

農産物対象のGC/MS一斉分析法及びLC/MS一斉分析法,並びに畜水産物対象のGC/MS一斉分析法及びLC/MS一斉分析法の平成17年度検討結果

1. 前書き
2. 農産物:GC/MS一斉分析法
 - 基礎データ
 - 回収率
3. 農産物:LC/MS一斉分析法
 - 基礎データ
 - 回収率
4. 畜水産物:GC/MS一斉分析法
 - 基礎データ
 - 回収率(A-H抽出)
 - 回収率(MeCN抽出)
4. 畜水産物:LC/MS一斉分析法
 - 試験法フローシート
 - 基礎データ
 - 回収率(A-H抽出)
 - 回収率(MeCN抽出)
5. GC/MSで測定できなかった農薬
6. LC/MSで測定できなかった農薬

農産物対象のGC/MS一斉分析法及びLC/MS一斉分析法，並びに畜水産物対象のGC/MS一斉分析法及びLC/MS一斉分析法の平成17年度検討結果について

. 解説

- 1 本データは，平成17年11月29日に通知された，農産物対象のGC/MS一斉試験法及びLC/MS一斉試験法，並びに畜水産物対象のGC/MS一斉試験法について，適用対象農薬の拡大を検討した結果，及び18年度に新たに通知予定の畜水産物対象のLC/MS一斉試験法の検討結果を取りまとめたものである．検討は残留農薬分析法検討会において複数の機関で行った．
- 2 番号は，暫定基準最終案におけるNo.であり，「現」は，残留基準が定められているものであって，暫定基準を設定しなかった農薬，「不検出」は，食品中において「不検出」とする農薬である．
- 3 保持指標(GC/MSの場合)及び相対保持時間(LC/MSの場合)は，各機関で求めた値の平均値を示した(注:保持指標は n -アルカンの保持時間を基準とした値であり，相対保持時間はイソキサフルトールを基準とした値である)．
- 4 モニターイオンは，各機関で測定に使用したイオンについて重複したものを省いて示した．太字斜字体は定量イオン，その他は定性イオンを示す．
- 5 GC/MSの測定限界は，標準溶液2 μ LをGC/MSに注入した時に，S/N = 10を示す農薬量(ng)として求めた．複数の機関(農産物対象の場合は3機関，畜水産物対象の場合は4機関)で求めた値の最小値を示した．
- 6 LC/MSの測定限界は，標準溶液5 μ LをLC/MSまたはLC/MS/MSに注入したときにS/N = 10を示す農薬量(ng)として求めた．1または2機関で求めた値であり，2機関で求めた場合は小さい方の値を示した．
- 7 回収率は，各機関において各農産物または畜水産物につき，3試料併行($n=3$)で添加回収試験を行ったときの各食品の各機関ごとの平均回収率と，それら平均回収率の分布(最大値，75%値，中央値，25%値及び最小値)を示した．
- 8 異性体混合物である農薬の回収率は全異性体のピーク面積の和で算出し，異性体1の行に示した．
- 9 判定は，下記の基準に基づいて示した．
 - A: 平均回収率の中央値が70%以上，120%以下
 - B-1: 平均回収率の中央値が120%より大きい
 - B-2: 平均回収率の中央値が50%以上，70%未満
 - C: 平均回収率の中央値が50%未満

. 留意点

- 1 本データは，各一斉試験法について示された全農薬を同時に分析したものではない．1農薬について2～4機関で基礎データを採取し，添加回収試験を実施した．
- 2 GC/MS，LC/MSの何れの場合も，測定限界は使用機器が異なると数倍(場合によっては数十倍)の差が認められた．また，測定限界は標準溶液を測定したときの検出感度に基づく値であり，実試料の試験溶液における定量限界を示すものではない．一般に実試料では試料由来のバックグラウンドノイズがあるため，標準溶液から求めた測定限界に比べ，定量限界は高くなる．
- 3 本データには，農産物または畜水産物に残留基準が示されていない農薬，残留基準に含まれていない代謝物が含まれている．
- 4 留意点3の場合及びその他の理由から，回収率「判定」がA又はB-1の農薬であっても，その全てが通知試験法の分析対象となっているとは限らない．

農産物:GC/MS一斉分析法の検討結果(1)保持指標, モニターイオン, 測定限界

番号 (最終案)	農薬名	農薬名	保持指標	モニターイオン(m/z)				測定限界 (ng) S/N=10
2	1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4-エチルフェニル)エタン(エチラン)	Ethylan	2245	224	223	167		0.001
4	2-(1-ナフチル)アセタミド(ナフレンアセタミド)	2-(1-naphthyl)acetamide	1947	185	141			0.005
52-1	アラマイト(異性体1)	Aramite 1	2192	319	185			0.058
52-2	アラマイト(異性体2)	Aramite 2	2197	319	185			0.063
52-3	アラマイト(異性体3)	Aramite 3	2208	319	185			0.012
52-4	アラマイト(異性体4)	Aramite 4	2230	319	185			0.008
106-1	エポキシコナゾール(異性体1)	Epoxiconazole 1	2341	194	192	165	138	0.107
106-2	エポキシコナゾール(異性体2)	Epoxiconazole 2	2428	192	165			0.007
112	エンドスルフファンスルファート	Endosulfan sulfate	2362	422	387	272		0.004
175	クロゾリネート	Chlorzolinate	2059	331	259			0.003
188	クロルエトキシホス	Chlorethoxyphos	1619	301	153	125		0.004
196	クロルフェンソソ	Chlorfenson	2169	302	175	111		0.001
198-1	クロルブファム分解物	Chlorbufam	1128	153	125			0.013
198-2	クロルブファム	Chlorbufam	1754	223	164	127		0.011
202	クロルベンシド	Chlorbensiide	2119	268	127	125		0.002
228	ジオキサチオン	Dioxathion	1770	270	125			0.003
236	ジクロトホス	Dicrotophos	1664	237	193	127		0.005
247	ジクロルミド	Dichlormid	1356	172	166	124		0.004
252	ジスルホトン	Disulfoton	1813	274	88			0.001
252	ジスルホトンスルホン	Disulfoton sulfone	2132	213	153			0.004
257	シニドンエチル	Cinidon-ethyl	3204	358	330			0.003
344-1	ダイアレート(異性体1)	Di-allate 1	1697	236	234	86		0.002
344-2	ダイアレート(異性体2)	Di-allate 2	1715	236	234	86		0.006
409-1	トリホリン分解物	Triforine deg.	1093	141	139	76		0.292
409-2	トリホリン又はその分解物	Triforine or its deg.	2163	290	288			0.365
430	ニトラピリン	Nitrapyrin	1453	196	194			0.001
443-1	バーバン分解物	Barban deg.	1129	155	153	125		0.004
443-2	バーバン	Barban	2191	257	224	222	153	0.053
462	ビオレスメトリン	Bioresmethrin	2418	171	143	123		0.004
471-1	ピノキサデン分解物	Pinoxaden deg.	2617	400	316	299		0.023
471-2	ピノキサデン	Pinoxaden	2708	400	300	299		0.003
475	ビペロニルブトキシド	Piperonyl butoxide	2409	177	176	149		0.001
515	フェンクロルホス	Fenchlorphos	1919	287	285			0.001
557	フルチアセットメチル	Fluthiacet-methyl	3240	405	403			0.021
564	フルフェンビルエチル	Flufenpyr-ethyl	2245	408	335			0.001
584	プロバホス	Propaphos	2114	304	220			0.001
592-1	プロベナゾール分解物	Probenazole deg.	1768	159	130			0.040
592-2	プロベナゾール	Probenazole	1958	159	130			0.020
597-1	プロメカルブ分解物	Promecarb deg.	1310	150	135			0.006
597-2	プロメカルブ	Promecarb	1692	150	135			0.005
604	ブロモホスエチル	Bromophos-ethyl	2109	359	303			0.002
648	ホルモチオン	Formothion	1855	126	125			0.008
660	メカルバム	Mecarbam	2070	159	131			0.011
668-1	メタゾール分解物	Methazole deg.	1135	121	106			0.049
668-2	メタゾール分解物	Methazole deg.	1315	189	187			0.003
668-3	メタゾール分解物	Methazole deg.	1440	163	161			0.060
668-4	メタゾール	Methazole	1969	260	159	124		1.067
711-1	レスメトリン(異性体1)	Resmethrin 1	2398	171	143	123		0.005
711-2	レスメトリン(異性体2)	Resmethrin 2	2414	171	143	123		0.003
現42	ピリダリル	Pyridalyl	2869	204	164			0.003

番号 (最終案)	農薬名	農薬名	保持指標	モニターイオン(m/z)				測定限界 (ng) S/N=10
14	EPTC	EPTC	1364	189	128			0.002
53	アリドクロール	Allidochlor	1293	174	173	138	132	0.001
103	エトリアゾール	Etridiazole	1460	211	183			0.002
188	クロルエトキシホス	Chlorethoxyphos	1624	263	153			0.002
208	クロロネブ	Chloroneb	1513	208	206	193		0.003
242	ジクロベニル	Dichlobenil	1355	173	171	136		0.000
246	ジクロルボス	Dichlorvos	1247	222	220	185	109	0.002
356	チオメトン	Thiometon	1728	246	158	125	88	0.002

番号 (最終 案)	農薬名	農薬名	保持指標	モニターイオン(m/z)				測定限界 (ng) S/N=10
363	テクナゼン	Tecnazene	1603	261	203			0.001
581	プロバクロール	Propachlor	1617	176	120			0.001
617	ヘブタクロール	Heptachlor	1926	337	272			0.000
649	ホレート	Phorate	1702	260	231	121	75	0.002
252	ジスルフトンスルホン	Disulfoton-sulfone	2141	213	185	153		0.001
不検出	プロファム	Propham	1465	179	137	120	93	0.002

番号は、暫定基準最終案のNo, 「不検出」は食品中において「不検出」とする農薬を示す。

異性体は、保持時間順に番号を付けた。

分解物はGC/MS測定時に熱分解等で生成するものをいう。

保持指標は、複数の機関で求めた値の平均値を示した。

モニターイオンの太字斜字体は定量イオン, その他は定性イオンを示す。複数の機関で使用したイオンについて重複したものを省いて示した。

測定限界は標準溶液2 μLをGC/MSに注入し, S/N = 10の値を求めた。複数の機関で求めた最小値を示した。

本法に従って試験溶液を調製し, 2 μLをGC/MSに注入した場合, 0.04ngが試料中0.01ppmに相当する。

本表には、農作物に残留基準が示されていない農薬が含まれている。

番号 (最終案)	農薬名	添加濃度 (µg/g)	平均回収率 (%) n=3																				判定	備考															
			玄米					大豆					ばれいしょ					ほうれんそう							キャベツ					りんご					オレンジ				
			最小	25%	中央	75%	最大	最小	25%	中央	75%	最大	最小	25%	中央	75%	最大	最小	25%	中央	75%	最大			最小	25%	中央	75%	最大	最小	25%	中央	75%	最大					
604	プロモホスエチル	0.1	104	-	114	73	-	92	102	-	107	113	-	114	91	-	118	94	-	110	90	-	113	73	93	105	113	118	A										
648	ホルモチオン	0.1	73	-	93	110	-	110	76	-	106	79	-	84	77	-	115	75	-	100	70	-	118	70	76	89	109	118	A										
660	メカルバム	0.1	128	-	121	127	-	116	106	-	111	104	-	108	104	-	119	100	-	114	107	-	113	100	106	112	118	128	A										
668	メタゾール	0.1	34	-	33	44	-	28	53	-	63	26	-	42	77	-	63	46	-	52	35	-	22	22	33	43	53	77	C	分解物ピークが複数出現. 機関 , ともに分解物で定量									
711	レスメトリン	0.1	100	-	103	70	-	103	99	-	81	50	-	77	43	-	45	85	-	81	73	-	124	43	71	81	99	124	A	ピオレスメトリン, レスメトリンともにキャベツでの回収率が低い.									
現42	ピリダリル	0.1	22	-	32	13	-	29	18	-	28	101	-	113	5	-	50	22	-	34	20	-	51	5	20	28	46	113	C	GfC/NH2からの回収率が低い									

番号 (最終案)	農薬名	添加濃度 (µg/g)	平均回収率 (%) n=3																				判定	備考															
			玄米					大豆					ばれいしょ					ほうれんそう							キャベツ					りんご					オレンジ				
			最小	25%	中央	75%	最大	最小	25%	中央	75%	最大	最小	25%	中央	75%	最大	最小	25%	中央	75%	最大			最小	25%	中央	75%	最大	最小	25%	中央	75%	最大					
14	EPTC	0.1	44	31	64	33	32	34	43	13	38	17	51	24	35	59	53	55	24	35	32	53	30	43	52	38	34	70	51	44	13	32	38	51	70	C			
53	アリドクロール	0.1	57	49	73	40	58	53	69	26	56	40	61	34	50	74	55	63	44	60	48	75	54	60	70	46	63	79	71	62	26	49	57	65	79	B-2			
103	エトリアゾール	0.1	54	43	78	40	39	42	51	23	44	33	64	33	46	72	70	63	38	48	49	69	39	54	66	49	52	74	74	58	23	41	50	64	78	B-2			
188	クロルエトキシホス	0.1	79	74	89	40	59	60	66	48	69	70	73	62	69	93	85	84	60	72	69	109	74	85	82	61	75	59	83	71	40	62	71	82	109	A			
208	クロロネブ	0.1	79	75	83	75	62	67	65	52	71	67	70	64	68	91	80	80	58	70	67	88	67	75	75	75	79	72	79	93	52	67	73	79	93	A			
242	ジクロベニル	0.1	42	34	60	31	37	40	44	21	38	24	48	28	37	63	57	61	31	41	43	64	29	43	55	40	50	115	62	61	21	36	43	57	115	C			
246	ジクロルボス	0.1	50	36	58	32	35	30	35	11	49	31	51	25	42	57	51	42	38	48	48	59	52	50	64	40	57	87	65	51	11	36	48	53	87	C			
356	チオメトン	0.1	102	86	51	131	73	55	52	110	79	50	45	121	75	69	45	72	66	84	62	111	88	91	62	148	112	84	103	165	45	62	81	105	165	A			
363	テクナゼン	0.1	81	71	87	81	54	55	67	56	71	68	78	72	71	94	86	89	59	76	74	103	67	76	80	86	76	95	92	87	54	70	76	87	103	A			
581	プロバクロール	0.1	98	97	99	90	97	87	94	87	95	95	88	94	93	104	77	94	77	93	76	107	101	93	102	108	95	82	100	110	76	90	95	99	110	A			
617	ヘブタクロル	0.1	86	95	101	86	55	57	68	54	80	94	104	88	80	101	96	84	74	96	90	98	87	99	96	90	86	106	103	93	54	83	90	97	106	A			
649	ホレート	0.1	91	93	88	114	73	71	80	89	82	83	84	102	78	98	87	92	74	88	83	118	93	91	115	98	97	113	128	71	83	91	98	128	A				
252	ジスルホトンスルホン	0.1	129	117	117	125	138	103	121	136	126	109	123	129	111	108	73	77	110	109	113	128	132	107	103	132	134	107	140	139	73	108	119	130	140	A			
不検出	プロファム	0.1	106	86	98	94	94	75	84	77	98	84	90	78	83	101	89	90	73	91	85	109	82	91	86	94	107	98	97	122	73	84	91	98	122	A			

GfC/NH2: グラファイトカーボン/NH2ミニカラム

番号は、暫定基準最終案のNo, 「不検出」は食品中において「不検出」とする農薬を示す。

異性体がある農薬は、保持時間順に番号を付けて示した。

回収率は、各機関においてそれぞれの試料につき、n=3で添加回収試験を行ったときの平均値を示した。

作物名の下のは検討した機関を示す。

異性体混合物である農薬の回収率は全異性体のピーク面積の和で算出した。

- : 未検討。

*: 妨害のため測定不能。

判定は、下記の基準で示した。

A: 平均回収率の中央値が70%以上, 120%以下

B-1: 平均回収率の中央値が120%より大きい

B-2: 平均回収率の中央値が50%以上, 70%未満

C: 平均回収率の中央値が50%未満

本表には、農産物に残留基準が示されていない農薬が含まれている。