

資料

LC-MS/MS を用いた農産物を主原料とした 加工食品中の残留農薬の一斉分析法

井原 紗弥香, 渡部 緑, 中島 安基江

Simultaneous Determination Method for Pesticide Residues in Processed Foods made mainly from Agricultural Products using LC-MS/MS

IHARA Sayaka, WATANABE Midori, and NAKASHIMA Akie

(Received October 26, 2023)

農産物を主原料とした加工食品中に残留する可能性のある農薬について、厚生労働省通知の「LC/MS による農薬等の一斉試験法 I (農産物)」を参考に、LC-MS/MS を用いた迅速一斉分析法を検討した。検討した分析法を用いて、りんごジュース、白菜漬け、いちごジャム及びレーズンを対象に添加回収試験を行ったところ、70 成分のうち 8 割の成分で回収率 70~120%及び CV 値 25%未満を達成し、良好な結果を得た。また、本法は厚生労働省通知の一斉分析法と比べ、使用溶媒量を約 3 分の 1 に、試験溶液の調製時間を約 3 分の 2 に削減することができた。

Key words : 残留農薬, 加工食品, 一斉分析法, LC-MS/MS

緒 言

加工食品中の農薬分析法は、平成 20 年 1 月の中国産冷凍餃子へのメタミドホス混入事件などを受け、厚生労働省事務連絡(平成 25 年 3 月 26 日付) [1]にて、「迅速検出法」が示されている。この分析法は、健康被害防止の観点から、健康被害を生じる濃度の農薬等の有無を判断できるよう開発された、迅速性及び簡便性に優れた手法である。そのため、この方法で得られた結果による加工食品の残留基準値への適合判定はできない。

加工食品の残留基準値の適合判定に用いられる分析法の開発には、加工工程による濃縮等の様々な情報が必要であるため、厚生労働省は、個々の分析法の設定は困難との見解を示している[2]。また、加工食品の原材料が各基準値を満たしている場合には、その加工食品も食品規格に適合するものとして取り扱われており、当該加工食品の残留農薬等の残留値によらず流通は可能である。

しかし、農薬の一日摂取許容量 (ADI) に対する摂取量の把握や、製造工程の管理を行うなどの目的において、加工食品を対象とした残留農薬の分析は必須であり、加工食品全般を網羅した分析法の開発が望まれている。これまでに、農産物を主原料とした加工食品として、ジャム、ジュース、乾燥果実、漬け物等を対象とし、厚生労働省通知の「LC/MS による農薬等の一斉試験法 I (農産物)」 [3] (一斉分析法) を改良した分析法が報告されている[4-6]。

今回、我々は農産物を主原料とした加工食品について、加工形態に応じた抽出方法を検討し、上記一斉分析法を改良した。さらに、改良した分析法について、当県で検出事例のある農薬等に対する一律基準値の判定が適用可能か検証したので、結果について報告する。

方 法

1 試料

加工形態が異なる加工食品として、果汁飲料、漬け物、ジャム及び乾燥果実の 4 種類の加工食品を選択し、

それぞれを代表とする食品として、りんごジュース、白菜漬け、いちごジャム及びレーズンを用いた。

2 標準品及び試薬

対象農薬の単品標準品は、和光純薬工業（株）、関東化学（株）及び林純薬工業（株）製の残留農薬試験用を用いた。各農薬標準品は10 mg相当量を精密に量り、アセトンに溶解し1,000 µg/mLの標準原液とした。さらに、混合標準溶液として、各農薬の標準原液 1 mLを混合しメタノールで100 mLに定容した（各10 µg/mL）（混合標準液 A）。また、LC 農薬 204 成分標準液キット（各100 µg/mL）（ジーエルサイエンス（株）製）を、各10 µg/mLになるようメタノールで希釈した（混合標準液 B）。混合標準液 A と B を混合し、0.1 µg/mLの混合標準溶液を調製した。

アセトン、メタノール、アセトニトリル及びトルエンは、関東化学（株）製の残留農薬・PCB 試験用を、塩化ナトリウムはキシダ化学（株）製の残留農薬分析用を、リン酸水素ナトリウム及びリン酸二水素カリウムは、ナカライテスク（株）製の特級品を用いた。

固相抽出カラムは、SPELCO 社製のグラファイトカーボン/エチレンジアミン-*N*-プロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム（500 mg/500 mg）（GC/NH₂ ミニカラム）を用いた。

移動相の調製には、ギ酸は富士フィルム和光純薬（株）製、酢酸アンモニウムはシグマアルドリッチ製、蒸留水及びメタノールはいずれも関東化学（株）製の LC/MS 用を用いた。

3 対象農薬成分の選定

原材料に残留する可能性のある農薬を想定し、過去に当県で検出事例のある農薬等及び急性参照用量が設定してある農薬等から 70 成分を選定した（表 1）。

4 装置

高速液体クロマトグラフは、アジレント・テクノロジー（株）製の Agilent 1290 infinity II、タンデム質量分析装置はアジレント・テクノロジー（株）製の Agilent 6470 を使用した。

5 測定条件

測定条件を表 2 及び 3 に示した。移動相は、ギ酸系（FA）と酢酸アンモニウム系（AA）の 2 系統とした。

6 試験溶液の調製法

果汁飲料、漬け物、ジャム及び乾燥果実を対象に、試料の均一化の方法及び抽出方法について操作性を考慮し、図 1～3 に示す方法により、試験溶液を調製した。いずれもアセトニトリルで抽出後、抽出液の量に対して 3 分の 1 量のトルエンを加え、混和後、全量を GC/NH₂ ミニカラムを用いて精製を行い、濃縮後メタノール 5 mL で再溶解したものを試験溶液とした。

7 添加回収試験と定量

各試料に対し、各農薬が試験溶液中に 0.01 µg/g となるよう混合標準溶液を添加し、2 名 2 併行 2 日間で実施した。

検量線は、直線性が認められた 5 ng/mL から 20 ng/mL の範囲とし、絶対検量線法、または標準添加法により定量した。

8 マトリクス効果の確認

各試料を「6 試験溶液の調製法」に従い調製し、混合標準溶液を 10 ng/mL となるよう試験溶液に添加した（添加試料溶液）。この添加試料溶液と同じ濃度の混合標準溶液を測定し、添加試料溶液の混合標準溶液に対するピーク面積値の比（マトリクス比）を算出し、マトリクス効果を確認した。

9 分析法の性能評価

検討した分析法の性能を評価する指標として、回収率及び CV 値を求め、評価基準値は妥当性ガイドライン[7]を参考に、回収率が 70～120% 及び CV 値が 25% 未満とした。

結果及び考察

1 試験溶液の調製法

4 つの加工形態（果汁飲料、漬け物、ジャム及び乾燥果実）で選定したりんごジュース、白菜漬け、いちごジャム及びレーズンについて、図 1～図 3 に示した方法で試験溶液の調整が可能であった。

特に水分含量が少ないレーズンは、予め 2 倍量のリン酸バッファーを加え、2 時間放置することで流動性が生じ、フードミキサーによる試料の均一化が可能であった。また、他の加工食品の 1 回目の抽出操作時の溶媒量 15 mL では、ホモジナイズ後の遠心分離で上清回収が困難であったため、加える溶媒量を 20 mL に

変更し上清を得た。その後の操作は、他の加工食品と同様の操作を行った。

一斉分析法では試料量 20 g のところ、本法では試料量を 5 g としたこと、抽出溶媒量を 100 mL から 25~30 mL へと削減できた。さらに GC/NH₂ ミニカラムに負荷する前の転溶操作を省略したところ、本法

は一斉分析法と比べ、試料調製に使用する溶媒量は約 3 分の 1 に、試料調製に要する時間を約 3 分の 2 に短縮できた。

表 1 対象農薬成分

No.	Cpd Name	当県検出事例*	急性参照用量**	No.	Cpd Name	当県検出事例*	急性参照用量**
1	メチダチオン		0.01	36	クロチアニジン	○	
2	アセトクロール	○		37	シペルメトリン	○	
3	アトラジン	○		38	シロマジン		0.1
4	ブプロフェジン	○		39	ジメタナミド		0.5
5	ブタミホス	○		40	ジノテフラン	○	
6	クロルピリホスメチル	○		41	エトフェンプロックス	○	
7	ジフェノコナゾール	○		42	フェンプロパトリン	○	
8	エトキサゾール	○		43	フェンピロキシメート(E,Z)		0.02
9	ファモキサドン		0.6	44	フルジオキサニル	○	
10	フェナミホス		0.003	45	イマザリル		0.05
11	フェンプロピモルフ		0.2	46	イミダクロプリド		4
12	イソキサイオン	○		47	インドキサカルブ		0.1
13	クレソキシムメチル	○		48	マラチオン		2
14	メタラキシル	○		49	メタミドホス		0.003
15	メソミル		0.02	50	メトキシフェノジド		0.9
16	マイクロブタニル	○		51	モノクロトホス		0.002
17	オメトエート	○		52	ニテンピラム	○	
18	オキサジキシル	○		53	オキサミル		0.009
19	フェントエート	○		54	ピリミカルブ		0.1
20	プロフェノホス		1	55	ピリミホスメチル		0.2
21	ピレトリン I		0.2	56	プロクロラズ		0.1
22	ピリメタニル	○		57	プロパモカルブ		2
23	スピロジクロフェン	○		58	ピラクロストロビン		0.05
24	テブコナゾール	○		59	スフホキサフロル	○	
25	アセフェート		0.1	60	テブフェノジド		0.9
26	アセタミプリド	○	0.1	61	テブフェンピラド	○	
27	ベナラキシル		0.1(妊婦)	62	チアベンダゾール		0.3(妊婦)
28	ビフェントリン		0.01	63	チアクロプリド	○	0.03
29	カズサホス		0.001	64	チアメトキサム	○	
30	カルバリル		0.2	65	チオジカルブ		0.04
31	カルベンダジム		0.1(妊婦)	66	トランス-ペルメトリン	○	
32	クロルフェナピル	○		67	トリアジメホン		0.08
33	クロルプロファム		0.5	68	トリアジメノール		0.08
34	クロルピリホス		0.1	69	アクリナトリン	○	
35	シス-ペルメトリン	○		70	フルベンジアミド	○	

* ○：検出事例あり (H29-R1 行政検査及び実態調査)

** JMPR において審議された急性参照用量 単位：mg/kg 体重/日

表 2 測定条件

LC conditions							
Analytical column:	Inertsil ODS-4 HP (GL Sciences) (3.0×150mm, 3µm)						
Mobile phase	FA; A=0.1% formic acid/water, B=0.1% formic acid/methanol AA; A=0.1% ammonium acetate/water, B=0.1% ammonium acetate/methanol						
Gradient profile:	Time(min)	0.0	1.0	3.5	6.0	8.0	17.5
	B(%)	15	40	40	50	55	95
Flow rate:	0.2 mL/min						
Column temperature:	40°C						
Injection volume:	3 µL						
MS/MS conditions							
Scan type:	MRM						
Ion source:	ESI(positive,negative)						
Gas temperature:	300°C						
Gas flow	10 L/min						
Nebulizer	50 psi						
Sheath gas heater	400°C						
Sheath gas flow	12 L/min						
Capillary	±3000 V						

表 3 MRM トランジション

No.	Cpd Name	Prec Ion	定量イオン		定性イオン		Polarity	No.	Cpd Name	Prec Ion	定量イオン		定性イオン		Polarity
			Prod Ion	CE (V)	Prod Ion	CE (V)					Prod Ion	CE (V)	Prod Ion	CE (V)	
1	メチルダチオン	303.0	145.0	5	85.0	21	+	13	クレソキシムメチル	314.1	267.1	4	222.1	16	+
2	アセトクロール	270.1	224.1	8	148.1	16	+	14	メタラキシル	280.2	220.1	12	192.1	20	+
3	アトラジン	216.1	174.0	20	68.0	44	+	15	メソミル	163.0	106.0	9	88.0	5	+
4	ブプロフェジン	306.2	201.1	12	57.1	24	+	16	ミクロプタニル	289.1	125.0	40	70.1	20	+
5	ブタミホス	333.1	180.0	8	96.0	36	+	17	オメトエート	214.0	182.9	8	124.9	24	+
6	クロルピリホスメチル	321.9	289.9	16	124.9	24	+	18	オキサジキシル	279.1	219.1	8	132.1	36	+
7	ジフェノコナゾール	406.1	337.0	16	251.0	28	+	19	フェントエート	321.0	135.0	20	79.1	52	+
8	エトキサゾール	360.2	304.1	20	141.0	36	+	20	プロフェノホス	375.0	346.9	13	304.8	17	+
9	ファモキサドン	375.1	225.1	16	72.1	24	+	21	ピレトリン I	329.0	161.0	5	105.0	41	+
10	フェナミホス	304.0	217.0	25	202.0	41	+	22	ピリメタニル	200.1	107.0	28	42.1	52	+
11	フェンプロピモルフ	304.0	147.0	33	132.0	49	+	23	スピロジクロフェン	411.1	313.1	8	71.2	16	+
12	イソキサイオン	314.1	105.0	16	96.9	55	+	24	テブコナゾール	308.2	125.1	45	70.1	25	+
No.	Cpd Name	Prec Ion	定量イオン		定性イオン		Polarity	No.	Cpd Name	Prec Ion	定量イオン		定性イオン		Polarity
			Prod Ion	CE (V)	Prod Ion	CE (V)					Prod Ion	CE (V)	Prod Ion	CE (V)	
25	アセフェート	184.0	142.9	4	49.1	24	+	48	マラチオン	331.1	285.1	4	127.1	12	+
26	アセタミプリド	223.1	126.0	24	56.1	16	+	49	メタミドホス	142.0	125.0	8	94.0	16	+
27	ペナラキシル	326.0	208.0	16	148.0	20	+	50	メトキシフェノジド	369.0	149.0	16	91.0	55	+
28	ビフェントリン	440.2	181.1	8	166.1	48	+	51	モノクロトホス	224.0	193.0	4	127.0	16	+
29	カズサホス	271.1	159.0	12	131.0	24	+	52	ニテンピラム	271.1	225.1	8	196.0	20	+
30	カルバリル	202.0	145.0	8	127.0	32	+	53	オキサミル	237.0	90.1	5	72.0	25	+
31	カルベンダジム	192.1	160.0	20	132.0	36	+	54	ピリミカルブ	239.0	182.0	16	72.0	32	+
32	クロルフェナビル	349.0	131.0	44	80.9	36	-	55	ピリミホスメチル	306.1	164.2	24	108.1	36	+
33	クロルプロファミ	214.1	172.1	5	154.0	21	+	56	プロクロラズ	376.0	308.0	8	70.0	28	+
34	クロルピリホス	349.9	198.0	17	125.0	17	+	57	プロバモカルブ	189.2	102.1	20	74.0	28	+
35	s-ベルメトリン	408.1	183.1	24	165.0	55	+	58	ピラクロストロピン	388.0	194.0	9	163.0	29	+
36	クロチアニジン	250.0	169.0	12	131.9	16	+	59	スフホキサフル	278.1	174.0	4	154.0	36	+
37	シベルメトリン	433.1	191.0	12	91.0	55	+	60	テブフェノジド	353.0	297.1	4	133.0	20	+
38	シロマジン	167.1	85.0	20	68.1	44	+	61	テブフェンピラド	334.2	145.0	32	117.0	44	+
39	ジメタナミド	276.1	244.1	12	168.0	28	+	62	チアベンダゾール	202.0	175.0	28	131.0	40	+
40	ジノテフラン	203.1	129.0	12	43.1	55	+	63	チアクロプリド	253.0	126.0	24	90.0	44	+
41	エトフェンプロックス	394.2	177.1	12	107.0	52	+	64	チアメトキサム	292.0	211.0	12	181.0	24	+
42	フェンプロバトリン	350.2	125.1	9	55.2	53	+	65	チオジカルブ	355.1	108.0	12	88.0	28	+
43	フェンピロキシメート(E,Z)	422.0	366.0	16	138.0	36	+	66	t-ベルメトリン	408.1	183.0	16	168.0	52	+
44	フルジオキサニル	247.0	180.0	32	126.0	36	-	67	トリアジメホン	294.1	197.1	13	69.2	20	+
45	イマザリル	297.0	255.0	12	159.0	24	+	68	トリアジメノール	296.0	99.0	20	70.0	20	+
46	イミダクロプリド	256.1	209.0	16	175.1	20	+	69	アクリナトリン	559.2	208.0	12	181.1	40	+
47	インドキサカルブ	528.0	203.0	48	150.0	24	+	70	フルベンジアミド	681.0	274.0	16	254.0	28	-

No.1~24 の移動相は FA, No.25~70 の移動相は AA

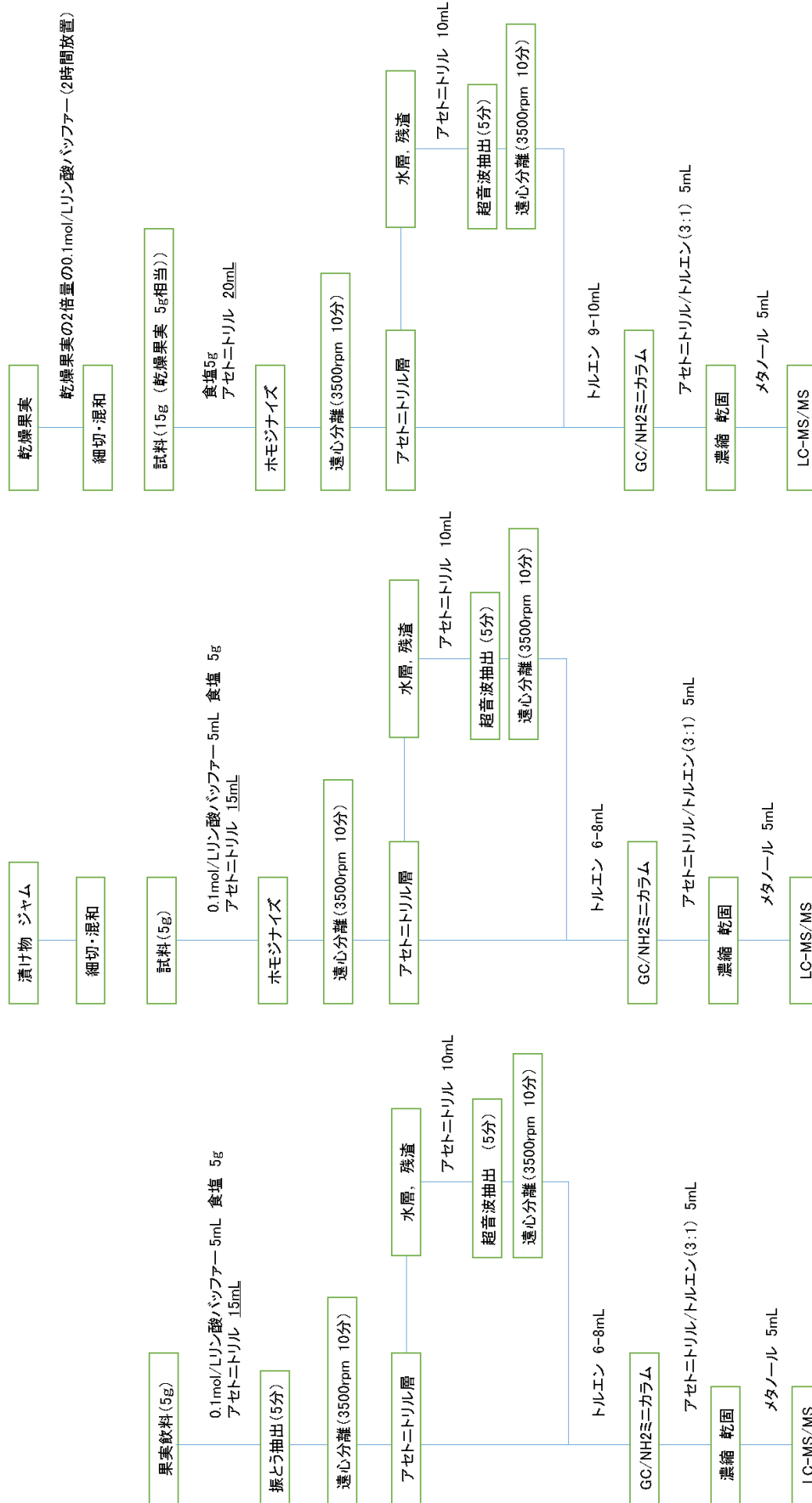


図 1 果実飲料の試験溶液の調製

図 2 漬け物, ジャムの試験溶液の調製

図 3 乾燥果実の試験溶液の調製

2 添加回収試験及び分析法の評価

添加回収試験の結果を表 4-1 及び表 4-2 に示した。なお、りんごジュースはアセタミプリド及びカルベンダジム、いちごジャムはピリメタニル、カルベンダジム及びチアメトキサム、レーズンはメタラキシル、ピリメタニル、テブコナゾール、アセタミプリド及びメトキシフェノシドが検出されたため、これらの結果については測定値を差し引いて添加回収率を求め、参考値として試験法の評価対象から除外した。

白菜漬け及びレーズンにおいてマトリクス効果が大きかった成分（マトリクス比 0.5～0.7）は標準添加法により定量した。回収率及び CV 値について目標値を満たした成分数は、りんごジュース、白菜漬け、いちごジャム及びレーズンで、それぞれ 64、64、62 及び 59 成分であった。

白菜漬け及びレーズンにおいて標準添加法により定量したが、回収率が 70%未満であった成分は、シロマジン及びプロパモカルブであった。これらは、強塩基性の化合物であることから、本法が酸性条件化における抽出ではなかったため、回収率が低かったと考えられた。また、プロパモカルブは、蒸気圧が 730 mPa であり、濃縮によって揮散しやすいことが低回収率となった主な原因と考えられた[5]。

本法は概ね 8 割の成分で良好な結果が得られたことから、加工食品中の残留農薬分析法として有用であると考えられた。今回、加工形態に注目し抽出方法の検討を行ったが、酸性の強い果実を用いた加工食品の抽出時に、氏家らは pH 調整を行っている[6]。当県の特産品には、みかんやレモン等の柑橘類が多いため、これらの加工食品について本法の適用が可能か更なる検討が必要である。

結 語

原材料に残留する可能性のある農薬等及び急性参照用量が設定されている農薬等 70 成分を対象に、農産物を主原料にした加工形態が異なる加工食品（りんご

ジュース、白菜漬け、いちごジャム及びレーズン）中の残留農薬分析法を検討した。回収率 70～120%及び CV 値 25%未満を満たす対象成分の割合は加工食品ごとで異なるものの、概ね 8 割の成分で良好な結果が得られた。また、一斉分析法の手順を簡便化したことで、一斉分析法と比べて、試験溶液の調製に使用する溶媒量を約 3 分の 1 に、試験溶液の調製に要する時間を約 3 分の 2 に短縮することが可能となり、加工食品中の残留農薬検査において効率化が図られた。

文 献

- [1] 医薬食品局食品安全部基準審査課事務連絡. 加工食品中に高濃度に含まれる農薬等の迅速検出法について. 平成 25 年 3 月 26 日.
- [2] “加工食品についての質問”“試験法についての質問”. https://www.mhlw.go.jp/stf/seisakunitsuite/bunya/kenkou_iryuu/shokuhin/zanryu/060329-1.html. 厚生労働省.参照 2023-06-21.
- [3] 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. 平成 17 年 1 月 24 日付け食安発第 0124001 号.
- [4] 榎元清美, 下堂蘭栄子, 他. 県内産加工食品の残留農薬実態調査について. 鹿児島県環境保健センター所報. 2012, 13, 84-90.
- [5] 福井直樹, 高取聡, 他. LC-MS/MS による農産物を主原料とした加工食品中の残留農薬一斉分析法の検討. 食品衛生学雑誌. 2013, 6, 426-433.
- [6] 氏家あけみ, 安永恵. 果実加工品に残留する防かび剤の実態について. 香川県環境保健研究センター所報. 2015, 14, 65-67.
- [7] 厚生労働省医薬食品局食品安全部部長通知. 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. 平成 22 年 12 月 24 日食安発 1224 第 1 号.

表 4-1 添加回収率 (移動相 FA)

No.	Cpd Name	添加濃度0.01ppm (n=4)							
		りんごジュース		白菜漬け		いちごジャム		レーズン	
		回収率(%)	CV(%)	回収率(%)	CV(%)	回収率(%)	CV(%)	回収率(%)	CV(%)
1	メチダチオン	78.8	5.5	96.4	11.4 *	93.1	3.5	90.3	3.6
2	アセトクロール	91.0	1.1	90.7	2.0 *	95.5	2.6	82.0	8.9
3	アトラジン	89.1	0.9	91.3	2.0 *	96.1	1.8	82.8	4.8
4	ブプロフェジン	88.4	4.7	87.4	7.5 *	89.2	2.8	81.3	4.6
5	ブタミホス	97.5	2.5	87.8	2.2 *	94.0	1.6	72.6	6.2
6	クロルピリホスメチル	76.8	10.8	85.2	1.0 *	79.3	5.7	79.9	6.3
7	ジフェノコナゾール	93.1	1.5	89.2	1.6 *	98.4	3.8	72.4	4.5
8	エトキサゾール	89.5	8.4	84.5	4.8 *	82.1	5.4	61.8	5.3
9	ファモキサドン	90.0	2.6	85.5	1.9 *	78.3	3.9	69.9	18.1 *
10	フェナミホス	83.6	1.8	91.0	2.2 *	93.8	2.2	73.9	11.5
11	フェンプロピモルフ	75.3	3.5	89.0	2.1 *	87.3	1.2	72.9	4.3
12	イソキサイオン	96.9	4.2	86.4	3.6 *	93.4	1.9	75.5	6.7
13	クレソキシムメチル	98.9	2.1	92.2	2.9 *	93.0	3.8	79.6	5.1
14	メタラキシル	88.8	2.6	95.6	1.6 *	96.6	3.8	78.8 ^a	1.9 ^a
15	メソミル	91.9	3.2	137.4	3.2	86.6	7.2	82.5	3.3
16	ミクロブタニル	89.6	1.0	91.2	2.3 *	94.2	2.0	81.8	7.7
17	オメトエート	72.0	4.1	84.8	4.0 *	73.6	5.6	75.9	2.0 *
18	オキサジキシル	92.6	2.5	87.1	29.8	92.9	4.1	84.3	3.8
19	フェントエート	98.1	1.4	88.9	2.8 *	89.3	2.4	87.0	5.5 *
20	プロフェノホス	75.1	19.1	86.7	9.6 *	89.0	2.5	72.4	4.6
21	ピレトリン I	83.6	13.6	77.8	3.5 *	82.8	6.9	70.9	9.4
22	ピリメタニル	88.9	2.0	85.5	1.5 *	103.6 ^a	1.5 ^a	73.1 ^a	4.2 ^a
23	スピロジクロフェン	88.2	11.6	78.4	2.4 *	83.8	6.0	71.6	6.5
24	テブコナゾール	93.2	0.8	91.2	2.0 *	98.6	1.8	74.4 ^a	0.9 ^a

*:標準添加法による定量

^a:参考値

網掛け: 目標値に不適合

表 4-2 添加回収率 (移動相 AA)

No.	Cpd Name	添加濃度0.01ppm (n=4)							
		りんごジュース		白菜漬け		いちごジャム		レーズン	
		回収率(%)	CV(%)	回収率(%)	CV(%)	回収率(%)	CV(%)	回収率(%)	CV(%)
25	アセフェート	70.8	2.6	81.4	0.9 *	74.3	0.7	75.4	3.6 *
26	アセタミプリド	92.0 ^a	2.9 ^a	94.4	1.0 *	89.5	2.2	51.7 ^a	19.0 ^{*,a}
27	ベナラキシル	96.5	1.3	92.1	1.6 *	94.6	1.0	75.5	3.6
28	ピフェントリン	63.5	3.5	77.5	3.3 *	81.6	4.8	77.3	4.7 *
29	カズサホス	88.3	2.1	85.0	4.4	89.4	1.7	70.2	2.0
30	カルバリル	92.7	1.1	93.8	1.2 *	89.5	2.4	72.2	3.0
31	カルベンダジム	91.9 ^a	9.3 ^a	108.7	4.2 *	109.3 ^a	3.6 ^a	73.4	51.4
32	クロルフェナピル	96.9	4.0	81.4	4.3 *	87.0	5.6	74.1	3.3
33	クロルプロファミ	87.7	6.2	92.0	3.9 *	94.6	6.9	88.3	2.4 *
34	クロルピリホス	90.6	4.7	79.4	4.1 *	85.7	7.1	81.6	5.0 *
35	シス-ペルメトリン	78.8	1.0	80.9	3.3	81.8	2.4	81.0	18.9 *
36	クロチアニジン	84.2	3.0	101.9	3.8 *	46.8	0.7	88.1	4.7 *
37	シベルメトリン	87.8	2.8	71.8	7.6	84.6	5.9	67.9	5.7 *
38	シロマジン	46.4	4.6	62.2	4.2 *	34.8	2.5	24.7	5.0 *
39	ジメタナミド	92.4	1.4	90.7	0.6 *	99.0	0.7	75.1	0.8
40	ジノテフラン	101.0	10.6	95.1	2.8 *	83.9	1.3	96.3	3.9 *
41	エトフェンプロックス	82.6	1.4	77.6	3.5 *	82.5	3.5	72.1	6.7 *
42	フェンプロパトリン	90.6	4.7	79.4	4.1 *	85.7	7.1	81.6	5.0 *
43	フェンピロキシメート(E,Z)	89.7	2.6	83.7	3.7 *	82.6	3.9	79.8	6.0 *
44	フルジオキサニル	98.0	3.3	94.2	2.0 *	92.2	5.9	75.3	4.8
45	イマザリル	94.9	2.0	91.7	1.9 *	93.5	2.6	77.4	4.1
46	イミダクロプリド	88.4	2.8	94.0	2.2 *	86.2	4.0	94.2	0.9 *
47	インドキサカルブ	96.9	1.8	88.3	1.5 *	92.3	2.8	85.8	8.6 *
48	マラチオン	93.5	2.1	90.9	0.4 *	102.6	1.0	76.4	1.7
49	メタミドホス	66.9	7.6	75.9	6.2 *	43.9	0.9	73.4	4.8 *
50	メトキシフェンジド	97.0	3.4	92.2	2.4 *	96.0	2.3	58.9 ^a	12.7 ^a
51	モノクロトホス	91.5	2.6	94.6	1.6 *	90.4	1.6	79.8	3.8
52	ニテンピラム	75.8	3.1	78.7	5.4 *	79.7	0.9	79.1	4.9 *
53	オキサミル	93.4	3.1	101.3	2.5 *	92.0	1.0	81.7	6.6
54	ピリミカルブ	91.6	1.7	90.8	1.1 *	94.2	1.0	77.0	1.7
55	ピリミホスメチル	91.5	2.4	82.5	3.3	90.0	2.3	73.7	4.0
56	プロクロラズ	97.7	0.5	87.7	3.2 *	96.8	5.7	85.2	3.9 *
57	プロパモカルブ	70.2	9.5	69.3	7.1 *	64.9	1.8	52.7	6.4 *
58	ピラクロストロビン	98.9	6.3	85.6	2.3	99.8	4.1	85.5	1.4 *
59	スフホキサフロル	88.8	2.1	93.3	1.5 *	81.2	1.5	91.4	0.7 *
60	テブフェノジド	96.6	3.1	82.3	3.6	85.9	3.5	87.1	3.9 *
61	テブフェンピラド	90.6	4.8	80.0	6.8	88.3	6.0	86.1	9.3 *
62	チアベンダゾール	79.7	3.2	77.5	4.4 *	59.0	9.7	82.3	23.1 *
63	チアクロプリド	92.4	1.7	98.4	1.1 *	89.8	2.7	94.4	2.0 *
64	チアメトキサム	87.9	4.6	96.5	5.3 *	92.2 ^a	3.4 ^a	93.2	2.2 *
65	チオジカルブ	92.5	2.0	39.6	8.8 *	95.3	2.4	77.8	1.9
66	トランス-ペルメトリン	77.2	2.7	77.9	3.4 *	84.1	2.3	81.0	18.9 *
67	トリアジメホン	93.1	4.4	95.5	3.0 *	95.8	2.0	90.3	4.9 *
68	トリアジメノール	95.7	1.4	92.8	2.5 *	96.6	8.0	89.5	2.6 *
69	アクリナトリン	64.5	5.2	67.5	6.0	81.6	5.5	70.5	15.6 *
70	フルベンジアミド	101.4	5.4	93.0	2.2 *	89.1	7.1	77.4	7.9

*:標準添加法による定量

^a:参考値

網掛け:目標値に不適合