17に示した。この結果についてもすべての農薬でガイドラインの目標値を満たしていた。

表 6. 検出限界および定量限界（ほうれんそう）

農薬名	検出限界 (mg/kg)			定量限界 (mg/kg)		
	小平	横浜	神戸	小平	横浜	神戸
イソキサチオン	0.0022	0.0020	0.0007	0.0060	0.0054	0.0018
エチプロール	0.0021	0.0023	0.0011	0.0058	0.0062	0.0030
クロラントラニリプロール	0.0033	0.0021	0.0019	0.0091	0.0058	0.0052
シアナジン	0.0015	0.0008	0.0004	0.0040	0.0022	0.0011
シエノピラフェン	0.0012	0.0007	0.0003	0.0034	0.0020	0.0009
ジフェノコナゾール	0.0015	0.0015	0.0008	0.0042	0.0042	0.0022
シラフルオフエン	0.0015	0.0009	0.0010	0.0042	0.0026	0.0027
ノバルロン	0.0024	0.0025	0.0012	0.0065	0.0069	0.0033
ピラクロストロビン	0.0023	0.0016	0.0020	0.0064	0.0042	0.0055
ピリミホスメチル	0.0031	0.0017	0.0013	0.0084	0.0045	0.0035
ファモキサドン	0.0030	0.0024	0.0017	0.0081	0.0067	0.0046
フィプロニル	0.0031	0.0012	0.0028	0.0085	0.0031	0.0076
フェンブコナゾール	0.0018	0.0010	0.0016	0.0050	0.0029	0.0044
ブタミホス	0.0032	0.0028	0.0017	0.0086	0.0077	0.0046
フルオピコリド	0.0033	0.0015	0.0011	0.0090	0.0042	0.0029
フルバリネート	0.0012	0.0019	0.0014	0.0033	0.0050	0.0039
フルベンジアミド	0.0017	0.0019	0.0035	0.0048	0.0052	0.0095
プロピザミド	0.0016	0.0019	0.0018	0.0043	0.0053	0.0048
プロメトリン	0.0018	0.0017	0.0010	0.0050	0.0047	0.0027
ヘキサコナゾール	0.0028	0.0015	0.0022	0.0075	0.0040	0.0060
ベンチアバリカルブイソプロピル	0.0017	0.0013	0.0011	0.0047	0.0034	0.0029
ベンチオピラド	0.0019	0.0007	0.0009	0.0050	0.0019	0.0024
マンジプロパミド	0.0033	0.0013	0.0008	0.0089	0.0034	0.0022
メチダチオン	0.0031	0.0011	0.0012	0.0084	0.0029	0.0032

表 7. 検出限界および定量限界（なす）

農薬名	検出限界 (mg/kg)			定量限界 (mg/kg)		
	小平	横浜	神戸	小平	横浜	神戸
イソキサチオン	0.0027	0.0028	0.0011	0.0074	0.0076	0.0030
エチプロール	0.0029	0.0029	0.0008	0.0079	0.0079	0.0023
クロラントラニリプロール	0.0029	0.0027	0.0007	0.0078	0.0073	0.0019
シアナジン	0.0009	0.0007	0.0004	0.0026	0.0020	0.0010
シエノピラフェン	0.0006	0.0021	0.0004	0.0015	0.0057	0.0011
ジフェノコナゾール	0.0017	0.0012	0.0006	0.0047	0.0033	0.0015
シラフルオフエン	0.0011	0.0009	0.0005	0.0029	0.0024	0.0012
ノバルロン	0.0020	0.0024	0.0009	0.0055	0.0065	0.0024
ピラクロストロビン	0.0026	0.0022	0.0013	0.0071	0.0060	0.0036
ピリミホスメチル	0.0023	0.0036	0.0017	0.0062	0.0097	0.0047
ファモキサドン	0.0020	0.0036	0.0034	0.0055	0.0097	0.0093
フィプロニル	0.0023	0.0025	0.0026	0.0061	0.0067	0.0071
フェンブコナゾール	0.0018	0.0030	0.0015	0.0048	0.0081	0.0040
ブタミホス	0.0021	0.0029	0.0033	0.0057	0.0080	0.0089
フルオピコリド	0.0020	0.0033	0.0016	0.0054	0.0090	0.0044
フルバリネート	0.0018	0.0009	0.0018	0.0049	0.0025	0.0048
フルベンジアミド	0.0021	0.0027	0.0018	0.0059	0.0073	0.0049
プロピザミド	0.0024	0.0021	0.0014	0.0065	0.0057	0.0037
プロメトリン	0.0018	0.0026	0.0004	0.0048	0.0069	0.0011
ヘキサコナゾール	0.0017	0.0020	0.0033	0.0046	0.0056	0.0089
ベンチアバリカルブイソプロピル	0.0017	0.0027	0.0007	0.0046	0.0074	0.0018
ベンチオピラド	0.0014	0.0020	0.0005	0.0038	0.0054	0.0015
マンジプロパミド	0.0023	0.0028	0.0007	0.0062	0.0075	0.0019
メチダチオン	0.0026	0.0014	0.0010	0.0070	0.0039	0.0028

表 8. 検出限界および定量限界（かぶ（根））

農薬名	検出限界 (mg/kg)			定量限界 (mg/kg)		
	小平	横浜	神戸	小平	横浜	神戸
イソキサチオン	0.0018	0.0022	0.0010	0.0050	0.0061	0.0028
エチプロール	0.0023	0.0023	0.0011	0.0063	0.0063	0.0030
クロラントラニリプロール	0.0029	0.0014	0.0019	0.0079	0.0039	0.0053
シアナジン	0.0008	0.0008	0.0003	0.0021	0.0023	0.0009
シエノピラフェン	0.0007	0.0007	0.0003	0.0020	0.0018	0.0009
ジフェノコナゾール	0.0012	0.0011	0.0009	0.0033	0.0031	0.0024
シラフルオフエン	0.0012	0.0008	0.0006	0.0032	0.0021	0.0016
ノバルロン	0.0014	0.0026	0.0008	0.0039	0.0072	0.0021
ピラクロストロビン	0.0021	0.0021	0.0019	0.0058	0.0057	0.0051
ピリミホスメチル	0.0026	0.0018	0.0009	0.0070	0.0049	0.0024
ファモキサドン	0.0021	0.0028	0.0034	0.0056	0.0077	0.0092
フィプロニル	0.0032	0.0013	0.0032	0.0087	0.0034	0.0088
フェンブコナゾール	0.0016	0.0011	0.0018	0.0044	0.0031	0.0050
ブタミホス	0.0015	0.0028	0.0011	0.0041	0.0077	0.0029
フルオピコリド	0.0024	0.0015	0.0009	0.0066	0.0040	0.0024
フルバリネート	0.0014	0.0024	0.0006	0.0038	0.0064	0.0016
フルベンジアミド	0.0018	0.0024	0.0033	0.0049	0.0065	0.0089
プロピザミド	0.0021	0.0016	0.0011	0.0058	0.0043	0.0030
プロメトリン	0.0020	0.0015	0.0012	0.0055	0.0041	0.0033
ヘキサコナゾール	0.0031	0.0011	0.0021	0.0083	0.0029	0.0058
ベンチアバリカルブイソプロピル	0.0020	0.0009	0.0011	0.0054	0.0024	0.0030
ベンチオピラド	0.0019	0.0010	0.0009	0.0052	0.0026	0.0026
マンジプロパミド	0.0022	0.0014	0.0012	0.0060	0.0038	0.0032
メチダチオン	0.0015	0.0011	0.0011	0.0041	0.0029	0.0031

表 9. 検出限界および定量限界（かき）

農薬名	検出限界 (mg/kg)			定量限界 (mg/kg)		
	小平	横浜	神戸	小平	横浜	神戸
イソキサチオン	0.0016	0.0021	0.0009	0.0044	0.0058	0.0026
エチプロール	0.0027	0.0027	0.0009	0.0072	0.0074	0.0025
クロラントラニリプロール	0.0031	0.0019	0.0018	0.0086	0.0053	0.0050
シアナジン	0.0006	0.0003	0.0004	0.0016	0.0009	0.0012
シエノピラフェン	0.0007	0.0014	0.0005	0.0019	0.0037	0.0014
ジフェノコナゾール	0.0007	0.0015	0.0007	0.0020	0.0040	0.0020
シラフルオフエン	0.0008	0.0011	0.0004	0.0023	0.0030	0.0011
ノバルロン	0.0018	0.0022	0.0009	0.0048	0.0061	0.0026
ピラクロストロビン	0.0018	0.0014	0.0015	0.0049	0.0039	0.0040
ピリミホスメチル	0.0019	0.0032	0.0023	0.0053	0.0087	0.0063
ファモキサドン	0.0027	0.0019	0.0021	0.0073	0.0052	0.0057
フィプロニル	0.0022	0.0011	0.0017	0.0060	0.0030	0.0048
フェンブコナゾール	0.0016	0.0030	0.0013	0.0043	0.0083	0.0036
ブタミホス	0.0019	0.0025	0.0028	0.0051	0.0068	0.0077
フルオピコリド	0.0025	0.0021	0.0018	0.0068	0.0057	0.0049
フルバリネート	0.0013	0.0016	0.0010	0.0036	0.0043	0.0028
フルベンジアミド	0.0023	0.0021	0.0020	0.0062	0.0057	0.0055
プロピザミド	0.0018	0.0029	0.0023	0.0049	0.0080	0.0062
プロメトリン	0.0021	0.0021	0.0009	0.0057	0.0057	0.0024
ヘキサコナゾール	0.0021	0.0018	0.0013	0.0056	0.0050	0.0034
ベンチアバリカルブイソプロピル	0.0012	0.0022	0.0010	0.0032	0.0061	0.0027
ベンチオピラド	0.0023	0.0019	0.0008	0.0061	0.0053	0.0022
マンジプロパミド	0.0030	0.0028	0.0007	0.0083	0.0077	0.0020
メチダチオン	0.0021	0.0007	0.0010	0.0057	0.0018	0.0026

表 10. 3 試験室の回収率, 併行精度および室内精度 (ほうれんそう)

農薬名		回収率 (%) n=10		併行精度 (RSD %)		室内精度 (RSD %)	
		低濃度	高濃度	低濃度	高濃度	低濃度	高濃度
		目標値	70~120	70~120	< 25	< 15	< 30
イソキサチオン	小平	95.2	99.1	5.5	8.2	9.4	8.2
	横浜	102.1	100.4	4.2	6.0	5.4	6.2
	神戸	104.5	99.3	4.0	6.0	7.4	7.3
エチプロール	小平	99.7	97.3	6.7	4.3	8.6	6.8
	横浜	106.1	100.7	3.3	4.6	7.6	5.5
	神戸	101.0	99.6	5.9	8.6	9.6	8.6
クロラントラニリプロール	小平	98.4	95.3	3.4	7.4	11.8	8.9
	横浜	107.9	109.3	7.8	3.6	8.8	6.0
	神戸	99.1	102.0	12.6	5.7	12.6	8.5
シアナジン	小平	101.2	98.9	2.9	5.2	5.5	6.4
	横浜	105.2	102.8	2.8	3.4	3.2	3.5
	神戸	100.6	99.1	2.6	4.7	7.2	5.8
シエノピラフェン	小平	84.5	83.8	5.7	5.9	7.0	10.6
	横浜	89.3	88.4	2.4	2.4	6.6	5.6
	神戸	84.9	86.8	5.5	6.7	9.7	9.5
ジフェノコナゾール	小平	98.3	95.9	8.5	5.3	9.4	5.3
	横浜	100.5	101.3	7.2	2.9	7.2	3.8
	神戸	98.9	98.6	6.3	5.6	6.9	7.2
シラフルオフェン	小平	92.9	92.6	5.7	10.5	6.1	12.3
	横浜	93.6	92.6	2.1	2.5	7.0	4.9
	神戸	101.8	98.3	2.8	5.9	7.6	9.3
ノバルロン	小平	94.8	96.6	12.4	4.5	16.0	4.6
	横浜	97.3	99.4	3.7	2.8	8.1	4.8
	神戸	88.1	96.0	6.6	9.4	14.2	12.9
ピラクロストロビン	小平	97.0	96.7	7.3	7.6	7.3	7.6
	横浜	100.8	100.4	11.0	4.2	11.0	4.2
	神戸	95.9	100.5	10.8	3.9	10.8	9.1
ピリミホスメチル	小平	97.3	94.9	12.0	6.3	12.0	7.3
	横浜	97.5	100.6	4.5	3.1	5.7	5.7
	神戸	94.3	98.5	7.2	6.3	8.7	8.1
ファモキサドン	小平	95.6	95.7	7.6	6.6	12.8	9.7
	横浜	102.4	98.9	5.6	4.5	12.6	4.5
	神戸	94.8	97.8	10.3	5.9	10.3	8.3
フィプロニル	小平	94.0	96.9	9.9	9.4	9.9	9.8
	横浜	97.2	101.6	0.9	3.3	4.9	4.0
	神戸	97.4	97.2	7.4	2.8	14.3	8.2
フェンブコナゾール	小平	98.4	97.2	9.7	5.3	12.6	6.2
	横浜	100.0	99.7	6.1	3.8	6.1	4.4
	神戸	98.4	99.3	6.4	4.5	8.9	6.0
ブタミホス	小平	96.9	95.5	9.0	5.7	10.6	5.7
	横浜	100.9	98.1	11.1	3.9	11.1	3.9
	神戸	101.5	96.3	9.3	4.1	10.4	5.5
フルオピコリド	小平	94.2	100.4	9.0	3.9	9.6	5.3
	横浜	99.8	100.8	7.5	2.6	9.2	4.5
	神戸	96.1	102.3	5.3	5.0	5.8	8.2
フルバリネート	小平	88.9	84.9	4.6	7.5	12.0	10.1
	横浜	98.4	95.8	9.0	1.4	11.0	4.2
	神戸	101.9	97.3	5.1	8.9	10.3	8.9
フルベンジアミド	小平	100.3	100.9	4.7	6.3	10.3	8.1
	横浜	99.6	100.7	5.4	3.9	10.9	6.1
	神戸	98.9	99.2	7.5	7.5	11.5	9.0
プロピザミド	小平	103.9	98.7	12.0	8.0	12.0	8.0
	横浜	100.1	99.7	4.1	3.3	6.7	3.8
	神戸	96.8	96.8	9.5	6.9	12.5	6.9
プロメトリン	小平	97.0	100.3	10.7	7.0	10.7	7.8
	横浜	105.2	102.3	8.1	4.5	9.0	4.5
	神戸	98.5	99.9	4.4	7.4	5.2	7.4
ヘキサコナゾール	小平	104.2	99.8	6.3	5.4	7.4	5.5
	横浜	104.4	100.8	2.9	2.4	6.0	4.2
	神戸	99.8	98.7	4.1	5.7	9.3	7.5
ベンチアバリカルブイソプロピル	小平	103.0	98.3	13.7	7.9	13.7	7.9
	横浜	104.2	101.6	4.2	3.6	6.1	3.6
	神戸	95.5	100.2	5.9	4.3	9.3	9.4
ベンチオピラド	小平	94.6	99.2	6.7	8.3	8.1	8.3
	横浜	100.4	101.1	6.3	4.7	6.3	5.2
	神戸	99.3	99.5	5.0	3.8	7.2	7.0
マンジプロパミド	小平	96.4	96.7	8.7	6.5	10.6	6.5
	横浜	104.4	99.8	7.2	4.2	7.4	6.0
	神戸	102.7	100.0	3.0	7.7	7.4	7.7
メチダチオン	小平	99.8	98.0	6.2	8.2	7.2	8.2
	横浜	103.1	101.5	5.8	3.9	5.8	4.6
	神戸	105.3	100.3	3.9	6.7	8.9	8.9

表 11. 3 試験室の回収率, 併行精度および室内精度 (なす)

農薬名		回収率 (%) n=10		併行精度 (RSD %)		室内精度 (RSD %)	
		低濃度	高濃度	低濃度	高濃度	低濃度	高濃度
		目標値	70~120	70~120	< 25	< 15	< 30
イソキサチオン	小平	97.4	93.1	9.9	5.0	9.9	6.1
	横浜	93.6	97.8	9.8	3.4	13.7	9.4
	神戸	99.4	96.6	6.1	5.5	7.5	6.1
エチプロール	小平	96.9	93.3	6.8	5.4	8.3	6.7
	横浜	85.3	97.8	3.2	3.4	6.8	9.8
	神戸	95.3	98.0	4.8	6.0	5.1	7.0
クロラントラニリプロール	小平	90.1	87.5	10.8	4.7	16.9	5.7
	横浜	102.0	110.7	7.6	2.4	8.4	6.0
	神戸	102.2	95.8	5.5	7.1	8.6	11.9
シアナジン	小平	95.0	94.7	3.9	4.7	4.3	4.7
	横浜	91.9	99.0	2.1	1.6	3.9	5.5
	神戸	98.4	97.9	4.0	5.7	4.0	5.8
シエノピラフェン	小平	88.9	86.0	3.5	4.4	8.6	8.0
	横浜	84.7	89.4	10.0	1.7	10.0	6.4
	神戸	92.8	92.2	2.4	5.6	4.3	9.4
ジフェノコナゾール	小平	94.8	93.2	3.8	4.5	8.3	5.7
	横浜	92.8	99.0	5.6	2.8	7.0	8.8
	神戸	99.4	93.8	5.3	4.6	5.3	8.2
シラフルオフェン	小平	96.0	95.0	6.1	2.4	7.2	3.7
	横浜	103.1	100.4	2.3	2.7	9.9	8.8
	神戸	102.0	99.0	4.2	5.6	4.2	6.8
ノバルロン	小平	99.0	98.2	14.2	9.9	14.2	10.4
	横浜	96.1	98.8	9.9	3.4	15.0	8.9
	神戸	98.8	98.9	10.2	9.0	12.4	9.1
ピラクロストロビン	小平	89.5	93.2	8.3	5.4	8.3	5.4
	横浜	90.3	97.3	12.9	4.5	12.9	5.9
	神戸	95.8	94.9	11.8	9.7	17.2	9.7
ピリミホスメチル	小平	90.0	85.5	10.4	2.9	11.2	7.1
	横浜	86.0	95.8	9.3	1.9	9.3	4.5
	神戸	97.3	91.8	6.1	7.3	7.9	8.5
ファモキサドン	小平	88.2	91.8	12.6	6.1	16.3	9.1
	横浜	92.9	93.2	8.8	3.5	8.8	5.2
	神戸	98.9	93.9	8.6	3.0	10.4	10.0
フィプロニル	小平	92.0	93.7	7.8	6.7	9.3	7.1
	横浜	95.7	97.9	6.8	1.2	6.8	8.0
	神戸	98.9	100.9	7.5	5.6	10.7	9.1
フェンブコナゾール	小平	103.1	95.8	9.4	5.7	9.4	5.7
	横浜	91.8	99.1	10.5	1.8	10.5	9.9
	神戸	100.2	97.5	5.7	6.8	6.8	9.4
ブタミホス	小平	92.6	93.8	10.0	4.7	10.0	6.3
	横浜	93.1	95.4	4.6	2.7	9.6	12.9
	神戸	95.9	94.1	11.0	6.3	11.0	8.8
フルオピコリド	小平	93.6	93.6	11.2	5.5	13.2	5.5
	横浜	94.8	95.0	13.3	5.0	13.8	9.9
	神戸	98.6	99.0	5.7	5.9	6.5	7.2
フルバリネート	小平	92.4	95.0	9.1	4.2	9.1	4.2
	横浜	99.1	99.1	6.0	2.1	13.1	8.2
	神戸	103.7	97.2	2.6	5.1	8.3	7.2
フルベンジアミド	小平	95.2	95.2	8.4	5.4	11.3	5.8
	横浜	94.4	95.9	6.2	3.0	7.5	7.3
	神戸	100.7	100.8	4.8	4.9	7.2	7.1
プロピザミド	小平	96.0	89.4	11.5	4.2	11.7	8.8
	横浜	96.3	96.8	8.4	4.0	12.7	7.3
	神戸	97.9	96.0	7.2	9.0	7.2	9.0
プロメトリン	小平	85.5	91.7	7.2	6.3	10.3	6.3
	横浜	92.7	97.8	3.9	2.6	4.1	7.3
	神戸	96.9	96.1	4.0	6.1	5.8	8.4
ヘキサコナゾール	小平	89.1	96.3	12.0	3.4	14.0	4.7
	横浜	96.0	100.3	5.4	2.0	5.9	9.8
	神戸	95.7	94.9	10.7	9.4	10.7	9.4
ベンチアバリカルブイソプロピル	小平	96.1	95.1	5.9	5.4	5.9	5.6
	横浜	96.2	99.1	9.1	4.0	10.1	5.4
	神戸	104.0	100.3	4.2	6.2	6.8	8.3
ベンチオピラド	小平	96.3	93.1	9.2	6.2	10.5	6.2
	横浜	93.3	99.3	7.1	1.6	7.5	6.3
	神戸	99.3	98.4	3.0	4.8	3.0	7.7
マンジプロパミド	小平	99.7	95.3	14.2	4.2	14.2	4.8
	横浜	93.9	98.0	5.5	2.8	7.8	6.8
	神戸	99.9	98.6	5.0	7.2	7.3	7.2
メチダチオン	小平	92.3	90.9	8.3	3.0	8.3	6.8
	横浜	92.4	97.1	5.1	2.1	8.0	7.4
	神戸	97.6	96.4	3.3	5.7	4.1	5.7

表 12. 3 試験室の回収率, 併行精度および室内精度 (かぶ (根))

農薬名		回収率 (%) n=10		併行精度 (RSD %)		室内精度 (RSD %)	
		低濃度	高濃度	低濃度	高濃度	低濃度	高濃度
		目標値	70~120	70~120	< 25	< 15	< 30
イソキサチオン	小平	95.3	97.9	6.0	6.9	7.2	6.9
	横浜	101.6	103.0	6.3	4.7	8.7	4.8
	神戸	98.9	95.1	4.6	2.4	9.1	3.8
エチプロール	小平	98.9	96.7	8.4	6.2	8.4	6.2
	横浜	103.9	102.2	10.2	4.6	11.0	5.0
	神戸	98.3	97.2	7.7	2.5	10.3	7.3
クロラントラニリプロール	小平	95.0	92.7	10.2	4.3	10.2	6.9
	横浜	107.8	110.9	6.5	4.3	9.7	5.9
	神戸	97.3	98.7	12.8	2.9	13.0	7.0
シアナジン	小平	101.1	97.9	2.0	6.1	4.1	6.1
	横浜	105.3	103.5	4.7	2.5	5.2	3.5
	神戸	96.3	97.2	4.7	2.4	10.7	5.1
シエノピラフェン	小平	85.8	84.5	2.7	4.6	7.8	9.3
	横浜	94.0	93.6	4.6	2.5	6.4	5.9
	神戸	84.7	83.6	3.9	3.8	12.6	7.2
ジフェノコナゾール	小平	99.6	96.1	4.8	3.9	4.8	4.0
	横浜	101.0	102.1	8.9	2.7	8.9	3.9
	神戸	97.5	94.9	2.7	3.3	12.2	4.0
シラフルオフェン	小平	99.6	102.9	5.1	5.2	6.6	8.1
	横浜	101.6	100.8	4.6	4.4	5.7	5.7
	神戸	97.9	91.8	4.8	2.9	15.5	11.4
ノバルロン	小平	96.7	99.9	17.2	9.4	17.2	9.4
	横浜	102.8	103.3	9.3	6.0	12.9	6.3
	神戸	96.5	95.5	13.8	9.4	14.1	17.9
ピラクロストロビン	小平	96.2	97.0	10.1	6.0	11.4	6.2
	横浜	107.1	102.5	1.9	4.7	6.7	5.4
	神戸	96.8	97.2	7.9	2.7	13.9	6.6
ピリミホスメチル	小平	92.8	90.5	5.5	6.5	11.4	10.1
	横浜	104.0	102.0	5.1	2.0	7.5	6.1
	神戸	88.8	90.0	4.7	2.8	12.7	9.4
ファモキサドン	小平	95.6	95.6	10.0	6.5	10.0	7.5
	横浜	104.3	99.3	7.0	3.9	9.5	4.0
	神戸	98.6	96.4	3.1	5.4	14.6	7.4
フィプロニル	小平	95.9	98.6	11.3	7.8	11.7	7.8
	横浜	101.2	104.6	4.3	3.0	8.0	3.5
	神戸	100.5	97.7	6.1	5.9	11.1	7.6
フェンブコナゾール	小平	94.3	96.9	9.5	6.2	12.0	6.2
	横浜	103.2	102.2	4.7	4.9	8.0	5.9
	神戸	102.3	97.1	3.1	3.4	10.4	4.8
ブタミホス	小平	95.1	97.4	4.7	8.8	5.8	8.8
	横浜	104.7	101.3	9.6	3.9	9.6	4.0
	神戸	95.4	95.9	6.0	2.7	13.4	8.1
フルオピコリド	小平	98.0	98.8	9.9	6.3	9.9	6.3
	横浜	103.9	102.9	4.0	2.4	4.0	3.6
	神戸	94.6	99.7	9.9	2.1	9.9	5.1
フルバリネート	小平	102.8	100.8	2.7	4.2	5.0	6.9
	横浜	101.2	101.4	6.6	6.5	6.6	7.1
	神戸	98.7	97.1	4.1	3.5	13.6	4.3
フルベンジアミド	小平	96.0	99.1	8.0	4.2	8.0	5.1
	横浜	105.8	105.2	7.2	2.8	9.7	5.4
	神戸	95.2	96.3	3.8	2.5	9.6	5.8
プロピザミド	小平	97.1	95.5	6.7	4.6	6.7	7.6
	横浜	102.1	100.9	4.3	2.8	7.5	4.7
	神戸	90.3	95.6	4.9	4.1	8.8	8.7
プロメトリン	小平	101.5	100.2	7.9	4.7	11.6	5.9
	横浜	103.8	103.3	7.9	3.7	11.2	4.4
	神戸	96.0	96.2	2.0	2.8	9.2	5.3
ヘキサコナゾール	小平	101.0	99.2	7.2	3.9	7.2	3.9
	横浜	105.3	101.6	5.7	4.0	6.2	4.1
	神戸	94.0	96.4	11.0	9.0	11.0	9.0
ベンチアバリカルブイソプロピル	小平	98.6	98.4	5.3	6.7	11.9	6.7
	横浜	101.7	103.9	6.6	4.1	9.7	4.3
	神戸	96.5	99.8	5.1	1.3	7.6	7.1
ベンチオピラド	小平	96.5	97.6	5.2	4.0	5.2	5.2
	横浜	105.2	101.8	4.6	3.8	4.9	4.1
	神戸	94.6	94.8	4.5	5.4	12.0	6.4
マンジプロパミド	小平	97.6	95.0	7.0	5.5	15.1	6.4
	横浜	104.6	102.3	7.6	3.1	8.6	5.5
	神戸	95.7	96.9	6.2	3.2	10.1	5.0
メチダチオン	小平	100.1	98.0	5.3	7.4	9.7	7.4
	横浜	101.9	102.1	5.4	3.0	6.9	4.5
	神戸	95.9	96.5	5.9	2.0	13.4	6.1

表 13. 3 試験室の回収率, 併行精度および室内精度 (かき)

農薬名		回収率 (%) n=10		併行精度 (RSD %)		室内精度 (RSD %)	
		低濃度	高濃度	低濃度	高濃度	低濃度	高濃度
		目標値	70~120	70~120	< 25	< 15	< 30
イソキサチオン	小平	95.3	95.1	5.9	6.4	8.0	7.3
	横浜	105.6	104.5	4.4	2.8	5.9	5.8
	神戸	100.6	98.8	2.8	3.0	4.7	3.0
エチプロール	小平	93.5	100.0	13.6	7.0	13.6	7.1
	横浜	95.4	101.1	9.6	4.9	10.1	5.7
	神戸	99.3	101.9	4.9	2.0	5.0	2.6
クロラントラニリプロール	小平	94.4	93.3	10.8	8.3	12.2	8.3
	横浜	106.4	114.9	14.3	2.7	14.3	3.8
	神戸	98.5	104.2	10.9	2.6	10.9	4.6
シアナジン	小平	97.7	98.2	5.2	5.0	6.4	5.2
	横浜	96.8	100.0	3.0	2.5	3.8	4.8
	神戸	98.8	101.5	2.4	2.1	3.6	2.1
シエノピラフェン	小平	90.3	86.6	5.2	4.7	9.1	10.3
	横浜	88.9	93.0	8.0	1.6	8.0	3.5
	神戸	94.6	96.7	3.5	2.1	5.2	3.0
ジフェノコナゾール	小平	95.9	95.7	6.3	4.1	7.1	4.1
	横浜	97.9	107.1	9.8	3.7	9.8	5.8
	神戸	96.2	99.8	4.8	1.7	4.8	2.0
シラフルオフェン	小平	94.1	96.8	4.3	4.4	6.0	6.1
	横浜	106.0	104.9	3.4	3.0	6.3	7.0
	神戸	99.3	101.0	4.2	1.5	6.2	2.7
ノバルロン	小平	104.0	102.2	6.9	7.8	11.1	7.8
	横浜	100.6	102.6	9.4	1.7	11.3	6.2
	神戸	101.8	102.0	3.0	3.4	7.6	5.1
ピラクロストロビン	小平	100.2	99.2	8.5	5.2	8.5	5.5
	横浜	98.1	104.0	5.2	1.9	14.5	2.8
	神戸	95.3	100.9	16.7	2.6	16.7	2.6
ピリミホスメチル	小平	83.0	83.7	8.2	6.8	9.3	13.2
	横浜	96.9	99.1	9.9	2.4	15.0	3.9
	神戸	90.6	87.4	7.4	3.6	14.5	9.2
ファモキサドン	小平	101.4	94.5	5.0	9.0	5.0	9.8
	横浜	101.9	99.6	7.9	2.8	11.4	3.1
	神戸	98.7	104.2	7.7	1.8	7.9	6.6
フィプロニル	小平	96.9	99.6	11.2	6.9	11.2	7.4
	横浜	102.4	99.7	5.9	3.0	5.9	4.9
	神戸	98.9	105.1	6.2	2.4	8.3	4.3
フェンブコナゾール	小平	92.3	97.4	11.7	4.1	11.7	7.0
	横浜	104.5	106.2	6.0	4.6	9.2	7.7
	神戸	100.3	101.3	4.6	2.6	6.2	2.8
ブタミホス	小平	90.0	97.3	8.2	6.6	8.2	6.7
	横浜	101.3	103.0	12.8	4.9	12.8	6.1
	神戸	95.9	96.5	9.9	3.9	9.9	5.2
フルオピコリド	小平	97.4	100.8	9.0	5.4	10.3	7.2
	横浜	101.2	102.6	2.4	3.0	8.7	5.1
	神戸	101.8	101.8	8.8	1.1	9.2	3.1
フルバリネート	小平	92.7	97.4	7.0	5.6	7.8	5.8
	横浜	102.8	102.8	9.4	4.5	11.6	7.0
	神戸	98.2	99.3	2.4	2.9	5.0	3.1
フルベンジアミド	小平	98.9	99.6	5.8	3.2	5.8	5.7
	横浜	104.6	102.0	4.4	1.6	7.4	3.9
	神戸	96.3	103.1	10.9	4.0	10.9	5.7
プロピザミド	小平	96.9	89.7	13.6	7.4	13.6	8.5
	横浜	97.9	100.3	11.4	2.4	15.8	5.3
	神戸	97.2	95.9	8.6	3.3	10.5	4.4
プロメトリン	小平	91.2	93.6	9.8	8.1	9.8	8.4
	横浜	95.2	102.6	8.1	3.3	8.1	5.1
	神戸	94.5	97.0	4.2	1.9	6.9	2.8
ヘキサコナゾール	小平	99.9	97.1	9.3	6.5	12.2	8.9
	横浜	102.0	107.7	2.9	4.2	6.3	7.1
	神戸	95.6	100.3	10.8	2.5	10.8	4.2
ベンチアバリカルブイソプロピル	小平	96.6	97.5	8.9	5.9	11.9	5.9
	横浜	103.0	106.3	3.6	5.3	7.6	5.3
	神戸	103.0	102.3	3.8	1.9	3.8	3.0
ベンチオピラド	小平	98.3	98.8	9.4	7.4	9.9	7.4
	横浜	103.6	103.4	3.1	3.4	5.0	3.8
	神戸	102.2	101.1	4.1	3.1	4.1	3.1
マンジプロバミド	小平	102.2	97.7	10.4	7.1	10.4	7.1
	横浜	95.2	103.6	6.0	3.0	6.0	3.3
	神戸	97.7	101.5	3.4	4.1	4.0	4.1
メチダチオン	小平	94.2	94.7	7.2	5.9	10.3	7.6
	横浜	94.6	101.8	3.6	3.3	3.9	5.1
	神戸	98.0	98.7	3.7	3.1	6.0	3.8

表 14. 3 試験室の回収率, 併行精度および室間精度 (ほうれんそう)

農薬名	回収率 (%) n=30		併行精度 (RSD %)		室間精度 (RSD %)	
	低濃度	高濃度	低濃度	高濃度	低濃度	高濃度
	目標値	70~120	70~120	< 25	< 15	< 30
イソキサチオン	100.6	99.6	4.6	6.8	8.2	6.8
エチプロール	102.3	99.2	5.4	6.2	8.6	6.9
クロラントラニリプロール	101.8	102.2	8.7	5.6	10.8	9.4
シアナジン	102.3	100.2	2.8	4.5	5.5	5.4
シエノピラフェン	86.2	86.4	4.7	5.3	7.8	8.5
ジフェノコナゾール	99.3	98.6	7.4	4.7	7.5	5.8
シラフルオフェン	96.1	94.5	3.8	7.1	7.8	9.3
ノバルロン	93.4	97.3	8.4	6.2	13.1	8.0
ピラクロストロビン	97.9	99.2	9.9	5.5	9.9	6.7
ピリミホスメチル	96.4	98.0	8.5	5.4	8.5	7.2
ファモキサドン	97.6	97.4	7.9	5.7	11.5	7.5
フィプロニル	96.2	98.5	7.1	5.9	9.7	7.6
フェンブコナゾール	98.9	98.7	7.5	4.5	9.1	5.4
ブタミホス	99.7	96.6	9.9	4.6	10.0	4.9
フルオピコリド	96.7	101.1	7.4	4.0	8.4	5.9
フルバリネート	96.4	92.7	6.6	6.7	12.0	9.6
フルベンジアミド	99.6	100.3	6.0	6.1	10.2	7.5
プロビザミド	100.3	98.4	9.3	6.4	10.0	6.4
プロメトリン	100.2	100.8	8.2	6.4	8.4	6.4
ヘキサコナゾール	102.8	99.8	4.6	4.7	7.5	5.7
ベンチアバリカルブイソプロピル	100.9	100.0	9.0	5.5	9.2	6.9
ベンチオピラド	98.1	99.9	6.0	5.9	7.0	6.1
マンジプロパミド	101.2	98.8	6.7	6.3	8.8	6.6
メチダチオン	102.7	99.9	5.3	6.5	7.4	7.1

表 15. 3 試験室の回収率, 併行精度および室間精度 (なす)

農薬名	回収率 (%) n=30		併行精度 (RSD %)		室間精度 (RSD %)	
	低濃度	高濃度	低濃度	高濃度	低濃度	高濃度
	目標値	70~120	70~120	< 25	< 15	< 30
イソキサチオン	96.8	95.8	8.7	4.7	10.0	7.3
エチプロール	92.5	96.4	5.3	5.0	8.7	7.9
クロラントラニリプロール	98.1	98.0	8.0	5.0	12.4	12.8
シアナジン	95.1	97.2	3.5	4.3	4.8	5.3
シエノピラフェン	88.8	89.2	6.0	4.3	8.1	8.1
ジフェノコナゾール	95.7	95.3	5.0	4.0	7.2	7.8
シラフルオフェン	100.3	98.1	4.4	3.8	7.7	6.9
ノバルロン	97.9	98.6	11.6	8.0	12.8	9.0
ピラクロストロビン	91.9	95.2	11.2	6.9	12.9	6.9
ピリミホスメチル	91.1	91.0	8.7	4.7	10.4	8.0
ファモキサドン	93.4	93.0	10.0	4.4	12.3	7.9
フィプロニル	95.5	97.5	7.4	5.0	9.2	8.3
フェンブコナゾール	98.3	97.5	8.7	5.2	9.3	8.1
ブタミホス	93.9	94.4	9.0	4.8	9.2	9.2
フルオピコリド	95.7	95.8	10.5	5.5	11.3	7.6
フルバリネート	98.4	97.1	6.3	4.0	10.5	6.6
フルベンジアミド	96.8	97.3	6.6	4.6	8.9	6.9
プロビザミド	96.7	94.1	9.2	6.2	10.3	8.8
プロメトリン	91.7	95.2	5.1	5.2	8.5	7.5
ヘキサコナゾール	93.6	97.2	9.7	5.8	10.6	8.3
ベンチアバリカルブイソプロピル	98.8	98.2	6.6	5.3	8.3	6.7
ベンチオピラド	96.3	96.9	6.9	4.6	7.7	7.0
マンジプロパミド	97.8	97.3	9.4	5.1	10.0	6.2
メチダチオン	94.1	94.8	5.9	3.9	7.1	6.9

表 16. 3 試験室の回収率, 併行精度および室間精度 (かぶ (根))

農薬名	回収率 (%) n=30		併行精度 (RSD %)		室間精度 (RSD %)	
	低濃度	高濃度	低濃度	高濃度	低濃度	高濃度
	目標値	70~120	70~120	< 25	< 15	< 30
イソキサチオン	98.6	98.6	5.7	5.0	8.4	6.1
エチプロール	100.3	98.7	8.9	4.7	9.7	6.3
クロラントラニリプロール	100.0	100.8	10.0	4.0	11.9	9.9
シアナジン	100.9	99.5	4.0	4.0	7.6	5.4
シエノピラフェン	88.2	87.2	3.9	3.7	9.8	8.8
ジフェノコナゾール	99.4	97.7	6.1	3.3	8.1	5.0
シラフルオフェン	99.7	98.5	4.8	4.4	9.6	9.4
ノバルロン	98.7	99.6	13.6	8.4	13.6	11.4
ピラクロストロビン	100.0	98.9	7.2	4.7	11.5	6.3
ピリミホスメチル	95.2	94.2	5.1	4.1	12.1	10.0
ファモキサドン	99.5	97.1	7.2	5.4	11.3	6.4
フィプロニル	99.2	100.3	7.7	5.8	10.1	6.7
フェンブコナゾール	99.9	98.7	6.2	5.0	10.4	6.0
ブタミホス	98.4	98.2	7.3	5.8	9.9	6.6
フルオピコリド	98.8	100.4	8.3	4.0	8.5	4.7
フルバリネート	100.9	99.8	4.7	4.9	8.5	6.3
フルベンジアミド	99.0	100.2	6.6	3.3	10.0	6.4
プロビザミド	96.5	97.3	5.4	3.9	8.9	7.2
プロメトリン	100.4	99.9	6.7	3.8	10.7	5.8
ヘキサコナゾール	100.1	99.1	8.1	6.0	8.9	6.0
ベンチアバリカルブイソプロピル	98.9	100.7	5.7	4.6	9.6	6.2
ベンチオピラド	98.8	98.1	4.8	4.4	8.7	5.9
マンジプロパミド	99.3	98.1	7.0	4.0	11.5	6.2
メチダチオン	99.3	98.8	5.5	4.7	9.9	5.8

表 17. 3 試験室の回収率, 併行精度および室間精度 (かき)

農薬名	回収率 (%) n=30		併行精度 (RSD %)		室間精度 (RSD %)	
	低濃度	高濃度	低濃度	高濃度	低濃度	高濃度
	目標値	70~120	70~120	< 25	< 15	< 30
イソキサチオン	100.5	99.5	4.5	4.3	7.3	6.7
エチプロール	96.1	101.0	9.8	5.0	9.8	5.3
クロラントラニリプロール	99.8	104.1	12.3	4.9	12.4	10.0
シアナジン	97.7	99.9	3.7	3.4	4.6	4.3
シエノピラフェン	91.3	92.1	5.8	3.0	7.1	7.5
ジフェノコナゾール	96.7	100.8	7.3	3.3	7.3	6.3
シラフルオフェン	99.8	100.9	3.9	3.2	7.7	6.3
ノバルロン	102.1	102.2	6.9	5.0	9.7	6.1
ピラクロストロビン	97.9	101.4	11.1	3.5	12.6	4.1
ピリミホスメチル	90.2	90.1	8.7	4.4	14.3	11.4
ファモキサドン	100.7	99.4	7.0	5.3	8.2	7.8
フィプロニル	99.4	101.5	8.1	4.5	8.1	6.0
フェンブコナゾール	99.0	101.6	7.8	3.9	10.1	7.0
ブタミホス	95.7	98.9	10.7	5.2	10.7	6.5
フルオピコリド	100.1	101.7	7.3	3.6	9.2	5.1
フルバリネート	97.9	99.8	7.0	4.4	9.3	5.8
フルベンジアミド	99.9	101.5	7.4	3.1	8.1	5.1
プロビザミド	97.3	95.3	11.4	4.7	12.8	7.5
プロメトリン	93.6	97.8	7.7	5.0	7.7	6.8
ヘキサコナゾール	99.2	101.7	8.3	4.6	9.8	8.0
ベンチアバリカルブイソプロピル	100.9	102.0	5.8	4.7	8.4	5.8
ベンチオピラド	101.4	101.1	6.0	5.0	6.7	5.3
マンジプロパミド	98.4	101.0	7.4	5.0	7.4	5.1
メチダチオン	95.6	98.4	5.1	4.2	7.0	6.2

9. まとめ

4種類の野菜および果実を用いて、LC-MS/MS測定による一斉試験法（野菜・果実類）に新たに24農薬の適用が可能か検証を実施し、ガイドラインに基づく妥当性評価を行った。その結果、センターで妥当性の確認を行っていない12農薬、個別法またはセンター法で分析を行っている10農薬および一斉試験法GC/MS測定で分析を行っている2農薬の計24農薬について、すべての試験室で妥当性評価の性能パラメータがそれぞれの目標値等に適合していることを確認した。

おわりに

妥当性評価の結果から、すべての試験室において、野菜および果実を対象試料とし、LC-MS/MS測定による一斉試験法（野菜・果実類）の対象農薬に24農薬の追加が可能であり、調査対象農薬の拡大と分析法の集約による効率化が図られると考えられた。

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について，食安発第0124001号。
- 2) 柿本芳久：食衛誌45，165-174（2004）。
- 3) 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知：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1224第1号。
- 4) 厚生労働省医薬食品局食品安全部基準審査課長通知：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関する質疑応答集（Q&A）について，食安基発1208第1号。
- 5) JIS K 0136：2015，高速液体クロマトグラフィー質量分析通則。