

ジルコニアコート化シリカゲル/C18 混合ミニカラムを用いた スパイス中の残留農薬分析法の検討

中川光^{1,2}、山路章¹、向井健悟¹

¹神戸市健康科学研究所 生活科学部、²現所属 神戸市健康局環境衛生課

1 はじめに

スパイスとは、食品に風味付けの目的で比較的少量使用される種々の植物由来の芳香性樹皮、根、根茎、蕾、種子、果実または果皮をいい、近年食の多様化に伴って日本においても多種多様なスパイスが使用されている。また、スパイスなどの輸入食品では、農薬の基準超過等の違反事例が散見されており、これらの安全性に対する消費者の不安と関心は高まっている。

スパイスの分析法としては、農薬等の一斉試験法(以下「通知法」という。)が厚生労働省から通知されているが、通知法に従い前処理を実施しても、スパイスに由来する夾雑成分が非常に多く、精製工程での除去が不十分なため、夾雑成分に妨害されて対象の農薬が測定できない、測定機器が汚染されるなど、分析には大きな課題があった。

そこで、本検討では既報^{2,3)}を参考に脂質除去に有用な、シリカゲルにジルコニアとC18を化学結合させた固相ミニカラム(Z-Sep/C18)を用いて精製方法を検討したので、夾雑成分の除去効果及び添加回収試験の結果について報告する。

2 実験方法

2.1 試料

市販のコリアンダー、クミン、カルダモンを用いた。いずれも今回対象とする農薬が含まれていないことを確認した後、実験に供した。

2.2 試薬及び標準品等

農薬標準品には林純薬工業(株)製の PL2005 農薬 GC/MS Mix1~7、PL2005 農薬 LC/MS Mix4~7、PL 農薬混合標準溶液(第一種特定化学物質)II及び PL 農薬混合標準溶液(第一種特定化学物質関連)IIを用いた。アセトニトリル、アセトン、トルエン、メタノール、n-ヘキサン、塩化ナトリウム及び無水硫酸ナトリウムは富士フィルム和光純薬工業(株)製、0.5 mol/L リン酸緩衝液(pH7.0)は林純薬工業(株)製を用いた。精製用固相ミニカラムには、

Supelclean Z-Sep/C18 混床 SPE チューブ(シグマアルドリッチ社製)及び InertSep GC/NH₂(ジエールサイエンス(株)製)を用いた。

標準原液は、GC-MS/MS 測定対象農薬はアセトンで、LC-MS/MS 測定対象農薬はアセトニトリルで溶解し、それぞれ 1 µg/mL 混合標準原液とした。検量線は混合標準原液を GC-MS/MS 測定対象農薬はアセトン/n-ヘキサン(1:1)で、LC-MS/MS 測定対象農薬はメタノールで適宜希釈して、マトリックス検量線として 5~15 ng/mL の範囲で作製した。

2.3 装置及び測定条件

装置及び測定条件については、表 1 に示した。なお、定量下限値は 0.01 mg/kg とした。

表 1 GC-MS/MS 及び LC-MS/MS 測定条件

<GC-MS/MS>	
装置	GC:7890B, MS:7000C Triple Quad (Agilent Technologies)
カラム	VF-5MS (0.25 mm×30 m, 膜厚 0.25 µm) (Agilent Technologies)
昇温条件	70°C (2) - 25°C/min - 150°C (0) - 3°C/min - 200°C (0) - 25°C/min - 310°C (0) - 315°C (5)
注入口温度	250°C
キャリアガス	ヘリウム
流量	定流量 1.0 mL/min
注入量	2 µL
<LC-MS/MS>	
装置	HPLC:LC20A (shimadzu), MS:Qtrap 4500 (AB SCIEX)
カラム	InertSustain C18 (2.1×150 mm, 粒径 3 µm) (GL Sciences)
カラム温度	40°C
移動相	A液:5 mM 酢酸アンモニウム水溶液 B液:5 mM 酢酸アンモニウム・メタノール溶液
グラジエント条件	A:B (min)=85:15 (0)→60:40 (1-3.5)→50:50 (6)→45:55 (8)→5:95 (17.5-35)→85:15 (35.1-50)
流速	0.2 mL/min
注入量	5 µL

2.4 分析対象物質

GC-MS/MS 測定対象農薬 179 項目及び、LC-MS/MS 測定対象農薬 72 項目の合計 251 項目を対象とした。それぞれ表 2 及び表 3 に示した。

表2 GC-MS/MS 測定対象農薬 179 項目

1	BHC	46	クロルベンジド	91	2-(1-ナフチル)アセタミド	136	フルミオキサジン
2	DDT	47	クロロベンジレート	92	ナプロバミド	137	プレチラクロール
3	EPN	48	シアナジン	93	ニトタールイソプロピル	138	プロシモン
4	XMC	49	シアノホス	94	ノルフルラゾン	139	プロチオホス
5	アザコナゾール	50	ジエトフェンカルブ	95	バクロブトラゾール	140	プロバクロール
6	アセトクロール	51	ジクロトホス	96	パラチオン	141	プロバジン
7	アトラジン	52	ジクロフェンチオン	97	パラチオンメチル	142	プロパニル
8	アトリン	53	ジクロホップメチル	98	ハルフェンブロックス	143	プロパホス
9	アラクロール	54	ジクロラン	99	ピコリナフェン	144	プロパルギット
10	アルドリン及びディルドリン	55	ジスルホトン	100	ピテルタノール	145	プロピコナゾール
11	イサゾホス	56	シハロトリン	101	ピフェノックス	146	プロピザミド
12	イソフェンホス	57	シハロホップブチル	102	ピフェントリン	147	プロヒドロジヤモン
13	イソプロカルブ	58	ジフェナミド	103	ピペロニルブトキシド	148	プロフェノホス
14	イソプロチオラン	59	シプロコナゾール	104	ピペロホス	149	プロボキスル
15	イプロベンホス	60	シペルメトリン	105	ピラゾホス	150	プロマシル
16	ウニコナゾールP	61	シマジン	106	ピリダフェンチオン	151	プロメトリン
17	エスプロカルブ	62	ジメタメトリン	107	ピリダベン	152	プロモブチド
18	エチオン	63	ジメチルビンホス	108	ピリフェノックス	153	プロモプロピレート
19	エディフェンホス	64	ジメテナミド	109	ピリブチカルブ	154	プロモホス
20	エトキサゾール	65	ジメエート	110	ピリプロキシフェン	155	ヘキサコナゾール
21	エトフェンブロックス	66	シメトリン	111	ピリミノバクメチル	156	ベナラキシル
22	エトフメセート	67	ジメピペレート	112	ピリミホスメチル	157	ベノキサコール
23	エトプロホス	68	スピロキサミン	113	ピリメタニル	158	ヘプタクロル
24	エトリムホス	69	ターバシル	114	ピンクロゾリン	159	ベルメトリン
25	エポキシコナゾール	70	ダイアジノン	115	フェナミホス	160	ペンコナゾール
26	エンドスルファン	71	チオベンカルブ	116	フェナリモル	161	ペンディメタリン
27	エンドリン	72	チオメト	117	フェントロチオン	162	ペンフレセート
28	オキサジアゾン	73	チフルザミド	118	フェノキサニル	163	ホサロン
29	オキサジキシル	74	テクナゼン	119	フェノチオカルブ	164	ホスファミドン
30	オキシフルオルフェン	75	テトラコナゾール	120	フェンクロルホス	165	ホスメット
31	カズサホス	76	テトラジホス	121	フェンチオン	166	ホレート
32	カフェンストロール	77	テニルクロール	122	フェントエート	167	マラチオン
33	カルフェントラゾンエチル	78	テブコナゾール	123	フェンバレレート	168	マイクロブタニル
34	カルボキシ	79	テブフェンピラド	124	フェンプロバトリン	169	メチダチオン
35	キナルホス	80	テフルトリン	125	フサライド	170	メキシクロール
36	キノキシフェン	81	テルブトリン	126	ブタクロール	171	メミノストロピン
37	クレソキシムメチル	82	テルブホス	127	ブタミホス	172	メラクロール
38	クロマゾン	83	トリアジメノール	128	ブピリメート	173	メビンホス
39	クロルタールジメチル	84	トリアジメホス	129	ブプロフェジン	174	メフェナセト
40	クロルピリホス	85	トリアゾホス	130	フルキンコナゾール	175	メフェンビルジエチル
41	クロルピリホスメチル	86	トリアレート	131	フルジオキシニル	176	メブロニル
42	クロルフェナビル	87	トリブホス	132	フルシトリネート	177	モノクロトホス
43	クロルフェンソン	88	トリフルラリン	133	フルトラニル	178	レスメトリン
44	クロルフェンビンホス	89	トリフロキシストロピン	134	フルトリアホール	179	レナシル
45	クロルプロファム	90	トルクロホスメチル	135	フルバリネート		

表3 LC-MS/MS 測定対象農薬 72 項目

1	アジンホスメチル	21	クロマフェノジド	41	テブチウロン	61	ヘキサフルムロン
2	アゾキシストロピン	22	クロメブロッブ	42	テブフェノジド	62	ヘキシチアゾクス
3	アニロホス	23	クロリダゾン	43	テフルベンズロン	63	ベンシクロン
4	アラマイト	24	クロロクスロン	44	トリデモルフ	64	ペンダイオカルブ
5	アルジカルブ	25	シアゾファミド	45	トリフルムロン	65	ペントキサゾン
6	アルドキシカルブ	26	ジウロン	46	ナプロアニリド	66	ボスカリド
7	イソキサフルトール	27	シフルフェナミド	47	ノバルロン	67	メタベンズチアズロン
8	イプロバリカルブ	28	ジフルベンズロン	48	ピラクロストロピン	68	メキシフェノジド
9	イマザリル	29	シプロジニル	49	ピリミカーブ	69	モノリニロン
10	イミダクロプリド	30	シメコナゾール	50	フェノキシカルブ	70	ラクトフェン
11	インダノファン	31	ジメチリモール	51	フェノブカルブ	71	リニロン
12	インドキサカルブ	32	ジメモルフ	52	フェリムゾン	72	ルフエヌロン
13	オキサジクロメホス	33	シラフルオフェン	53	フェンアミドン		
14	オキサミル	34	スピノサド	54	フェンピロキシメート		
15	オリザリン	35	ダイアレート	55	フェンメディファム		
16	カルバリル	36	ダイムロン	56	ブタフェナシル		
17	カルプロバミド	37	チアクロプリド	57	フルフェナセト		
18	クミルロン	38	チアベンダゾール	58	フルフェノクスロン		
19	クロキントセツトメキシル	39	チアメトキサム	59	フルリドン		
20	クロチアニジン	40	テトラクロルビンホス	60	プロバキザホップ		

表 4 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	< 基準値濃度に相当するピークの1/10
定量限界 > 基準値1/3	< 定量限界濃度に相当するピークの1/3
不検出	< 定量限界濃度に相当するピークの1/3

添加回収試験の結果、表 5～表 7 のとおり 251 項目中カルダモンで 235 項目、クミンで 238 項目、コリアンダーで 241 項目が良好であった。いずれかのスパイスで良好な回収率を満たさなかった項目は GC-MS/MS 測定対象農薬では XMC、イソプロカルブ、カルボキシシ、ジクロトホス、チオメトン、メビンホス、モノクロトホス、レスメトリンの 179 項目中 8 項目、LC-MS/MS 測定対象農薬ではアルドキシカルブ、イマザリル、イミダクロプリド、オキサミル、クロチアニジン、ジメチリモール、スピノサド、チアベンダゾール、チアメキサム、フェリムゾン、フェンアミドンの 72 項目中 11 項目であった。また、選択性が良好でなかった項目は、カルダモンにおいては XMC、イソプロカルブ、シペルメトリンの 3 項目、クミンにおいては XMC、イミダクロプリドの 2 項目、コリアンダーでは 0 項目であった。これらのピーク近傍にはスパイス中に含まれる夾雑成分による妨害ピークが確認された。しかしながら、シペルメトリン及びイミダクロプリドはいずれも「食品分類名:その他のスパイス」において残留基準値が 5 ppm に設定されているため、表 4 に示すガイドラインの妨害ピークの許容範囲では許容されるピーク面積である可能性は十分に考えられる。

また、本試験法によって回収率が低下した項目もいくつか見られ、特に LC-MS/MS 測定対象農薬については良好な回収率を満たさなくなる項目が増加した。これは、Z-Sep/C18 固相ミニカラムによって農薬が保持されている影響が考えられるが、Z-Sep/C18 を使用しなかった場合、試料に含まれる夾雑成分によって測定機器やカラム等が汚染され、場合によってはメンテナンスを必要とすることから、Z-Sep/C18 固相ミニカラムによる精製をおこない、測定することが望ましいと考える。回収率が良好でなかった項目、本試験法でも夾雑成分による妨害が見られる項目については、今後検討の余地があると思われる。

以上のことから、カルダモン、クミン、コリアンダーにおいて 251 項目中 235～241 項目について分析法を確立することができた。これらスパイスの分析法を確立したことで脂質等の夾雑成分を含むその他の試料についても同様の方法で分析が可能であると考えられ、当所における健康危機管理体制の強化につながることを期待できる。

4 まとめ

本検討では、スパイス中の残留農薬の分析法について検討をおこなった。通知法によりスパイス中の農薬を分析すると、スパイス由来の夾雑成分に妨害されて多くの農薬が分析できなかった。そのため、本検討では Z-Sep/C18 固相ミニカラムを用いた精製方法を検討し、添加回収試験を実施した結果、以下のような知見が得られた。

- 1) Z-Sep/C18 固相ミニカラムを用いてアシルグリセロールやリン脂質等を除去したことで、スパイス由来の夾雑成分による大きなピークが消失あるいは大幅に減少し、夾雑成分による妨害ピークが大幅に改善された。
- 2) 本試験法を用いて添加回収試験を実施した結果、カルダモン、クミン、コリアンダーにおいて 251 項目中 235～241 項目について、選択性の基準及び平均回収率 70%～120%を満たし、定量分析法を確立することができた。
- 3) 一部の農薬については、Z-Sep/C18 固相ミニカラムによる保持の影響で回収率が低下したと考えられた。しかしながら、スパイス試料に含まれる夾雑成分による測定機器やカラム等の汚染などの影響を考慮すると、Z-Sep/C18 固相ミニカラムによる精製は必要な操作であるため、本試験法で良好な結果が得られなかった項目についてはさらなる検討の余地があると思われる。

5 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(平成 17 年 1 月 24 日付け食安発第 0124001 号)
- 2) Kuniyo Sugitate and Machiko Saka. Decrease in the matrix enhancement effect on pesticides analysis with GC-MS using new types of solid-phase extraction column. J. Pestic. Sci. 2015. 40(3):87-91.
- 3) 岩越景子ら:LC-MS/MS を用いた豆類中残留農薬の迅速分析法に関する研究. 食衛誌. 2016. 57:5.
- 4) 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の一部改正について(平成 22 年 12 月 24 日付け食安発 1224 第 1 号)

表 5 カルダモンにおける添加回収試験の結果 (n=6)

カルダモン				カルダモン				カルダモン				カルダモン			
No.	農薬名	選択性	回収率(%)	No.	農薬名	選択性	回収率(%)	No.	農薬名	選択性	回収率(%)	No.	農薬名	選択性	回収率(%)
GC1	BHC	○	93	GC64	ジメテナミド	○	91	GC127	ブタミホス	○	84	LC11	インダノファン	○	97
GC2	DDT	○	93	GC65	ジメエート	○	104	GC128	ブピリメート	○	89	LC12	インドキサカルブ	○	90
GC3	EPN	○	85	GC66	シメトリン	○	89	GC129	ブプロフェジン	○	89	LC13	オキサジクロメホン	○	93
GC4	XMC	×	267	GC67	ジメビレレート	○	94	GC130	フルキンコナゾール	○	86	LC14	オキサミル	○	47
GC5	アザコナゾール	○	85	GC68	スピロキサミン	○	82	GC131	フルジオクソニル	○	77	LC15	オリザリン	○	97
GC6	アセトクロール	○	94	GC69	ターバシル	○	88	GC132	フルシトリネート	○	93	LC16	カルバリル	○	88
GC7	アトラジン	○	94	GC70	ダイアジノン	○	91	GC133	フルトラニル	○	91	LC17	カルプロバミド	○	88
GC8	アトリン	○	91	GC71	チオベンカルブ	○	94	GC134	フルトリアホール	○	83	LC18	クミルロン	○	94
GC9	アラクロール	○	93	GC72	チオメトン	○	65	GC135	フルバリネート	○	89	LC19	クロキントセットメキシル	○	89
GC10	アルドリノ及びディルドリン	○	92	GC73	チフルザミド	○	89	GC136	フルミオキサジン	○	74	LC20	クロチアニジン	○	68
GC11	イサゾホス	○	94	GC74	テクナゼン	○	91	GC137	プレチラクロール	○	88	LC21	クロマフェノジド	○	92
GC12	イソフエホス	○	88	GC75	テトラコナゾール	○	88	GC138	プロシミン	○	92	LC22	クロメプロップ	○	90
GC13	イソプロカルブ	×	215	GC76	テトラジホン	○	92	GC139	プロチオホス	○	90	LC23	クロリダゾン	○	74
GC14	イソプロチオラン	○	89	GC77	テニルクロール	○	87	GC140	プロバクロー	○	92	LC24	クロロクサロン	○	87
GC15	イプロベンホス	○	93	GC78	テブコナゾール	○	82	GC141	プロバジン	○	95	LC25	シアゾファミド	○	88
GC16	ウニコナゾールP	○	86	GC79	テブフェンピラド	○	89	GC142	プロバニル	○	95	LC26	ジウロン	○	72
GC17	エスプロカルブ	○	94	GC80	テフルトリノ	○	97	GC143	プロバホス	○	78	LC27	シフルフェナミド	○	95
GC18	エチオン	○	91	GC81	テルフトリン	○	92	GC144	プロバルギット	○	95	LC28	ジフルベンズロン	○	90
GC19	エチフェンホス	○	86	GC82	テルブホス	○	91	GC145	プロビコナゾール	○	86	LC29	シプロジニル	○	86
GC20	エトキサゾール	○	87	GC83	トリアジメノール	○	89	GC146	プロビザミド	○	93	LC30	シメコナゾール	○	89
GC21	エトフェンブロックス	○	94	GC84	トリアジメホン	○	91	GC147	プロビドロジャスモン	○	98	LC31	ジメチリモール	○	0
GC22	エトフメセート	○	96	GC85	トリアゾホス	○	86	GC148	プロフェノホス	○	85	LC32	ジメトモルフ	○	88
GC23	エトプロホス	○	97	GC86	トリアレート	○	93	GC149	プロボクスル	○	97	LC33	シラフルオフェン	○	91
GC24	エトリムホス	○	92	GC87	トリブホス	○	93	GC150	プロマシル	○	85	LC34	スピノサド	○	55
GC25	エボキシコナゾール	○	91	GC88	トリフルラリン	○	87	GC151	プロメトリン	○	90	LC35	ダイアラート	○	93
GC26	エンドスルファン	○	92	GC89	トリフロキシストロビン	○	91	GC152	プロモブチド	○	91	LC36	ダイムロン	○	98
GC27	エンドリン	○	94	GC90	トルクロホスメチル	○	93	GC153	プロモプロビレート	○	87	LC37	チアクロプリド	○	80
GC28	オキサジアゾン	○	90	GC91	2-(1-ナフチル)アセタミド	○	80	GC154	プロモホス	○	90	LC38	チアベンダゾール	○	30
GC29	オキサジキシル	○	83	GC92	ナプロバミド	○	87	GC155	ヘキサコナゾール	○	93	LC39	チアトキサム	○	52
GC30	オキシフルオルフェン	○	90	GC93	ニトリアルイソプロピル	○	77	GC156	ベナラキシル	○	89	LC40	テトラクロロピビンホス	○	90
GC31	カズサホス	○	96	GC94	ノルフルラゾン	○	86	GC157	ベノキヤコル	○	93	LC41	テブチアロン	○	77
GC32	カフエンストロール	○	84	GC95	バクロフトラゾール	○	86	GC158	ヘプタクロール	○	93	LC42	テブフェノジド	○	95
GC33	カルフェントラゾンエチル	○	90	GC96	バラチオン	○	88	GC159	ベルメトリン	○	91	LC43	テフルベンズロン	○	90
GC34	カルボキシン	○	9	GC97	バラチオンメチル	○	85	GC160	ベンコナゾール	○	92	LC44	トリデモルフ	○	87
GC35	キナルホス	○	93	GC98	ハルフェンブロックス	○	85	GC161	ベンディメタリン	○	81	LC45	トリフルムロン	○	88
GC36	キノキシフェン	○	89	GC99	ピコリナフェン	○	90	GC162	ベンフレセート	○	94	LC46	ナプロアニリド	○	90
GC37	クレソキシムメチル	○	92	GC100	ピテルタノール	○	89	GC163	ホサロン	○	92	LC47	ノバルロン	○	93
GC38	クロマゾン	○	97	GC101	ピフェノックス	○	70	GC164	ホスファミド	○	83	LC48	ビラクロストロビン	○	88
GC39	クロルタルジメチル	○	91	GC102	ピフェントリン	○	95	GC165	ホスメット	○	85	LC49	ピリミカブ	○	74
GC40	クロルピリホス	○	92	GC103	ピペロニルブトキシド	○	89	GC166	ホレート	○	87	LC50	フェノキシカルブ	○	91
GC41	クロルピリホスメチル	○	93	GC104	ピペロホス	○	86	GC167	マラチオン	○	90	LC51	フェブカルブ	○	88
GC42	クロルフェナビル	○	82	GC105	ピラゾホス	○	87	GC168	ミクロフタニル	○	88	LC52	フェリムゾン	○	72
GC43	クロルフェンソン	○	89	GC106	ピリダフェンチオン	○	74	GC169	メチダチオン	○	91	LC53	フェンアミド	○	70
GC44	クロルフェンビホス	○	87	GC107	ピリダベン	○	93	GC170	メトキシクロール	○	97	LC54	フェンピロキシメート	○	91
GC45	クロルプロファミン	○	97	GC108	ピリフェノックス	○	80	GC171	メトキシストロビン	○	87	LC55	フェンメチファミン	○	83
GC46	クロルベンシド	○	91	GC109	ピリプチカルブ	○	91	GC172	メラクロー	○	91	LC56	ブタフェナシル	○	93
GC47	クロロベンジレート	○	90	GC110	ピリプロキシフェン	○	95	GC173	メビンホス	○	84	LC57	フルフェナセット	○	90
GC48	シアナジン	○	94	GC111	ピリミノバックメチル	○	87	GC174	メフェナセット	○	90	LC58	フルフェノクスロン	○	95
GC49	シアノホス	○	92	GC112	ピリミホスメチル	○	91	GC175	メフェンビルジエチル	○	89	LC59	フルリドン	○	90
GC50	ジエトフェンカルブ	○	87	GC113	ピリメタニル	○	92	GC176	メプロニル	○	90	LC60	プロバキサホップ	○	88
GC51	ジクロトホス	○	52	GC114	ピンクロソリン	○	94	GC177	モノクロトホス	○	44	LC61	ヘキサフルムロン	○	93
GC52	ジクロフェンチオン	○	95	GC115	フェナミホス	○	76	GC178	レスメトリン	○	0	LC62	ヘキシチアゾクス	○	92
GC53	ジクロホップメチル	○	91	GC116	フェナリモール	○	90	GC179	レナシル	○	81	LC63	ベンシクロン	○	92
GC54	ジクロラン	○	91	GC117	フェントロチオン	○	86	LC1	アジンホスメチル	○	83	LC64	ベンダイオカルブ	○	88
GC55	ジスルホトン	○	73	GC118	フェノキサニル	○	87	LC2	アゾキシストロビン	○	88	LC65	ペントキサゾン	○	86
GC56	シハロトリノ	○	94	GC119	フェノチオカルブ	○	93	LC3	アニロホス	○	90	LC66	ボスカリド	○	83
GC57	シハロホップメチル	○	93	GC120	フェンクローホス	○	91	LC4	アラマイト	○	95	LC67	メタベンズチアズロン	○	70
GC58	ジフェナミド	○	92	GC121	フェンチオン	○	87	LC5	アルジカルブ	○	78	LC68	メトキシフェノジド	○	89
GC59	シプロコナゾール	○	81	GC122	フェントエート	○	90	LC6	アルドキシカルブ	○	49	LC69	モノリニユロン	○	87
GC60	シベルメトリン	×	103	GC123	フェンバレレート	○	91	LC7	イソキサフルトール	○	80	LC70	ラクトフェン	○	96
GC61	シマジン	○	95	GC124	フェンプロバトリン	○	94	LC8	イソバリカルブ	○	88	LC71	リニユロン	○	87
GC62	ジメタメトリン	○	88	GC125	フザライド	○	87	LC9	イマザリル	○	23	LC72	ルフェスロン	○	90
GC63	ジメチルピビンホス	○	88	GC126	ブタクロール	○	90	LC10	イミダクロプリド	○	72				

表6 クミンにおける添加回収試験の結果(n=6)

No.	農薬名	クミン		No.	農薬名	クミン		No.	農薬名	クミン		No.	農薬名	クミン	
		選択性	回収率(%)			選択性	回収率(%)			選択性	回収率(%)			選択性	回収率(%)
GC1	BHC	○	99	GC64	ジメテナミド	○	96	GC127	ブタミホス	○	91	LC11	インダノファン	○	95
GC2	DDT	○	99	GC65	ジメエート	○	110	GC128	ブピリメート	○	96	LC12	インドキサカルブ	○	93
GC3	EPN	○	99	GC66	シメトリン	○	95	GC129	ブプロフェジン	○	101	LC13	オキサジクロメホン	○	92
GC4	XMC	×	334	GC67	ジメピレレート	○	107	GC130	フルキンコナゾール	○	92	LC14	オキサミル	○	46
GC5	アザコナゾール	○	95	GC68	スピロキサミン	○	109	GC131	フルジオキシニル	○	94	LC15	オリザリン	○	87
GC6	アセトクロール	○	97	GC69	ターバシル	○	96	GC132	フルシトリネート	○	98	LC16	カルバリル	○	87
GC7	アトラジン	○	100	GC70	ダイアジノン	○	99	GC133	フルトラニル	○	98	LC17	カルプロバミド	○	91
GC8	アクトリン	○	97	GC71	チオベンカルブ	○	101	GC134	フルトリアホル	○	95	LC18	クミロン	○	88
GC9	アラクロール	○	99	GC72	チオメトン	○	96	GC135	フルバリネート	○	97	LC19	クロキントセットメキシル	○	94
GC10	アルドリン及びデルドリン	○	97	GC73	チフルザミド	○	98	GC136	フルミオキサジン	○	89	LC20	クロチアニジン	○	65
GC11	イサゾホス	○	96	GC74	テクナゼン	○	91	GC137	プレチラクロー	○	94	LC21	クロマフェンジド	○	93
GC12	イソフェンホス	○	96	GC75	テトラコナゾール	○	95	GC138	プロシミン	○	99	LC22	クロメブロップ	○	94
GC13	イソプロカルブ	○	101	GC76	テトラジホン	○	95	GC139	プロチオホス	○	99	LC23	クロリダゾン	○	73
GC14	イソプロチオラン	○	95	GC77	テニルクロール	○	93	GC140	プロバクロー	○	95	LC24	クロロクスロン	○	93
GC15	イプロベンホス	○	96	GC78	テブコナゾール	○	91	GC141	プロバジン	○	96	LC25	シアソファמיד	○	89
GC16	ウニコナゾールP	○	94	GC79	テブフェンピラド	○	95	GC142	プロバニル	○	96	LC26	ジウロン	○	85
GC17	エスプロカルブ	○	100	GC80	テフルトリン	○	103	GC143	プロバホス	○	90	LC27	シフルフェナミド	○	94
GC18	エチオン	○	99	GC81	テルプトリン	○	100	GC144	プロバルギット	○	101	LC28	ジフルベンズロン	○	91
GC19	エチフェンホス	○	97	GC82	テルブホス	○	96	GC145	プロビコナゾール	○	93	LC29	シプロジニル	○	90
GC20	エトキサゾール	○	93	GC83	トリアジメノール	○	97	GC146	プロビザミド	○	98	LC30	シメコナゾール	○	86
GC21	エトフェンブロックス	○	99	GC84	トリアジメホス	○	97	GC147	プロビドロジャスモン	○	101	LC31	ジメチリモール	○	0
GC22	エトフメセート	○	99	GC85	トリアゾホス	○	98	GC148	プロフェノホス	○	92	LC32	ジメモルフ	○	92
GC23	エトプロホス	○	99	GC86	トリアレート	○	99	GC149	プロボクスル	○	102	LC33	シラフルオフェン	○	91
GC24	エトリムホス	○	96	GC87	トリブホス	○	99	GC150	プロマシル	○	91	LC34	スピノサド	○	85
GC25	エボキシコナゾール	○	98	GC88	トリフルラリン	○	94	GC151	プロメトリン	○	98	LC35	ダイアレート	○	91
GC26	エンドスルファン	○	98	GC89	トリフロキシストロピン	○	96	GC152	プロモブチド	○	95	LC36	ダイムロン	○	95
GC27	エンドリン	○	102	GC90	トルクロホスメチル	○	98	GC153	プロモプロビレート	○	97	LC37	チアクロブリド	○	86
GC28	オキサジアゾン	○	99	GC91	2-(1-ナフチル)アセタミド	○	86	GC154	プロモホス	○	98	LC38	チアベンダゾール	○	52
GC29	オキサジキシル	○	92	GC92	ナプロバミド	○	98	GC155	ヘキサコナゾール	○	102	LC39	チアメキサム	○	43
GC30	オキシフルオルフェン	○	94	GC93	ニトロタルイソプロピル	○	93	GC156	ベナラキシル	○	98	LC40	テトラクロロピビンホス	○	88
GC31	カズサホス	○	100	GC94	ノルフルラン	○	92	GC157	ベノキサコール	○	96	LC41	テブチウロン	○	83
GC32	カフエンストロール	○	93	GC95	バクプロトラゾール	○	92	GC158	ヘプタクロール	○	97	LC42	テブフェンジド	○	93
GC33	カルフェントラゾンエチル	○	91	GC96	バラチオン	○	93	GC159	ベルメトリン	○	98	LC43	テフルベンズロン	○	94
GC34	カルボキシシ	○	55	GC97	バラチオンメチル	○	93	GC160	ベンコナゾール	○	96	LC44	トリデモルフ	○	90
GC35	キナルホス	○	101	GC98	ハルフェンブロックス	○	94	GC161	ベンデメタリン	○	94	LC45	トリフルムロン	○	93
GC36	キノキシフェン	○	95	GC99	ピコリナフェン	○	95	GC162	ベンフレセート	○	97	LC46	ナプロアネリド	○	96
GC37	クレノキシムメチル	○	98	GC100	ビテルタノール	○	100	GC163	ホサロン	○	95	LC47	ノバルロン	○	95
GC38	クロマゾン	○	101	GC101	ビフェノックス	○	97	GC164	ホスファミド	○	91	LC48	ピラクロストロピン	○	92
GC39	クロルタルジメチル	○	100	GC102	ビフェントリン	○	100	GC165	ホスメット	○	92	LC49	ピリミホーフ	○	87
GC40	クロルピリホス	○	98	GC103	ピペロニルプトキシド	○	100	GC166	ホレート	○	93	LC50	フェノキシカルブ	○	93
GC41	クロルピリホスメチル	○	95	GC104	ピペロホス	○	93	GC167	マラチオン	○	95	LC51	フェンブカルブ	○	87
GC42	クロルフェナビル	○	98	GC105	ピラゾホス	○	95	GC168	マイクロタニル	○	98	LC52	フェリムゾン	○	98
GC43	クロルフェンソ	○	98	GC106	ピリダフェンチオン	○	90	GC169	メチダチオン	○	97	LC53	フェンアミン	○	91
GC44	クロルフェンピホス	○	95	GC107	ピリダベン	○	97	GC170	メトキシクロール	○	104	LC54	フェンピロキシメート	○	93
GC45	クロルプロファム	○	101	GC108	ピリフェノックス	○	92	GC171	メトミノストロピン	○	96	LC55	フェンメチファム	○	82
GC46	クロルベンシド	○	96	GC109	ピリプチカルブ	○	100	GC172	メトラクロール	○	97	LC56	メタフェナシル	○	96
GC47	クロロベンジレート	○	98	GC110	ピリプロキシフェン	○	99	GC173	メベンホス	○	86	LC57	フルフェナセット	○	93
GC48	シアナジン	○	95	GC111	ピリミノバックメチル	○	92	GC174	メフェナセット	○	96	LC58	フルフェノクスロン	○	89
GC49	シアノホス	○	93	GC112	ピリミホスメチル	○	98	GC175	メフェンビルジエチル	○	96	LC59	フルリドン	○	93
GC50	ジエトフェンカルブ	○	94	GC113	ピリメタニル	○	96	GC176	メプロニル	○	94	LC60	プロバキサホップ	○	92
GC51	ジクロトホス	○	59	GC114	ピンクロソリン	○	96	GC177	モノクロトホス	○	53	LC61	ヘキサフルムロン	○	96
GC52	ジクロフェンチオン	○	99	GC115	フェナミホス	○	89	GC178	レスメトリン	○	25	LC62	ヘキシチアゾクス	○	97
GC53	ジクロホップメチル	○	98	GC116	フェナリモル	○	96	GC179	レナシル	○	92	LC63	ベンシクロン	○	95
GC54	ジクロラン	○	91	GC117	フェントロチオン	○	94	LC1	アジンホスメチル	○	87	LC64	ベンダイオカルブ	○	88
GC55	ジスルホトン	○	93	GC118	フェノキサニル	○	92	LC2	アゾキシストロピン	○	90	LC65	ベントキサゾン	○	96
GC56	シハロトリン	○	99	GC119	フェノチオカルブ	○	101	LC3	アニロホス	○	93	LC66	ボスカリド	○	89
GC57	シハロホップブチル	○	97	GC120	フェンクロルホス	○	99	LC4	アラマイト	○	96	LC67	メタベンズチアズロン	○	87
GC58	ジフェナミド	○	101	GC121	フェンチオン	○	97	LC5	アルジカルブ	○	84	LC68	メトキシフェンジド	○	92
GC59	シプロコナゾール	○	93	GC122	フェントエート	○	97	LC6	アルドキシカルブ	○	45	LC69	モノリニユロン	○	84
GC60	シベルメトリン	○	99	GC123	フェンバレレート	○	98	LC7	イソキサフルトール	○	74	LC70	ラクトフェン	○	96
GC61	シマジ	○	94	GC124	フェンプロバトリン	○	98	LC8	イソバカリカルブ	○	89	LC71	リニユロン	○	87
GC62	ジメタメトリン	○	97	GC125	フサライド	○	94	LC9	イマザリル	○	61	LC72	ルフェスロン	○	93
GC63	ジメチルピビンホス	○	94	GC126	ブタクロール	○	97	LC10	イミダクロブリド	×	60				

表7 コリアンダーにおける添加回収試験の結果(n=6)

No.	農薬名	コリアンダー		No.	農薬名	コリアンダー		No.	農薬名	コリアンダー		No.	農薬名	コリアンダー	
		選択性	回収率(%)			選択性	回収率(%)			選択性	回収率(%)			選択性	回収率(%)
GC1	BHC	○	94	GC64	ジメテナミド	○	91	GC127	ブタミホス	○	102	LC11	インダノファン	○	85
GC2	DDT	○	98	GC65	ジメエート	○	109	GC128	ブピリメート	○	99	LC12	インドキサカルブ	○	97
GC3	EPN	○	100	GC66	シメトリン	○	92	GC129	ブプロフェジン	○	99	LC13	オキサジクロメホン	○	96
GC4	XMC	○	103	GC67	ジメビレレート	○	94	GC130	フルキシコナゾール	○	96	LC14	オキサミル	○	50
GC5	アザコナゾール	○	93	GC68	スピロキサミン	○	88	GC131	フルジオキシニル	○	96	LC15	オリザリン	○	85
GC6	アセトクロール	○	91	GC69	ターバシル	○	91	GC132	フルシトリネート	○	102	LC16	カルバリル	○	85
GC7	アトラジン	○	96	GC70	ダイアジノン	○	97	GC133	フルトラニル	○	94	LC17	カルプロバミド	○	89
GC8	アメリリン	○	96	GC71	チオベンカルブ	○	98	GC134	フルトリアホール	○	88	LC18	クミルロン	○	88
GC9	アラクロール	○	93	GC72	チオメトン	○	86	GC135	フルバリネート	○	99	LC19	クロキントセツトメキシル	○	95
GC10	アルドリシ及びディルドリン	○	97	GC73	チフルザミド	○	97	GC136	フルミオキサジン	○	93	LC20	クロチアニジン	○	66
GC11	イサノホス	○	93	GC74	テクナゼン	○	86	GC137	プレチラクロール	○	99	LC21	クロマフェンジド	○	88
GC12	イソフェンホス	○	99	GC75	テトラコナゾール	○	100	GC138	プロシミジン	○	91	LC22	クロメブロップ	○	95
GC13	イソプロカルブ	○	90	GC76	テトラジホホ	○	100	GC139	プロチオホス	○	100	LC23	クロリダゾン	○	76
GC14	イソプロチオラン	○	93	GC77	テニルクロール	○	94	GC140	プロバクロー	○	89	LC24	クロクロスロン	○	84
GC15	イプロベンホス	○	97	GC78	テブコナゾール	○	94	GC141	プロバジン	○	95	LC25	シアゾファミド	○	84
GC16	ウニコナゾールP	○	91	GC79	テブフェンピラド	○	102	GC142	プロバニル	○	94	LC26	ジウロン	○	85
GC17	エスプロカルブ	○	99	GC80	テフルトリン	○	101	GC143	プロバホス	○	96	LC27	シフルフェナミド	○	95
GC18	エチオン	○	103	GC81	テルプトリン	○	97	GC144	プロバルギット	○	99	LC28	ジフルベンズロン	○	84
GC19	エディフェンホス	○	87	GC82	テルブホス	○	98	GC145	プロビコナゾール	○	94	LC29	シプロジニル	○	94
GC20	エトキサゾール	○	101	GC83	トリアジメノール	○	93	GC146	プロビザミド	○	91	LC30	シメコナゾール	○	84
GC21	エトフェンブロックス	○	102	GC84	トリアジメホホ	○	96	GC147	プロビドログジャスモン	○	98	LC31	ジメチリモール	○	0
GC22	エトフェメセート	○	92	GC85	トリアゾホス	○	93	GC148	プロフェノホス	○	95	LC32	ジメモルフ	○	88
GC23	エトプロホス	○	92	GC86	トリアレート	○	98	GC149	プロボクスル	○	92	LC33	シラフルオフェン	○	96
GC24	エトリムホス	○	97	GC87	トリブホス	○	108	GC150	プロマシル	○	93	LC34	スピノサド	○	91
GC25	エポキシコナゾール	○	94	GC88	トリフルラリン	○	101	GC151	プロメトリン	○	95	LC35	ダイアレート	○	87
GC26	エンドスルファン	○	98	GC89	トリフロキシストロピン	○	97	GC152	プロモブチド	○	93	LC36	ダイムロン	○	86
GC27	エンドリン	○	99	GC90	トルクロホスメチル	○	98	GC153	プロモプロビレート	○	102	LC37	チアクロブリド	○	84
GC28	オキサジアゾン	○	104	GC91	2-(1-ナフチル)アセタミド	○	89	GC154	プロモホス	○	101	LC38	チアベンダゾール	○	52
GC29	オキサジキシル	○	91	GC92	ナプロバミド	○	97	GC155	ヘキサコナゾール	○	97	LC39	チアメキサム	○	53
GC30	オキシフルオールフェン	○	101	GC93	ニトタールイソプロピル	○	100	GC156	ベナラキシル	○	97	LC40	テトラクロロピビンホス	○	85
GC31	カズサホス	○	96	GC94	ノルフルラン	○	93	GC157	ベノキサコール	○	90	LC41	テブチウロン	○	82
GC32	カフエントラゾール	○	89	GC95	バクトロフトラゾール	○	93	GC158	ヘフタクロル	○	95	LC42	テブフェンジド	○	89
GC33	カルフェントラゾンエチル	○	98	GC96	バラチオン	○	100	GC159	ベルメトリン	○	99	LC43	テフルベンズロン	○	90
GC34	カルボキシリン	○	76	GC97	バラチオンメチル	○	93	GC160	ベンコナゾール	○	98	LC44	トリデモルフ	○	94
GC35	キナルホス	○	94	GC98	ハルフェンブロックス	○	99	GC161	ベンディメタリン	○	101	LC45	トリフルムロン	○	89
GC36	キノキシフェン	○	96	GC99	ピコリナフェン	○	101	GC162	ベンフルセート	○	91	LC46	ナプロアニリド	○	91
GC37	クレソキシメチル	○	98	GC100	ビテルタノール	○	93	GC163	ホサロン	○	100	LC47	ノバルロン	○	88
GC38	クロマゾン	○	89	GC101	ピフェノックス	○	103	GC164	ホスファミド	○	94	LC48	ビラクロストロピン	○	91
GC39	クロルタルジメチル	○	98	GC102	ピフェントリン	○	103	GC165	ホスメット	○	86	LC49	ビリチカーブ	○	88
GC40	クロルピリホス	○	101	GC103	ピベロニルブトキシド	○	104	GC166	ホレート	○	97	LC50	フェノキシカルブ	○	90
GC41	クロルピリホスメチル	○	98	GC104	ピベロホス	○	101	GC167	マラチオン	○	93	LC51	フェノアカルブ	○	84
GC42	クロルフェナビル	○	95	GC105	ピラゾホス	○	100	GC168	マイクロブタニル	○	94	LC52	フェリムゾン	○	67
GC43	クロルフェンソ	○	98	GC106	ピリダフェンチオン	○	95	GC169	メチダチオン	○	87	LC53	フェンアミジン	○	83
GC44	クロルフェンピビンホス	○	97	GC107	ピリダベン	○	99	GC170	メトキシクロール	○	97	LC54	フェンピロキシメート	○	97
GC45	クロルプロファム	○	96	GC108	ピリフェノックス	○	90	GC171	メトミストロピン	○	95	LC55	フェンメチファム	○	78
GC46	クロルベンシド	○	96	GC109	ピリブチカルブ	○	103	GC172	メトラクロール	○	93	LC56	ブタフェナシル	○	89
GC47	クロルベンジレート	○	101	GC110	ピリプロキシフェン	○	101	GC173	メビホス	○	64	LC57	フルフェナセツト	○	87
GC48	シアナジン	○	100	GC111	ピリミノバクメチル	○	93	GC174	メフェナセツト	○	95	LC58	フルフェノクスロン	○	100
GC49	シアノホス	○	88	GC112	ピリホスメチル	○	100	GC175	メフェンビルジエチル	○	99	LC59	フルリドン	○	85
GC50	ジエトフェンカルブ	○	97	GC113	ピリメタニル	○	92	GC176	メプロニル	○	97	LC60	プロバキサホップ	○	96
GC51	ジクロトホス	○	53	GC114	ピンクロゾリン	○	93	GC177	モノクロトホス	○	46	LC61	ヘキサフルムロン	○	95
GC52	ジクロフェンチオン	○	101	GC115	フェナミホス	○	100	GC178	レスメトリン	○	80	LC62	ヘキシチアゾクス	○	94
GC53	ジクロホップメチル	○	102	GC116	フェナリモル	○	96	GC179	レナシル	○	87	LC63	ベンシクロ	○	92
GC54	ジクロラン	○	89	GC117	フェントロチオン	○	95	LC1	アジンホスメチル	○	85	LC64	ベンダイオカルブ	○	86
GC55	ジスルホトン	○	91	GC118	フェノキシニル	○	96	LC2	アゾキシストロピン	○	86	LC65	ベントキサゾン	○	86
GC56	シハロトリン	○	101	GC119	フェノチオカルブ	○	92	LC3	アニロホス	○	88	LC66	ボスカリド	○	88
GC57	シハロホップブチル	○	102	GC120	フェンクロルホス	○	99	LC4	アラマイト	○	91	LC67	メタベンズチアズロン	○	83
GC58	ジフェナミド	○	93	GC121	フェンチオン	○	99	LC5	アルジカルブ	○	86	LC68	メトキシフェンジド	○	84
GC59	シプロコナゾール	○	90	GC122	フェントエート	○	97	LC6	アルドキシカルブ	○	53	LC69	モリニューロン	○	85
GC60	シベルメトリン	○	101	GC123	フェンパレレート	○	100	LC7	イソキサフルトール	○	74	LC70	ラクトフェン	○	96
GC61	シマジン	○	90	GC124	フェンプロバトリン	○	105	LC8	イプロバリカルブ	○	88	LC71	リニューロン	○	83
GC62	ジメタメトリン	○	97	GC125	フサライド	○	89	LC9	イマザリル	○	73	LC72	ルフェスロン	○	96
GC63	ジメチルピビンホス	○	93	GC126	ブタクロール	○	100	LC10	イミダクロブリド	○	75				