

# グラファイトカーボンカートリッジを用いた GC/MSによる農薬の迅速分析法

芦澤 英一, 保坂 久義<sup>1)</sup>, 遠藤 幸男<sup>2)</sup>, 佐伯 政信<sup>3)</sup>

Rapid Determination of Pesticides by GC/MS, using Graphite Carbon Cartridge for Clean-up.

Eiichi ASHIZAWA, Hisayosi HOSAKA, Yukio ENDOU  
and Masanobu SAEKI

## I はじめに

農薬の残留基準値は、平成13年5月現在で217農薬が設定されている。これらについては、告示分析法が設定され、また平成9年4月には一斉分析法として残留農薬迅速分析法が厚生省より通知されている<sup>1)</sup>。この残留分析法を用い、測定にGC/MS-SIM法を使った農薬の適用性については平成10年に報告したところである<sup>2)</sup>。しかし、主に色素などの食品由来成分のためGS/MS-SIM測定中に過大なイオンが流入して、一時的に測定不能になることが度々起こるため検査の迅速化を妨げていた。

そこで今回、色素成分の大部分を除去することを目的とし、試料の精製にグラファイトカーボンカートリッジを用いたところ良好な結果を得たので報告する。

## II 実験方法

### 1 試料

千葉県内で市販されているキャベツ、にんじん、パナップル、にんにくおよび国内で市販されている加工食品中、トマトの缶詰、冷凍ほうれん草の6種の食材を材料とし、対象農薬が検出されないものを用いた。

### 2 農薬標準品

今回検討した農薬を表1及び表3に示した。

標準品は林純薬株、和光純薬株及び関東化学株製を用いた。

標準溶液はアセトンで各農薬の1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 溶液を作成し、3系統、すなわち a)有機リン系 b)含窒素系 c)有機塩素系、ピレスロイド系及びその他の各系統ごとに混合して、各農薬濃度が2  $\mu\text{g}/\text{mL}$ になるようにアセトンで希釈した。

### 3 試薬

酢酸エチル、シクロヘキサン、アセトン、ヘキサン、アセトニトリル、塩化ナトリウムは残留農薬試験用、ケイソウ土カラムはケムエルトCE1020 (Varian社製、容量20mL)、グラファイトカーボンカートリッジ (以下CARBOGRAPH) はSEP Cartridge CARBOGRAPH 1000mg (GL Science社製) を用いた。その他

の試薬は特級試薬を用いた。

### 4 装置

文献<sup>2)</sup>に記載した装置を用いた。

### 5 操作条件

GC/MS; キャリヤーガス: ヘリウム, 流量1.0 mL/min, 注入口温度280°C, インターフェース温度280°C, カラム昇温: 60°C (2min) - 20°C/min - 150°C (1min) - 5°C/min - 300°C (13min), 注入法: スプリットレス, 定量条件: SIM法  
その他は、文献<sup>2)</sup>に記載した条件を用いた。

### 6 試験操作

図1のフローシートに従っておこなった。ニンニクについては抽出時にリン酸凍結処理を加えた。全ての農薬を一度に測定することはピークが重なるので各系統ごとに分けて測定した。

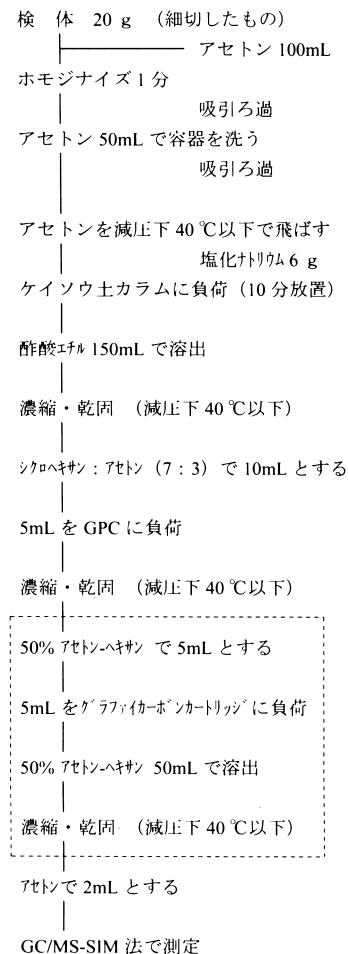


図1 残留農薬迅速分析法フローシート

千葉県衛生研究所

1) 千葉県衛生研究所 (現: 柏保健所)

2) 千葉県衛生研究所 (現: 東総食肉衛生検査所)

3) 元千葉県衛生研究所

(2001年12月26日受理)

7 添加回収試験

各試料に0.1 μg/gとなるように各系統別の混合標準溶液 (2 μg/mL) を1 mL加え、フローシートに従って分析した。それぞれの食品について3試行で行った。

III 結果及び考察

1 グラファイトカーボンカートリッジからの溶出条件の設定

表1の農薬についてCARBOGRAPHからの回収率を溶出溶媒を変えて測定した。柴田ら<sup>3)</sup>は溶出溶媒として25%トルエン-アセトニトリルを用いているが、トルエンは人体への影響が強いため使用を避け、アセトニトリル、アセトン、50%アセトン-ヘキサンについて検討した。系統別混合標準溶液 (2 μg/mL) 2 mLをCARBOGRAPHに負荷して行ったところ、各溶出溶媒量が30mLでは回収されない農薬が多いため50mLで検討した。

表1 検討農薬リスト (その1)

農薬名	系統	農薬名	系統	農薬名	系統
EPN	P	アセタミプリド	N	CNA	CL
E-ジメチルピリンホス	P	イソプロカルブ	N	CNP	CL
Z-ジメチルピリンホス	P	イプロシオン	N	op'-DDT	CL
α-クロルフェンピリンホス	P	イメピコナゾール	N	pp-DDD	CL
β-クロルフェンピリンホス	P	エスプロカルブ	N	pp-DDE	CL
アセフェート	P	キノメチオネート	N	pp'-DDT	CL
イソキサチオン	P	クロプロファミン(IPC)	N	TPN	CL
イソフェンホス	P	ジエトフェンカルブ	N	α-BHC	CL
イソフェンホスオキシソ	P	ジフェノコナゾール	N	β-BHC	CL
イプロベンホス	P	シプロコナゾール	N	γ-BHC	CL
エチオン	P	シマジン(CAT)	N	δ-BHC	CL
エディフェンホス(EDDP)	P	ジメピペレート	N	アルトリン	CL
エトプロホス	P	チオベンカルブ	N	エントスルファン-α	CL
エトリムホス	P	テニルクロル	N	エントスルファン-β	CL
カスサホス	P	テブコナゾール	N	エントリン	CL
キナルホス	P	テブフェンピラト	N	オキサジアゾン	CL
クロルピリホス	P	トリアジメノール	N	カプタホール	CL
クロルピリホスメチル	P	トリアジメホン	N	キャプタン	CL
シアノホス	P	トリシクラゾール	N	クロルベンジレート	CL
ジクロフェンチオン	P	ハクプロトラゾール	N	ジクロフルアニト	CL
ジクロルホス(DDVP)	P	ピテルタノール	N	ジコホール	CL
ジメトエート	P	ピリタベン	N	ディルトリン	CL
ダイアジノン	P	ピリプロキシフェン	N	ピリフェノックス-E	CL
チオメトン	P	ピリミジフェン	N	ピリフェノックス-Z	CL
テルブホス	P	フェナリモル	N	ピンクローズリン	CL
トリアゾホス	P	フルシラゾール	N	フサライド	CL
トルクロホスメチル	P	フルトラニル	N	フルアジナム	CL
バミドチオン	P	プレチラククロル	N	ヘキサクロルベンゼン	CL
パラチオン	P	プロピコナゾール	N	ヘプタクロエホキサイト	CL
パラチオンメチル	P	プロベナゾール	N	ヘプタクロル	CL
ピラクロホス	P	プロホキシス(PHC)	N	アクリナトリン	ピレス
ピリミホスエチル	P	プロモブチド	N	シハロトリン	ピレス
ピリミホスメチル	P	ペナラキシル	N	シフルトリン	ピレス
フェントロチオン(MEP)	P	ペンディメタリン	N	シヘルメトリン	ピレス
フェンスルホチオン(DMSP)	P	ミクロブタニル	N	テフルトリン	ピレス
フェンチオン	P	メトラクロール	N	テルタメトリン	ピレス
フェントエート(PAP)	P	メトリブジン	N	ハルフェンプロックス	ピレス
ブタミホス	P	メフェナセト	N	ビフェントリン	ピレス
プロチオホス	P	メプロニル	N	フェンハレレート	ピレス
ホサロン	P	レナシル	N	フルシトリネート	ピレス
ホスチアセート	P			フルハリネート	ピレス
ホスメット	P			ヘルメトリン	ピレス
マラチオン	P			ジメチピン	その他
メタミドホス	P			ピリミカーブ	その他
メチダチオン(DMTP)	P				

P: 有機リン系農薬  
 N: 含窒素系農薬  
 CL: 有機塩素系農薬  
 ピレス: ピレスロイド系農薬  
 その他: その他の農薬

回収率が50%以下になる農薬は表2に示すとおりとなった。溶出溶媒の極性が低くなるほど、回収される農薬が多くなっている。しかし、極性を低くするにつれ食品由来の色素成分もCARBOGRAPHから溶出する量が増えるため、50%アセトン-ヘキサン50mLを使用することとした。今回検討した行程は図1に破線で示した。

表2 各溶出溶媒による回収率が50%以下になる農薬リスト

a) 有機リン系農薬

溶出溶媒	アセトン	50%アセトン-ヘキサン
アセトニトリル	アセトン	50%アセトン-ヘキサン
バミドチオン	バミドチオン	なし
ホスメット	ホスメット	
ホサロン	ホサロン	
ピラクロホス	ピラクロホス	
カズサホス		
キナルホス		
プロチオホス		
イソキサチオン		
トリアノホス		
EPN		

b) 含窒素系農薬

溶出溶媒	アセトン	50%アセトン-ヘキサン
アセトニトリル	アセトン	50%アセトン-ヘキサン
キノメチオネート	キノメチオネート	キノメチオネート
ピリミジフェン	ピリミジフェン	ピリミジフェン
イミベンコナゾール	イミベンコナゾール	
トリシラゾール		
ピリプロキシフェン		

c) 有機塩素系、ピレスロイド系およびその他の農薬

溶出溶媒	アセトン	50%アセトン-ヘキサン
アセトニトリル	アセトン	50%アセトン-ヘキサン
ヘキサクロルベンゼン	ヘキサクロルベンゼン	ヘキサクロルベンゼン
CNA	CNA	
TPN	TPN	
フサライド	フサライド	
カブタホル	カブタホル	
CNP		
ハルフェンブロックス		
フルバリネート		
デルタメリン		
ベルメリン		

2 対象農薬の追加

告示された農薬数が年々増加していることから、表3に示した農薬をさらに追加検討した。50%アセトン-ヘキサンを用いたCARBOGRAPHからの回収率を上記に示した方法で検討した結果、ジフルフェニカンを除きいずれも良好な値を示した。

3 添加回収試験

6種類の食品について、追加農薬を含む全151農薬（異性体を含む）の回収率及び変動係数を表4-1~4-3に示す。

1) 有機リン系農薬

有機リン系農薬についてはメタミドホス（ほうれん草）が妨害ピークにより測定不能になったが、その他の農薬については良好な値を示した。トマトやニンニクにおいて回収率が100%を超える農薬が多くなっているが、これは食品由来のマトリックスによるものと考えられる。アセフェート（にんじん）、チオメトン

表3 検討農薬リスト(その2)

農薬名	系統
EPTC	N
アセクロール	N
アラクロール	N
カフェンストロール	N
クレソキシムメチル	N
シハロホップ <sup>®</sup> チル	N
ジ <sup>®</sup> フルフェニカン	N
ジ <sup>®</sup> メテナミド	N
チフルザミド	N
ピ <sup>®</sup> リフ <sup>®</sup> チカルブ	N
ピ <sup>®</sup> リミノ <sup>®</sup> バ <sup>®</sup> アクメチル-E	N
ピ <sup>®</sup> リミノ <sup>®</sup> バ <sup>®</sup> アクメチル-Z	N
フ <sup>®</sup> タクロール	N
フルシ <sup>®</sup> オキシニル	N
プロ <sup>®</sup> バクロール	N
ヘキサコナゾール	N
ベンコナゾール	N
メタアザ <sup>®</sup> クロール	N
クロルフェニピル	CL
トリフルラリン	CL
ピ <sup>®</sup> フェノックス	CL
ベンフレセート	その他

N：含窒素系農薬

CL：有機塩素系農薬

その他：その他の農薬

(キャベツ)、バミドチオン（にんじん、パイナップル、ニンニク）の回収率が良くないが、その他はトマト（75.7%~139.2%）、ニンニク（54.3%~192.1%）をのぞき53.7%~124.2%の回収率でおおむね良好であった。

2) 含窒素系農薬

アセタミプリドとキノメチオネートは6つの食品において全く回収されなかった。キノメチオネートは50%アセトン-ヘキサン50mLではCARBOGRAPHから溶出しないためである。イミベンコナゾール（パイナップル、ほうれん草）、プロバクロール（ほうれん草）、トリシラゾール（パイナップル）が妨害ピークのため測定不能となった。EPTC（ニンジン以外）、イミベンコナゾール（ニンニク）、クレソキシムメチル（ほうれん草）、ジフェノコナゾール（パイナップル）、ジフルフェニカン（キャベツ以外）、シマジン（パイナップル、ニンニク）、チオベンカルブ（トマト）、チフルザミド（ほうれん草）、トリシラゾール（ニンニク）、ピリミジフェン（ニンニク）、メトリブジン（にんじん、パイナップル、ニンニク）で回収率が悪い、その他では57.9%~138.7%とおおむね良好であった。

3) 有機塩素系農薬

ジクロルアニド（ほうれん草）が妨害ピークのため測定不能となった。カブタホル（キャベツ、ほうれん草）、キャプタン（キャベツ、パイナップル、ほうれん草）、ジクロルアニド（キャベツ）、TPN（キャベツ、ほうれん草）、ピリフェノックス（パイナップル、ニンニク）、フルアジム（キャベツ、ニンニク）、ヘキサクロルベンゼン（キャベツ、パイナップル、ニンニク）が回収率が低かったほかは60.9%~128.2%とおおむね良好な値となった。

4) ピレスロイド系及びその他の農薬

テフルトリン（にんじん）、ピリミカープ（パイナップルとニンニク）をのぞき、その他は57.7%~136.5%でおおむね良好な値であった。

表4-1 有機リン系農薬の回収率

(平均%及びCV% : n=3)

農薬名	キャベツ		にんじん		パイナップル		トマト		ほうれん草		ニンニク	
	平均	C.V.	平均	C.V.	平均	C.V.	平均	C.V.	平均	C.V.	平均	C.V.
EPN	84.7	3.8	103.3	5.1	82.0	8.1	103.2	3.4	70.5	7.5	149.1	7.0
E-ジ'メチルピ'ンホス	77.7	6.4	94.3	4.4	83.3	4.9	119.3	2.8	79.8	6.1	154.5	5.1
Z-ジ'メチルピ'ンホス	81.8	5.0	90.1	2.3	84.3	7.5	118.9	1.8	82.6	5.5	113.1	2.9
α-クロルフェンピ'ンホス	75.5	0.5	98.2	3.3	74.8	8.6	113.5	3.4	80.3	4.5	147.1	6.8
β-クロルフェンピ'ンホス	80.9	3.8	89.4	1.6	79.6	5.5	114.1	2.7	78.0	5.5	147.5	5.9
アセフェート	77.2	1.9	175.9	18.3	83.9	5.1	139.2	3.7	70.8	5.9	142.6	10.0
イソキサチオン	82.9	5.8	101.6	4.2	81.2	7.5	129.3	3.5	70.2	6.1	160.0	4.3
イソフェンホス	76.1	3.6	86.5	3.0	87.1	6.5	113.5	4.1	76.0	5.5	135.4	3.7
イソフェンホスオキソン	91.4	5.8	90.0	1.9	84.9	4.9	100.6	2.1	77.8	5.3	136.1	6.8
イプロヘンホス	77.6	3.5	89.1	2.2	85.1	5.6	124.2	2.4	78.6	5.8	134.1	3.4
エチオン	80.4	5.5	91.7	2.6	66.7	5.9	100.5	1.8	75.6	4.8	147.3	4.6
エデ'イフェンホス(EDDP)	86.1	6.2	100.9	5.9	95.7	6.0	110.7	1.8	84.6	7.5	158.6	9.0
エトフ'ロホス	76.2	2.2	91.0	2.5	82.0	4.7	132.2	2.9	78.6	5.6	124.1	4.5
エトリムホス	75.9	3.7	83.1	1.7	74.2	1.6	111.5	2.4	81.9	5.4	69.1	30.2
カス'サホス	73.1	1.7	88.4	1.8	76.6	5.1	126.4	2.7	78.0	7.2	113.7	4.0
キナルホス	75.7	4.0	86.6	2.4	74.1	4.2	99.0	2.6	78.0	5.2	131.9	3.6
クロルピ'リホス	77.5	2.8	87.3	2.5	64.5	13.2	103.9	1.7	78.4	5.2	133.7	5.0
クロルピ'リホスメチル	73.3	2.3	88.7	2.0	73.7	5.7	107.3	2.4	81.4	6.3	127.4	4.3
シアノホス	76.7	3.3	88.1	3.8	82.3	5.4	112.5	2.4	82.3	5.9	139.7	6.2
ジ'クロフェンチオン	71.6	2.3	84.7	0.9	66.1	5.0	117.6	2.3	79.9	5.4	120.3	4.3
ジ'クロホ'ス(DDVP)	53.7	8.2	87.0	3.3	79.7	3.6	111.6	0.2	89.8	6.9	82.7	5.1
ジ'トエート	82.5	4.0	105.1	4.1	98.1	5.7	119.3	2.4	81.6	6.8	183.5	6.4
ダイアジ'ノン	73.6	1.8	86.5	1.3	63.2	6.0	112.4	1.9	80.3	5.4	84.2	14.3
チオメトン	30.8	18.2	58.3	5.1	53.2	14.4	75.7	5.5	75.1	6.3	82.9	8.3
テルフ'ホス	58.7	1.6	78.3	1.3	61.2	6.3	102.5	2.9	78.9	6.1	62.1	34.4
トリアゾ'ホス	87.8	6.0	107.0	4.1	86.5	7.5	111.6	1.6	75.4	5.3	155.9	7.5
トルクロホスメチル	72.9	2.0	85.9	1.1	71.1	4.9	103.7	2.3	81.9	5.1	126.5	4.4
ハ'ミト'チオン	87.6	12.3	214.0	4.6	128.5	25.7	94.1	4.8	78.6	8.3	192.1	3.9
ハ'ラチオン	78.4	3.1	89.3	1.9	75.1	7.1	105.8	1.2	75.0	6.5	143.3	4.1
ハ'ラチオンメチル	75.0	5.1	94.0	5.2	90.7	7.6	128.3	1.7	76.6	8.1	156.0	4.0
ピ'ラクロホス	88.2	7.6	123.1	9.8	124.2	7.8	101.1	2.3	74.7	5.5	176.3	11.7
ピ'リミホスエチル	76.1	3.1	85.5	1.1	63.1	4.8	103.9	2.5	77.4	4.6	80.4	10.3
ピ'リミホスメチル	74.3	2.7	84.3	1.3	66.4	7.7	106.2	1.9	79.6	5.2	54.3	12.1
フェントロチオン(MEP)	77.3	2.9	94.7	1.5	83.1	8.0	117.8	5.8	72.7	6.8	156.3	3.9
フェンスルホチオン(DMSP)	86.0	3.8	121.8	8.2	101.3	6.8	109.1	3.8	73.0	4.2	154.1	6.2
フェンチオン	58.0	5.7	80.2	1.7	70.5	7.8	94.9	3.1	78.0	5.2	135.7	4.3
フェントエート(PAP)	78.3	3.7	89.7	1.3	78.1	5.8	106.3	1.7	78.6	5.1	140.7	3.2
フ'タミホス	79.9	7.2	85.4	3.2	66.1	4.9	100.5	3.1	77.0	6.5	146.3	5.6
フ'ロチオホス	76.7	3.6	87.9	1.7	59.8	3.7	100.3	2.2	77.7	5.7	146.3	4.6
ホサロン	87.0	6.2	110.5	7.7	87.5	8.2	97.6	2.7	68.2	7.2	160.4	7.9
ホスチアセ'ート	86.3	4.9	97.2	8.0	92.9	7.5	114.6	4.3	82.0	6.2	143.5	7.3
ホスメット	96.1	7.8	120.5	12.2	117.3	7.6	116.7	2.2	68.4	6.1	176.1	8.5
マラチオン	80.7	2.8	89.3	2.3	77.5	5.8	112.5	2.3	71.2	6.7	156.3	6.4
メタミト'ホス	77.7	1.4	104.3	4.9	104.0	15.1	118.6	5.8	***	***	60.9	20.3
メチダ'チオン(DMTP)	80.7	4.4	95.4	5.2	88.1	5.5	117.1	2.7	78.7	4.9	130.8	17.9

\*\*\*:測定不能 XXX:データなし

表4-2 含窒素系農薬の回収率

(平均%及びCV% : n=3)

農薬名	キャベツ		にんじん		パイナップル		トマト		ほうれん草		ニンニク	
	平均	C.V.	平均	C.V.	平均	C.V.	平均	C.V.	平均	C.V.	平均	C.V.
EPTC	30.3	37.0	70.9	5.9	44.1	5.6	47.2	9.1	XXX	XXX	16.0	79.2
アセタミフ'リト'	0.0	-	0.0	-	0.0	-	0.0	-	0.0	-	0.0	-
アセトクロール	95.7	0.3	99.3	2.4	93.0	4.0	93.8	7.6	XXX	XXX	97.5	13.4
アラクロール	97.9	1.7	99.5	2.2	93.1	4.8	94.3	7.5	96.5	1.2	96.8	13.5
イソフ'ロカルフ'	94.1	3.2	84.9	2.1	104.6	5.0	109.6	8.3	69.6	5.0	108.2	10.4
イフ'ロシ'オン	130.0	6.5	103.1	9.1	110.1	5.1	110.3	7.1	58.2	15.9	102.9	19.6
イミヘ'ンコナゾ'ール	98.5	10.7	107.1	9.5	319.0	13.9	93.3	6.1	***	***	0.0	-
エスフ'ロカルフ'	94.3	1.4	93.5	4.3	87.3	4.3	94.7	6.7	74.2	5.4	98.1	14.2
カフェンストロール	121.8	7.4	109.7	4.8	99.7	3.1	119.7	9.0	82.0	14.7	83.3	18.4
キノメチオネート	0.0	-	0.0	-	0.0	-	0.0	-	0.0	-	0.0	-
クレソキシムメチル	107.0	0.6	96.1	2.2	91.7	5.5	91.9	6.9	150.2	3.3	113.3	18.0
クロルフ'ロファミ(IPC)	96.4	3.6	97.0	3.3	95.1	4.4	93.6	7.1	77.3	4.6	97.5	12.2
シ'エトフェンカルフ'	109.3	0.5	95.9	1.4	92.4	6.4	91.7	6.6	75.2	5.3	102.1	24.0
シハロホフ'プ'チル	106.0	1.5	98.3	4.2	94.8	11.4	93.8	6.9	85.5	4.4	107.7	16.4
シ'フェノコナゾ'ール	99.3	8.9	125.3	7.5	232.0	13.9	99.2	7.8	80.7	7.1	90.9	34.3
シ'フルフェニカン	72.5	7.8	47.1	23.1	58.8	15.4	0.3	173.2	XXX	XXX	9.7	141.4
フ'ロコナゾ'ール	112.0	5.3	104.8	4.0	105.8	12.0	93.6	7.8	78.3	5.4	92.2	36.4
マシン(CAT)	114.4	1.1	88.5	3.8	56.9	16.8	97.2	8.2	79.3	4.2	45.8	21.6
シ'メテナミト'	99.5	1.3	103.4	2.5	98.1	4.9	95.5	7.2	XXX	XXX	103.1	13.1
シ'メヒ'ペレート	105.0	0.5	103.7	6.1	94.2	6.0	94.1	6.9	76.7	4.9	100.9	19.7
チオヘ'ンカルフ'	104.6	0.3	96.8	3.1	90.2	5.3	0.0	-	75.8	5.0	101.3	16.0
チフルサ'ミト'	113.2	1.3	98.0	3.0	93.4	6.0	89.7	6.5	6.5	14.1	112.3	16.3
テニルクロル	115.1	1.9	100.9	3.1	96.4	6.5	99.5	6.9	79.3	6.1	108.5	17.8
テフ'コナゾ'ール	112.6	3.8	94.9	4.9	112.3	10.8	96.3	8.6	77.5	6.4	90.1	41.3
テフ'フェンヒ'ラト'	106.8	1.3	98.9	2.8	96.5	7.9	93.1	6.3	78.6	6.0	110.8	17.2
トリアジ'メノール	118.9	1.6	120.3	1.6	104.1	6.9	93.4	7.4	75.8	5.3	88.2	32.1
トリアジ'メホン	109.8	2.2	100.1	2.2	95.0	6.0	92.2	8.3	76.8	5.0	101.5	25.0
トリシクラゾ'ール	117.7	2.7	78.7	6.2	***	***	64.3	60.8	89.3	10.9	38.5	71.2
ハ'クロフ'トラゾ'ール	116.1	1.9	103.1	2.3	98.6	7.6	93.2	7.3	78.9	5.4	87.6	40.0
ヒ'テルタノール	110.1	4.5	103.1	3.0	104.9	10.6	95.1	8.7	81.4	5.8	58.3	24.2
ヒ'リダ'ヘン	108.3	3.4	101.2	4.8	83.6	6.8	93.7	3.8	75.8	5.7	111.0	15.1
ヒ'リア'チカルフ'	111.8	3.2	97.0	3.4	91.5	6.5	95.4	7.9	88.9	4.0	111.3	19.7
ヒ'リア'ロキシフェン	115.1	1.6	99.3	7.6	101.9	7.6	94.3	5.9	78.6	5.1	100.1	30.3
ヒ'リミシ'フェン	100.5	5.3	94.5	4.1	74.1	35.3	82.9	6.1	74.1	4.1	51.9	37.7
ヒ'リミノ'ハ'アクメチル-E	115.9	1.3	104.0	2.1	102.2	7.5	89.6	6.6	98.3	4.2	117.3	20.1
ヒ'リミノ'ハ'アクメチル-F	115.7	1.7	99.8	1.4	91.0	5.5	89.7	6.4	97.7	4.2	103.1	17.6
エナリモル	110.1	1.9	99.1	4.8	97.6	7.7	94.1	6.3	82.6	5.6	60.5	21.2
タクロール	101.5	0.9	95.5	2.7	85.1	5.1	93.3	7.3	90.1	3.2	105.3	20.1
フルシ'オキシニル	80.6	6.2	104.6	2.3	102.7	12.5	95.3	6.1	134.7	4.6	113.5	17.9
フルシラゾ'ール	109.5	1.1	96.9	3.6	90.1	8.2	90.0	6.5	84.5	7.7	85.5	37.9
フルトラニル	111.2	0.5	106.1	2.6	83.2	9.9	82.0	1.2	79.0	5.4	119.5	25.8
フ'レチラクロル	109.0	0.5	95.5	6.1	91.1	5.1	89.0	7.1	75.4	5.3	115.3	19.1
フ'ロバ'クロール	91.7	3.3	108.7	3.2	101.5	5.0	96.2	7.4	***	***	103.1	9.1
フ'ロビ'コナゾ'ール	110.4	2.3	100.7	3.9	112.1	7.3	94.1	7.7	76.8	5.9	92.1	45.0
フ'ロヘ'ナゾ'ール	81.0	2.1	104.5	5.4	89.5	4.6	102.9	8.8	57.9	4.7	89.7	9.1
フ'ロホ'キスル(PHC)	104.7	1.9	112.6	5.4	105.9	3.3	122.1	9.3	66.9	6.5	116.3	18.0
フ'ロモフ'チト'	96.1	1.5	97.5	2.8	91.6	5.9	92.6	6.7	76.4	5.1	98.2	14.3
ヘキサコナゾ'ール	112.3	4.6	96.1	1.7	118.8	6.7	94.7	8.4	XXX	XXX	100.9	34.4
ヘ'ナラキシル	106.6	0.4	97.4	2.0	86.8	6.0	92.7	6.1	76.8	5.3	101.7	14.8
ペンコナゾ'ール	106.1	2.7	92.6	2.0	97.3	5.6	92.5	7.2	XXX	XXX	86.7	43.4
ペンテ'イメタリン	99.3	2.1	107.7	5.3	93.3	7.1	94.2	10.5	72.1	5.8	114.1	20.3
ミクロフ'タニル	117.9	4.2	100.8	1.3	102.5	7.4	91.2	6.4	79.2	5.9	93.3	31.1
メタアサ'クロール	114.9	0.4	101.7	2.9	99.8	4.4	94.0	7.2	XXX	XXX	97.0	12.0
メトラクロール	103.5	2.0	94.1	2.1	85.5	5.2	91.3	7.2	76.0	4.9	103.4	12.0
メトリフ'シン	86.7	8.0	25.6	65.9	7.5	16.6	59.7	13.3	77.0	5.4	0.0	-
メフェナセット	138.7	2.6	90.2	5.5	102.2	12.3	103.9	6.9	78.8	6.0	100.3	7.9
メフ'ロニル	118.5	1.6	99.1	2.8	102.7	7.8	93.0	6.0	75.1	3.8	113.7	18.9
レナシル	118.1	0.9	106.3	4.7	112.8	4.6	100.5	6.3	79.8	5.9	107.3	14.4

\*\*\*:測定不能 XXX:データなし

表4-3 有機塩素系、ピレスロイド系及びその他の農薬の回収率

(平均%及びCV% : n=3)

農薬名	系統	キャベツ		にんじん		パイナップル		トマト		ほうれん草		ニンニク	
		平均	C.V.	平均	C.V.	平均	C.V.	平均	C.V.	平均	C.V.	平均	C.V.
CNA	CL	90.2	9.5	93.5	3.1	88.7	3.2	89.1	8.8	79.1	3.4	117.3	3.7
CNP	CL	99.4	9.8	89.4	2.2	93.0	4.7	84.1	18.9	80.2	3.8	128.1	10.0
op'-DDT	CL	94.7	12.3	86.7	2.1	81.9	2.5	81.2	15.4	82.5	2.3	108.8	3.5
pp-DDD	CL	93.9	12.0	XXX	XXX	XXX	XXX	96.3	1.7	82.5	2.3	109.0	2.6
pp-DDE	CL	92.2	10.8	84.7	1.4	80.5	2.6	78.7	10.0	80.6	3.0	108.0	2.3
pp'-DDT	CL	101.1	12.7	92.5	2.1	85.9	4.1	82.7	15.6	84.4	2.8	115.7	1.5
TPN	CL	13.0	141.4	80.0	0.8	80.7	1.9	84.3	6.5	26.2	14.5	122.7	2.6
α-BHC	CL	82.1	11.1	81.8	2.3	74.9	1.1	79.3	1.8	79.6	3.0	106.0	3.9
β-BHC	CL	84.1	11.2	81.0	1.0	75.4	4.5	82.1	3.2	81.3	2.8	94.1	2.8
γ-BHC	CL	81.5	8.3	72.4	3.6	72.5	14.8	80.9	7.7	99.8	3.4	105.1	4.7
δ-BHC	CL	87.6	11.2	81.3	3.4	77.9	2.1	82.8	7.2	76.0	4.3	107.7	1.0
アルトリン	CL	80.7	10.3	79.9	1.3	71.4	1.6	76.8	5.3	82.0	3.0	85.0	2.5
エンドスルファン-α	CL	85.9	10.8	84.2	6.3	77.1	1.4	79.1	8.2	77.2	3.3	103.5	1.8
エンドスルファン-β	CL	102.6	12.8	90.2	0.5	91.1	3.1	79.9	11.9	70.4	2.5	98.4	3.8
エンドリン	CL	88.4	14.8	88.1	3.3	81.5	4.7	77.6	11.9	85.5	2.3	91.1	4.5
オキサシ'アゾン	CL	92.4	10.1	83.1	2.8	80.3	4.2	79.0	12.3	81.7	2.8	105.9	0.6
カブ'タホール	CL	33.2	29.5	77.1	3.4	65.5	3.9	86.1	9.6	0.0	-	128.2	1.3
キャブ'タン	CL	44.7	15.7	89.3	4.8	50.8	7.9	73.9	7.0	0.0	-	111.4	1.0
クロルフェナピル	CL	96.0	10.7	89.1	0.3	82.4	3.1	78.3	13.8	103.1	1.5	112.6	3.4
クロルベン'シ'レート	CL	94.8	10.2	82.8	2.0	82.9	2.5	76.9	13.7	82.4	3.4	111.9	3.9
シ'クロフルアニド'	CL	52.0	7.9	82.5	2.6	78.3	1.9	71.6	5.6	***	***	121.1	2.3
シ'コホール	CL	96.9	9.1	88.0	4.2	73.2	1.6	60.9	32.3	87.2	2.4	99.7	5.6
テ'イルトリン	CL	88.1	13.8	81.8	4.0	82.8	0.9	77.9	6.8	84.1	3.5	99.9	3.3
トリフルラリン	CL	72.3	9.1	85.5	1.1	71.3	2.9	85.1	3.6	90.7	2.2	102.3	2.0
ピ'フェノックス	CL	90.7	11.8	104.7	10.1	98.5	10.6	79.0	14.8	XXX	XXX	126.5	4.6
ピ'リフェノックス-E	CL	79.5	11.4	69.6	3.6	22.2	59.4	78.1	17.4	81.0	2.9	46.8	8.0
ピ'リフェノックス-Z	CL	79.2	11.5	69.5	3.1	29.0	67.6	79.5	16.4	81.0	2.9	49.2	4.2
ピ'ンクロソ'リン	CL	91.6	8.3	80.4	2.7	81.5	3.2	79.7	8.9	84.2	2.9	109.9	4.4
フサライド'	CL	90.5	12.9	85.7	2.4	90.9	2.4	82.7	8.4	83.8	3.4	112.6	3.3
フルアシ'ナム	CL	47.9	40.8	67.3	6.6	72.2	15.8	75.7	46.3	64.6	9.4	0.0	-
ヘキサクロルベン'セン	CL	55.7	15.1	70.0	2.8	52.2	2.2	63.5	3.5	71.7	5.2	36.7	0.
ヘ'タクロエホ'キサイト'	CL	87.7	10.3	83.3	1.7	78.9	1.5	80.7	7.0	83.3	3.1	99.5	2.0
ヘ'タクロル	CL	81.3	10.1	83.1	0.6	72.7	1.2	81.1	2.9	81.4	2.9	84.8	2.2
アクリナトリン	ピ'レス	97.2	10.1	85.8	0.3	83.3	2.3	85.5	20.7	58.4	5.3	123.9	4.7
シハロトリン	ピ'レス	97.7	9.9	82.4	3.5	88.5	3.6	84.9	17.8	63.3	3.9	130.3	2.7
シフルトリン	ピ'レス	104.9	1.6	81.7	4.7	85.6	4.3	84.9	18.3	68.0	6.5	125.4	9.0
シヘルメトリン	ピ'レス	92.3	8.9	85.9	1.3	87.6	1.1	72.5	16.4	69.4	5.1	121.5	3.2
テフルトリン	ピ'レス	90.6	8.2	84.4	1.6	78.3	2.2	80.2	3.7	81.9	2.6	97.0	3.8
テルタメトリン	ピ'レス	89.5	8.7	88.5	1.7	97.8	1.3	85.1	21.9	59.0	6.8	111.8	2.1
ハルフェンブ'ロックス	ピ'レス	93.1	9.1	91.5	1.4	90.4	1.8	78.1	14.3	80.8	3.7	112.4	3.2
ピ'フェントリン	ピ'レス	93.3	10.9	85.0	1.8	84.5	1.9	80.4	15.1	83.1	3.0	109.9	3.1
フェンハ'レレート	ピ'レス	90.7	7.7	86.7	1.7	90.6	1.1	82.7	20.8	69.4	5.1	121.5	2.0
フルシトリネート	ピ'レス	95.1	6.3	100.5	4.0	91.1	6.6	82.6	20.9	72.8	4.1	123.4	1.7
フルハ'リネート	ピ'レス	91.7	8.1	88.5	1.7	94.6	5.0	85.9	21.2	57.7	9.0	118.8	2.1
ヘルメトリン	ピ'レス	92.9	10.1	85.0	0.7	88.5	2.1	81.6	13.5	79.4	4.9	113.5	3.9
シ'メチピン	その他	87.7	10.2	88.0	2.8	118.0	6.2	86.4	10.4	74.6	6.9	136.5	4.8
ピ'リミカーブ'	その他	93.0	7.1	87.3	1.2	8.7	60.6	81.9	11.5	81.9	3.1	0.0	-
ベンプレセート	その他	92.3	8.9	83.3	2.3	83.3	2.1	81.5	10.1	XXX	XXX	110.7	2.7

\*\*\*:測定不能 XXX:データなし

#### IV まとめ

試料の精製にグラファイトカーボンカートリッジを用いることで食品由来の色素成分が除去でき、GS/MS-SIM測定時における装置のダウン回数が減少したため、迅速化がはかられた。また、全く回収されないアセタミプリド、キノメチオネートを除き、定性スクリーニング分析法として有用であることが判明した。今後も適用可能な農薬の増加とさらなる迅速化を検討していく所存である。

#### V 文献

- 1) 厚生省生活衛生局長通知 (1997) : 残留農薬迅速分析法の利用について, 衛化第43号
- 2) 遠藤幸男, 保坂久義, 宮本文夫, 佐伯政信 (1998) : 農薬の迅速分析法への適用性の検討 (第I報) —有機塩素系農薬—, 千葉衛研報告,22, 15-19
- 3) 遠藤幸男, 保坂久義, 宮本文夫, 佐伯政信 (1998) : 農薬の迅速分析法への適用性の検討 (第II報) —有機リン系農薬—, 千葉衛研報告,22, 20-24
- 4) 遠藤幸男, 保坂久義, 宮本文夫, 佐伯政信 (1998) : 農薬の迅速分析法への適用性の検討 (第III報) —含窒素系農薬—, 千葉衛研報告,22, 25-30
- 5) 柴田吉有, 小山真由美, 佐藤ひとみ, 中尾和子, 津田麻弓, 園田正則, 田中文隆 (1998) : 残留農薬多成分分析のためのGPC及び積層ミニカラムによる同時精製法, 食衛誌, Vol.39, No.4, 241-250