

資料

広島県における食品中の残留農薬の一日摂取量調査 —平成19年度—

井原 紗弥香, 杉村 光永, 豊田 安基江, 松尾 健

Studies on Daily Dietary Intake of Pesticide Residues in Hiroshima Area by Market Basket Method (2007)

SAYAKA IHARA, MITSUNORI SUGIMURA, AKIE TOYOTA and TAKESHI MATSUO

(Received Dec. 1, 2008)

平成19年度に広島県内を流通する食品を対象として、マーケットバスケット調査方式による残留農薬の一日摂取量調査を実施した。

調査対象農薬は40農薬とした。また、県内市場から購入した210品目の調査対象食品は「平成17年度国民健康・栄養調査」の食品分類を参考にI～XVの食品群に分類した。残留農薬の分析は、液体クロマトグラフ・質量分析装置(LC-MS/MS)を用いて、食品群ごとに行った。

調査の結果、いずれの食品群からも農薬は検出されなかった。

キーワード：マーケットバスケット調査方式、一日摂取量調査、LC-MS/MS、残留農薬

緒 言 方 法

厚生労働省では、平成3年度から、国民が日常の食事を介して食品に残留する農薬をどの程度摂取しているかを把握するため、国民健康・栄養調査を基礎としたマーケットバスケット調査方式[1][2]による残留農薬の一日摂取量調査を実施している。この調査結果は、食品衛生法に基づく食品中の残留農薬基準値の設定や見直しにおいて、農薬の毒性試験結果或いは農薬の一日摂取許容量(ADI)などとともに、重要な基礎データの一つとなる。

当センターでは、県内の食品の安全性を確保するため、平成17年度から本調査に参画し、県民が日常食を介してどの程度の農薬を摂取しているかを調査しており[3]、今年度も同様に調査を行ったので、その結果を報告する。また、厚生労働省通知(通知法)[4]の「LC/MSによる農薬等の一斉分析法I(農産物)」を参考に畜水産物や加工食品等に適用可能な分析法を検討したので併せて報告する。

1 調査期間

平成19年9月～平成20年3月

2 調査対象農薬

調査対象農薬は、「平成19年度食品残留農薬等一日摂取量実態調査実施要領」(実施要領)に基づいて、通知法が適用可能な殺菌剤10品目、殺虫剤19品目及び除草剤11品目の計40農薬とした(表1)。標準溶液は通知法に準じて調製した。

3 調査対象食品

「平成17年度国民健康・栄養調査」の食品分類を参考に、広島県内流通の食品及び飲料水210品目を用いた。

4 試料の調製

必要に応じて調理等の処理を行った後、実施要領に従い、I～XVの食品群ごとに均一に混合粉碎し、試料とした。各群の一日摂取量及び購入品目数を表2に示した。

5 試薬等

通知法に準じた。

6 分析方法

食品群 I ~ XIII の分析方法を図 1 に示した。

なお、食品群 XIV については、水道水 10 g を計り採り、0.01mol/L 塩酸溶液 10mL を加えた後、アセトニトリル 40mL 及びアセトニトリル飽和 *n*-ヘキサン 25mL を加えて振とうし、アセトニトリル層を分取した。次にアセ

トニトリル飽和 *n*-ヘキサン層に 0.01mol/L 塩酸溶液 5 mL を加えた後、アセトニトリル 35mL を加えて振とうした。このアセトニトリル層を先のアセトニトリル層に合わせて、さらにアセトニトリルで 100mL とした。この溶液 20mL を分取し、塩化ナトリウム 3 g (飽和量) を加えて 10 分間振とうし、水層を捨てる。アセトニ

表 1 調査対象農薬

農 薬 名	用 途	農 薬 数
イプロジオン シアゾファミド チアベンダゾール メバニピリム	イマザリル シメコナゾール トリデモルフ オキシカルボキシシン ジメトモルフ フェリムゾン	殺菌剤 10
アザメチホス アルドキシカルブ カルボフラン シクロプロトリン チオジカルブ フェンピロキシメート メチオカルブ	アジンホスメチル インドキサカルブ クロチアニジン ジフルベンズロン テフルベンズロン ヘキサフルムロン アラマイト カルバリル クロマフェノジド スピノサド フェノキシカルブ ミルベメクチン	殺虫剤 19
アニロホス クロリダゾン ピラゾリネート ベンゾフェナップ	オキサジクロメホン テブチウロン ブタフェナシル リニュロン クミルロン ナプロアニリド フルリドン	除草剤 11
合 計		40

表 2 調査対象食品の一日摂取量及び購入品目数

食品群	分類名	購入品目数	1 日摂取量 ^(注)
I 群	穀類	5 品目	355.6g
II 群	穀類, 種実類, いも類	25 品目	151.7g
III 群	砂糖類, 菓子類	13 品目	32.9g
IV 群	油脂類	4 品目	8.7g
V 群	豆類	14 品目	69.5g
VI 群	果実類	20 品目	128.4g
VII 群	緑黄色野菜	19 品目	97.4g
VIII 群	緑黄色野菜以外の野菜類, きのこ類, 海藻類	30 品目	193.7g
IX 群	調味料・嗜好飲料	17 品目	615.3g
X 群	魚介類	26 品目	79g
XI 群	肉類・卵類	13 品目	106.1g
XII 群	乳類	8 品目	129g
XIII 群	その他の食品	15 品目	95.5g
XIV 群	飲料水	1 品目	600g
合計		210 品目	

(注) 平成 17 年国民健康・栄養調査 (中国地方)

リル層を無水硫酸ナトリウムで脱水した後、減圧濃縮し、窒素気流中で乾固した。これをメタノール 2 mL で定容し、試験溶液とした。

7 分析装置及び分析条件

分析装置及び分析条件は表 3 に示した。

8 定量法

試験溶液 5 μL を LC-MS/MS に注入し得られた MRM (Multiple Reaction Monitoring) クロマトグラムのピーク面積から、絶対検量線法により作成した検量線を用いて、試料溶液中の 40 農薬の濃度を定量した。

結果及び考察

1 前処理操作の検討

通知法は農産物を対象とした試験法であるが、本調査の対象は、農産物のほか畜水産物や加工食品等を含む混合検体であるため、抽出溶媒をアセトニトリルから「LC/MS による農薬等の一斉分析法 (畜水産物) 」[4] で使用されるアセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 2) 混液に変更した。そのため、以下のことについて検討した。

① 転溶溶媒

アセトン及び *n*-ヘキサン (1 : 2) 抽出溶液から農

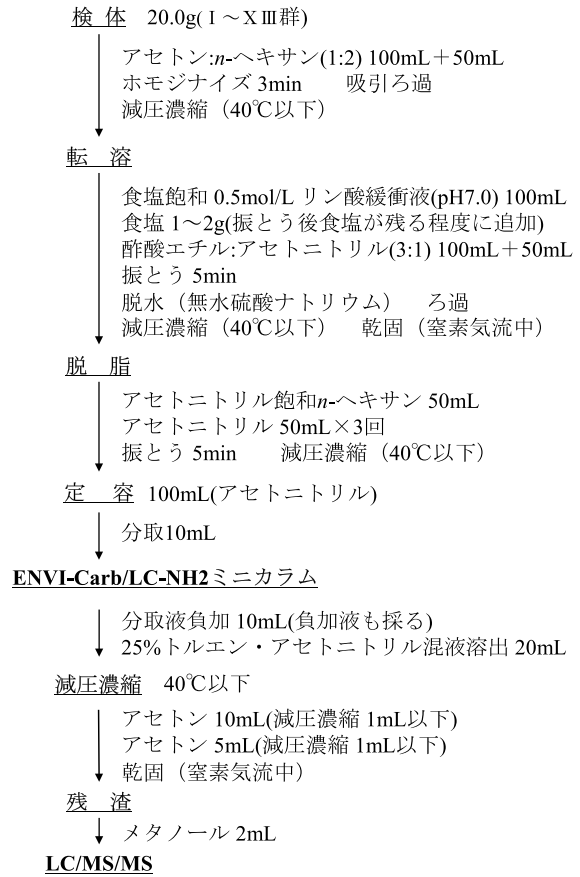


図 1 分析方法

表 3 分析装置及び条件

<u>LC conditions</u>		
Device:	Agilent HP-1100	
Analytical column:	XTerra MS C18, 3.5 μm, 150 x 2.1 mm (Waters)	
Mobile phase flow rate:	0.20 mL/min	
Mobile phase		
Solvent A:	5 m mol/L ammonium acetate/methanol	
Solvent B:	5 m mol/L ammonium acetate/water	
Gradient profile:	5% A → 15% A (1min) → 40% A (3.5min) → 50% A (6min) → 65% A (8min) → 95% A (15.5min) → 95% A (30min)	
Column temperature:	40°C	
Acquisition time:	30 min	
Injection volume:	5 μL	
<u>MS/MS conditions</u>		
Device:	Applied Biosystems API 3000	
Scan Type:	MRM	
Ion Source:	ESI	
Desolvation gas:	N2, 6 L/min	
Polarity:	Negative	Positive
Nebulizer Gas:	6	11
Curtain Gas:	10	6
Ion Transfer Voltage:	-4500	5000
Temperature:	500	300
Collision Gas:	6	9
Dwell Time (msec) :	60	20

薬を抽出・精製するための転溶溶媒を検討した。40 農薬をキャベツに添加し、その回収率を求めた。まず、ヘキサン及び酢酸エチルを転溶溶媒として検討したところ、回収率が0%及び22.6%の農薬が認められた。このため、さらに転溶溶媒の極性を上げるため、酢酸エチル及びアセトニトリル混液を転溶溶媒とした。溶媒比を変えて検討した結果、40 農薬の平均添加回収率が86.9%～118.0%の範囲で最も良好な結果であった酢酸エチル及びアセトニトリル混液3:1の溶媒比を本分析法に採用した。

②脱脂方法

アセトニトリル/*n*-ヘキサンを用いた液/液分配とC18 ミニカラムを比較検討するため、40 農薬の添加回収試験を行った。試料は牛の筋肉とし、*n*=3で試験を行ったところ、平均添加回収率は81.2%～110.0%と76.0%～116.0%であり同等の結果が得られた。そこで、今回、脂肪含量の多い畜水産物や加工食品等に対して、一般的な脱脂方法として使用されている液/液分配の方法を採用した。

2 定量イオンの選択

各農薬について、定量限界濃度である0.01 µg/gが分析可能な、イオン化モード及び測定イオン (S/N比≥10) を決定した (表4)。

3 添加回収試験

本分析法で、各食品群における40 農薬の一斉分析が可能であるかを検証するため、各農薬を食品群 I～XIVに0.1 µg/g 添加し、*n*=3で添加回収試験を行った (表5)。検証の判定基準は、残留農薬分析法検討会にて検討された判定基準 [5] を用いることとした。判定基準は以下の通りである。

- ・ A判定：平均回収率の中央値が70%以上120%以下
- ・ B-1判定：平均回収率の中央値が120%より大きい
- ・ B-2判定：平均回収率の中央値が50%以上、70%未満
- ・ C判定：平均回収率の中央値が50%未満

添加回収試験の結果、39 農薬 (39/43 (90.7%)) は平均添加回収率及び相対標準偏差 (RSD) とともに良好な値を示しA判定であった。しかし、イプロジオン、スピノサイドA、チオジカルブ及びトリデモルフの4 農薬は、

表4-1 MS/MS条件, 定量イオン

農薬名	分子量	測定モード ¹⁾	Q1 ²⁾ Q3 ³⁾		DP	FP	CE	CXP
			m/z					
アザメチホス	324.7	+	325	→ 112	36	260	51	20
アジンホスメチル	317.3	+	318	→ 132	26	200	23	6
アニロホス	367.8	+	368	→ 199	41	300	19	12
アラマイト	335.9	+	352	→ 191	31	230	19	18
アルドキシカルブ	222.3	+	223	→ 166	36	210	11	10
イプロジオン	330.2	-	328	→ 141	-21	-250	-18	-9
イマザリル	297.2	+	297	→ 41	41	60	49	6
イントキサカルブ	527.8	+	528	→ 249	51	320	23	16
オキサジクロメホン	376.3	+	376	→ 190	41	300	23	18
オキシカルボキシ	267.3	-	266	→ 147	-16	-110	-16	-9
カルバリル	201.2	+	202	→ 145	36	210	11	8
カルボフラン	221.3	+	222	→ 165	36	240	17	10
クミルロン	302.8	+	303	→ 185	46	290	19	10
クロチアニジン	249.7	-	248	→ 58	-26	-170	-26	-1
クロマフェノシド	394.5	+	395	→ 339	21	140	11	24
クロリタゾン	221.6	+	222	→ 104	56	280	33	18
シアゾフアミド	324.8	+	325	→ 108	41	280	21	18
シクロプロトリン	482.4	+	499	→ 257	36	310	23	44
ジフルベンズロン	310.7	+	311	→ 141	41	290	41	24
シメコナゾール	293.4	+	294	→ 70	41	270	45	12
ジメトモルフ	387.9	+	388	→ 165	81	80	43	10
スピノサイドA	732.0	+	733	→ 142	61	190	63	8

1) : - : ネガティブモード, + : ポジティブモード
 2) : プレカーサーイオン
 3) : プロダクトイオン

DP : Declustering Potential (V), FP : Focusing Potential (V)
 CE : Collision Energy (V), CXP : Collision Cell Exit Potential (V)

それぞれ平均添加回収率の中央値が、60.4%、67.9%、68.9%及び62.2%であり、B-2判定であった。これらの4農薬が検出された場合には、標準添加法等による検出値の補正が必要であると考えられた。

また、各農薬の標準溶液 0.01 µg/mL (定量限界濃度)及びブランク試料のMRMクロマトグラムを比較した。図2に食品群Iを試料としたときのMRMクロマトグラムを示した。すべての食品群において分析に支障となる妨害ピークは認められなかった。

以上のことより、本分析法は今回の残留農薬の一日摂取量調査に使用可能と判断した。

4 残留農薬の一日摂取量調査

食品群I～Ⅳの試料について、本分析法で40農薬の分析を実施した。今回の調査では、いずれの食品群からも農薬は検出されなかった。

結 語

広島県における残留農薬の一日摂取量調査を実施し

た。日常摂取する多くの食品は調理加工が施されているため、加工食品にも適用可能な分析法の確立を目指した。

確立した分析法は、39農薬については、添加回収率の中央値から分析法としてA判定であった。さらに、各農薬の定量限界濃度とブランク試料のMRMクロマトグラムを比較したところ、分析に支障となる妨害ピークは認められなかった。したがって、食品全般に適用可能であると判断した。しかし、4農薬はB-2判定であり、標準添加法等による検出値の補正が必要であることが認められた。このことから、B-2判定の農薬については個別の分析法を確立する必要があると考えられた。

本調査の結果、県内を流通する食品から対象40農薬の検出は認められなかった。

県民の食の安心・安全の確保に貢献するため、今後も本調査を実施する予定である。

本調査は、厚生労働省の調査事業である「平成19年度食品残留農薬等一日摂取量実態調査」に参画し、実施した。

表4-2 MS/MS条件, 定量イオン

農薬名	分子量	測定モード ¹⁾	Q1 ²⁾	Q3 ³⁾	DP	FP	CE	CXP
			m/z					
スピノサイドB	746.0	+	747	→ 142	66	250	47	6
チアベンダゾール	201.3	+	202	→ 175	66	290	35	28
チオジカルブ	354.5	+	355	→ 88	31	210	25	14
メソミル(チオジカルブ変化生成物)	162.2	+	163	→ 106	21	160	13	20
テブチウロン	228.3	+	229	→ 172	41	260	29	10
テフルベンズロン	381.1	-	379	→ 339	-26	-200	-16	-7
トリデモルフ	297.3	+	298	→ 130	51	320	37	22
ナプロアニリド	291.3	-	290	→ 218	-36	-250	-18	-3
ピラゾリネート	439.3	+	439	→ 91	56	280	57	16
フェノキシカルブ	301.3	+	302	→ 116	46	270	17	6
フェリムゾンZ	254.3	+	255	→ 91	36	240	49	16
フェリムゾンE	254.0	+	255	→ 132	51	370	27	6
フェンピロキシメート (E+Z)	421.5	+	422	→ 366	31	260	19	36
ブタフェナシル	474.8	+	492	→ 349	41	300	21	42
フルリドン	329.3	+	330	→ 259	101	330	63	16
ヘキサフルムロン	461.1	-	459	→ 439	-31	-180	-16	-5
ベンゾフェナップ	431.3	+	431	→ 119	66	90	31	22
ミルベメクチン A3	528.7	+	546	→ 511	26	200	11	14
ミルベメクチン A4	542.7	+	560	→ 525	20	140	11	19
メチオカルブ	225.3	+	243	→ 169	16	120	19	10
メバニピリム	223.7	+	224	→ 106	46	220	37	12
リニューロン	249.1	-	247	→ 160	-31	-210	-18	-9

1) : - : ネガティブモード, + : ポジティブモード
 2) : プレカークサーイオン
 3) : プロダクトイオン

DP : Declustering Potential (V), FP : Focusing Potential (V)
 CE : Collision Energy (V), CXP : Collision Cell Exit Potential (V)

表5-1 添加回収試験結果

農薬名	回収率 (%)														判定 ^(注)			
	I群	II群	III群	IV群	V群	VI群	VII群	VIII群	IX群	X群	XI群	XII群	XIII群	XIV群		中央値	最小値	最大値
アザメチホス	84.3 (6.4)	79.5 (3.2)	80.9 (4.5)	120.0 (8.8)	107.7 (2.8)	72.3 (2.5)	101.8 (5.8)	95.9 (2.5)	82.2 (7.6)	87.5 (0.9)	99.9 (2.8)	87.1 (7.8)	102.7 (4.1)	103.0 (3.5)	72.3 (0.9)	91.7 (3.8)	120.0 (8.8)	A
アジンホスメチル	91.9 (2.1)	96.0 (3.6)	91.9 (3.6)	88.3 (2.4)	84.7 (10.6)	87.7 (1.1)	99.8 (0.4)	85.5 (10.2)	84.6 (0.4)	85.5 (0.4)	97.8 (2.0)	87.4 (2.1)	91.1 (2.9)	107.3 (1.9)	84.6 (0.4)	89.7 (2.3)	107.3 (10.6)	A
アニコホス	91.9 (3.8)	95.1 (1.8)	95.7 (1.3)	90.8 (3.5)	84.6 (3.8)	91.3 (1.3)	94.8 (1.8)	89.4 (3.2)	93.6 (3.0)	70.4 (1.4)	84.3 (5.1)	92.6 (1.6)	80.2 (6.4)	97.8 (3.1)	70.4 (1.3)	91.6 (3.0)	97.8 (6.4)	A
アラマト	88.4 (2.1)	91.3 (2.2)	93.4 (4.0)	86.0 (4.5)	82.6 (3.1)	96.2 (2.0)	96.2 (0.7)	101.2 (2.7)	113.7 (1.8)	79.6 (1.1)	94.3 (4.8)	82.5 (2.7)	94.6 (8.2)	96.4 (0.6)	79.6 (0.6)	93.9 (2.2)	113.7 (4.8)	A
アルドキシカルブ	83.1 (2.9)	85.1 (1.8)	84.4 (3.6)	82.6 (2.4)	72.1 (3.5)	45.9 (19.5)	70.6 (0.8)	85.3 (6.6)	95.6 (8.5)	72.7 (2.6)	78.6 (2.5)	92.3 (1.6)	88.5 (5.3)	89.0 (5.2)	45.9 (0.8)	83.8 (3.2)	95.6 (19.5)	A
イプロジオン	86.3 (17.2)	49.1 (47.1)	56.0 (36.8)	59.2 (10.9)	22.4 (41.7)	79.9 (6.9)	46.7 (44.0)	39.8 (35.9)	91.5 (5.1)	69.2 (10.5)	87.8 (27.8)	113.6 (21.6)	80.2 (13.4)	48.0 (13.8)	22.4 (5.1)	60.4 (19.4)	113.6 (47.1)	B-2
イマザリル	71.5 (1.0)	76.6 (6.7)	72.5 (4.5)	74.2 (2.1)	78.7 (5.9)	62.7 (7.0)	72.1 (2.9)	70.3 (4.6)	79.6 (2.0)	61.5 (3.7)	51.9 (3.3)	70.5 (4.8)	53.3 (1.3)	94.5 (1.6)	51.9 (1.0)	71.8 (3.5)	94.5 (7.0)	A
インドキサカルブ	91.9 (3.0)	97.3 (7.7)	102.0 (3.5)	79.9 (11.9)	79.8 (12.0)	70.2 (8.6)	91.0 (1.0)	100.6 (2.1)	90.7 (4.0)	88.2 (2.8)	93.2 (5.8)	95.0 (3.5)	90.9 (1.1)	99.4 (5.1)	70.2 (1.0)	91.4 (3.8)	102.0 (12.0)	A
オキサジクロメホン	79.4 (6.2)	88.2 (4.5)	91.3 (4.7)	83.1 (11.6)	110.0 (9.5)	84.4 (15.4)	92.0 (3.1)	92.4 (1.8)	103.6 (4.9)	75.5 (7.0)	87.8 (3.5)	98.9 (3.5)	81.0 (1.8)	97.4 (3.2)	75.5 (1.8)	89.8 (4.6)	110.0 (15.4)	A
オキシカルボキシ	84.0 (7.3)	73.7 (6.2)	82.8 (3.6)	76.9 (7.1)	78.9 (4.0)	80.6 (2.3)	77.8 (4.3)	73.2 (5.4)	86.5 (4.1)	76.5 (6.3)	86.9 (3.2)	97.2 (2.5)	91.5 (3.2)	106.7 (0.5)	73.2 (0.5)	81.7 (4.0)	106.7 (7.3)	A
カルバリル	81.8 (1.6)	81.8 (3.8)	86.1 (2.8)	86.7 (4.7)	82.3 (8.7)	82.0 (2.3)	84.5 (1.4)	94.5 (5.4)	70.8 (9.3)	84.8 (2.3)	84.6 (1.2)	83.0 (6.2)	91.3 (4.6)	101.0 (1.0)	70.8 (1.0)	84.5 (3.3)	101.0 (9.3)	A
カルボフラン	80.9 (5.2)	95.1 (2.2)	74.2 (5.4)	95.1 (1.8)	85.0 (6.0)	67.8 (4.0)	89.9 (4.0)	85.0 (2.8)	83.0 (4.0)	83.4 (4.0)	88.3 (3.5)	86.6 (1.6)	90.8 (1.9)	107.3 (1.4)	67.8 (1.0)	85.8 (3.1)	107.3 (6.0)	A
クミルロン	86.9 (4.3)	85.1 (2.1)	94.0 (3.3)	94.0 (5.6)	88.9 (5.7)	88.4 (2.6)	92.1 (5.1)	80.5 (4.8)	93.0 (5.3)	83.5 (2.4)	73.1 (1.8)	93.0 (3.2)	65.9 (4.5)	105.7 (1.4)	65.9 (1.4)	88.6 (3.8)	105.7 (5.7)	A
クロチアニジン	93.2 (4.1)	85.0 (6.5)	88.2 (5.0)	105.3 (2.0)	85.6 (3.4)	71.1 (9.1)	74.0 (3.2)	82.5 (6.7)	91.7 (5.4)	73.1 (8.0)	92.1 (1.2)	100.8 (3.0)	105.7 (3.0)	102.3 (3.1)	71.1 (1.2)	90.0 (3.8)	105.7 (9.1)	A
クロマフェノジド	89.7 (6.2)	82.8 (2.5)	93.9 (5.6)	100.4 (4.5)	77.2 (2.8)	102.7 (1.5)	97.5 (1.7)	82.2 (3.9)	81.7 (9.4)	73.6 (3.4)	50.3 (2.2)	88.9 (2.6)	55.7 (2.5)	97.0 (3.7)	50.3 (1.5)	85.9 (3.1)	102.7 (9.4)	A
クロリタゾン	82.8 (6.0)	77.4 (10.2)	87.1 (5.1)	78.3 (4.8)	64.5 (10.6)	53.9 (8.1)	72.3 (3.1)	84.1 (5.2)	94.6 (3.9)	74.2 (5.5)	92.8 (2.3)	96.2 (1.3)	89.3 (7.4)	114.0 (3.0)	53.9 (1.3)	83.5 (5.2)	114.0 (10.6)	A
シアゾフアミド	90.3 (4.0)	87.1 (5.3)	89.3 (1.7)	87.5 (7.0)	82.6 (1.2)	78.4 (1.0)	93.1 (2.5)	91.1 (4.5)	96.0 (5.9)	70.5 (2.7)	83.0 (1.7)	90.3 (2.0)	77.6 (2.8)	95.3 (4.3)	70.5 (1.0)	88.4 (2.8)	96.0 (7.0)	A
シクロプロトリン	84.2 (16.2)	92.9 (3.4)	78.2 (2.9)	94.8 (20.7)	62.8 (19.7)	113.3 (14.7)	102.3 (2.0)	94.3 (2.8)	97.1 (9.2)	74.5 (2.0)	83.0 (8.4)	91.8 (1.7)	101.8 (2.9)	100.8 (8.3)	62.8 (1.7)	93.6 (5.8)	113.3 (20.7)	A
ジフルベンズロン	84.5 (1.3)	95.0 (3.4)	98.5 (0.4)	92.4 (4.7)	84.5 (5.0)	88.1 (2.5)	95.0 (5.4)	88.5 (4.9)	81.0 (4.3)	82.9 (2.9)	92.8 (6.0)	89.9 (2.8)	83.7 (4.4)	106.0 (3.4)	81.0 (0.4)	89.2 (3.9)	106.0 (6.0)	A
シメコナゾール	94.2 (3.2)	87.0 (4.4)	96.5 (1.2)	89.9 (3.5)	74.5 (5.0)	90.1 (1.2)	92.5 (5.5)	93.6 (5.4)	90.8 (4.8)	78.8 (3.5)	79.7 (2.9)	98.2 (2.8)	76.9 (6.2)	107.7 (2.1)	74.5 (1.2)	90.5 (3.5)	107.7 (6.2)	A
ジメトモルフ	86.2 (5.4)	80.1 (6.9)	92.8 (0.8)	90.4 (5.5)	76.7 (4.0)	63.3 (3.4)	81.1 (2.5)	75.4 (4.9)	75.5 (0.9)	70.5 (5.5)	86.7 (3.4)	93.0 (0.8)	87.4 (4.7)	106.3 (7.1)	63.3 (0.8)	83.6 (4.3)	106.3 (7.1)	A
スピノサイド A	70.5 (3.2)	73.9 (3.5)	99.2 (6.8)	64.2 (9.5)	65.2 (5.2)	37.3 (22.3)	82.7 (9.3)	53.2 (18.2)	49.7 (8.3)	52.3 (13.4)	50.3 (1.5)	105.7 (3.8)	71.0 (7.3)	91.3 (8.3)	37.3 (1.5)	67.9 (7.8)	105.7 (22.3)	B-2

添加量: 0.1 µg/g n=3 *異性体ごとに測定した (注) 判定方法は本文に記載

表5-2 添加回収試験結果

農薬名	回収率 (%)																判定 ^(注)	
	I群	II群	III群	IV群	V群	VI群	VII群	VIII群	IX群	X群	XI群	XII群	XIII群	XIV群	XV群	XVI群		
スピノサイドB*	75.0 (1.5)	77.0 (0.8)	81.5 (12.5)	64.7 (0.9)	55.6 (6.2)	50.6 (10.9)	93.4 (8.3)	73.1 (12.9)	88.2 (16.8)	53.7 (6.4)	49.9 (5.2)	95.5 (10.0)	84.6 (2.9)	94.3 (5.0)	49.9 (0.8)	76.0 (6.3)	95.5 (16.8)	A
チアベンダゾール	78.4 (2.2)	78.1 (4.2)	83.8 (6.2)	94.3 (5.2)	79.5 (6.9)	83.2 (4.5)	79.2 (2.4)	88.7 (3.6)	87.1 (4.5)	74.9 (4.0)	79.0 (5.2)	87.8 (4.7)	93.3 (1.9)	101.7 (2.2)	74.9 (1.9)	83.5 (4.3)	101.7 (6.9)	A
チオジカルブ	62.4 (1.3)	63.2 (3.4)	55.5 (6.9)	77.5 (3.1)	57.9 (7.7)	52.0 (6.7)	60.1 (5.8)	79.6 (5.1)	79.8 (9.4)	61.8 (12.0)	74.7 (2.6)	75.8 (6.5)	77.9 (0.9)	102.0 (6.8)	52.0 (0.9)	68.9 (6.1)	102.0 (12.0)	B-2
テブチウロン	72.4 (10.4)	66.8 (3.0)	71.7 (4.0)	83.2 (6.6)	71.6 (1.0)	45.6 (6.4)	73.3 (1.0)	78.3 (8.0)	84.1 (4.5)	71.7 (3.2)	69.6 (3.3)	80.4 (0.9)	80.5 (2.5)	100.3 (4.0)	45.6 (0.9)	72.9 (3.7)	100.3 (10.4)	A
テフルベンズロン	102.0 (1.0)	105.0 (5.9)	126.3 (10.0)	73.4 (16.9)	154.3 (3.3)	108.7 (11.1)	116.0 (9.0)	94.8 (7.1)	92.6 (5.1)	97.0 (6.2)	97.3 (0.4)	105.7 (12.0)	108.2 (9.2)	105.7 (3.8)	71.3 (0.4)	103.5 (6.7)	154.3 (16.9)	A
トリデモルフ	61.7 (18.1)	73.7 (12.4)	68.9 (9.2)	62.7 (7.3)	35.1 (13.6)	55.9 (3.2)	46.7 (24.2)	63.4 (2.3)	85.2 (10.2)	55.9 (0.6)	56.3 (9.9)	90.2 (6.7)	61.3 (22.5)	89.3 (7.1)	35.1 (0.6)	62.2 (9.5)	90.2 (24.2)	B-2
ナプロアニリド	97.4 (2.4)	99.3 (2.5)	111.3 (2.9)	90.7 (5.3)	115.0 (4.0)	90.9 (2.6)	100.6 (1.6)	95.8 (2.8)	92.0 (4.6)	72.0 (5.8)	94.1 (1.9)	111.3 (2.6)	103.0 (1.7)	111.7 (0.5)	72.0 (0.5)	98.4 (2.6)	115.0 (5.8)	A
ピラゾリネート	82.6 (1.9)	82.7 (2.0)	99.7 (2.9)	109.0 (7.5)	112.3 (2.7)	87.0 (1.6)	107.7 (1.4)	99.1 (4.4)	88.9 (3.7)	73.9 (2.0)	82.9 (0.9)	87.5 (6.0)	85.1 (3.0)	99.6 (1.6)	73.9 (0.9)	88.2 (2.4)	112.3 (7.5)	A
フェノキシカルブ	87.7 (6.3)	95.5 (3.5)	98.9 (0.9)	95.7 (2.1)	90.7 (5.4)	99.6 (1.2)	90.8 (2.7)	94.5 (3.1)	92.6 (4.5)	80.8 (2.2)	90.4 (0.4)	91.9 (1.6)	92.9 (2.8)	105.3 (4.5)	80.8 (0.4)	92.8 (2.8)	105.3 (6.3)	A
フェリムゾンZ	92.6 (2.2)	84.6 (3.3)	99.5 (3.7)	99.3 (1.5)	93.2 (5.9)	85.4 (3.7)	93.9 (1.3)	87.2 (4.9)	74.6 (7.6)	64.3 (15.8)	87.5 (9.1)	98.7 (0.9)	96.1 (2.5)	74.0 (3.8)	64.3 (0.9)	90.0 (3.7)	99.5 (15.8)	A
フェリムゾンE*	93.1 (1.0)	85.1 (3.8)	93.9 (2.7)	92.7 (1.6)	90.5 (3.5)	82.9 (1.7)	95.9 (1.4)	79.2 (1.8)	85.0 (2.4)	64.1 (12.6)	86.4 (2.7)	102.7 (2.0)	94.7 (2.6)	77.2 (6.0)	64.1 (1.0)	88.5 (2.5)	102.7 (12.6)	A
フェンピロキシメート(E+Z)	88.7 (4.7)	89.1 (0.7)	89.7 (1.5)	95.9 (3.0)	91.8 (2.1)	101.4 (6.1)	108.0 (0.9)	93.7 (3.7)	85.0 (13.5)	70.3 (5.6)	87.5 (2.2)	98.0 (5.1)	96.5 (1.4)	99.4 (6.3)	70.3 (0.7)	92.8 (3.4)	108.0 (13.5)	A
ブタフェナシール	83.5 (0.2)	81.5 (2.9)	92.2 (2.1)	99.7 (3.2)	90.3 (1.9)	93.4 (3.2)	90.9 (2.2)	83.2 (4.4)	91.0 (3.0)	73.5 (3.9)	79.7 (2.8)	97.2 (3.6)	76.6 (1.3)	104.7 (0.6)	73.5 (0.2)	90.6 (2.8)	104.7 (4.4)	A
フルリドン	83.2 (5.7)	81.6 (4.2)	89.5 (3.7)	88.9 (4.4)	84.5 (2.4)	74.0 (4.7)	89.8 (0.8)	66.9 (5.3)	97.2 (3.6)	78.3 (5.8)	90.7 (5.8)	92.5 (1.2)	82.4 (2.5)	103.2 (3.2)	66.9 (0.8)	86.7 (4.0)	103.2 (5.8)	A
ヘキサフルムロン	104.0 (1.9)	111.7 (2.7)	131.7 (10.5)	79.4 (14.2)	95.0 (0.3)	90.0 (8.6)	108.3 (3.0)	93.6 (4.9)	106.0 (3.3)	103.5 (6.2)	102.7 (1.5)	85.3 (3.6)	99.3 (1.9)	105.0 (4.2)	79.4 (0.3)	103.1 (3.4)	131.7 (14.2)	A
ベンゾフェナップ	83.9 (3.5)	90.4 (5.7)	92.5 (0.9)	66.0 (18.0)	84.3 (6.5)	99.0 (9.8)	94.5 (1.2)	96.8 (3.3)	92.3 (4.6)	79.8 (4.5)	84.9 (6.6)	105.3 (3.1)	89.7 (0.2)	100.9 (3.6)	66.0 (0.2)	91.3 (4.0)	105.3 (18.0)	A
ミルベメクチンA3	90.2 (4.9)	94.0 (5.7)	105.3 (4.4)	75.8 (7.2)	73.1 (11.7)	99.7 (5.9)	102.0 (5.2)	90.0 (5.5)	87.0 (4.2)	74.9 (5.6)	92.8 (2.3)	106.0 (2.5)	106.7 (2.7)	102.7 (13.1)	73.1 (2.3)	93.4 (5.4)	106.7 (13.1)	A
ミルベメクチンA4*	85.9 (5.8)	93.1 (0.5)	110.3 (8.1)	70.7 (12.7)	67.6 (8.8)	89.9 (5.8)	105.7 (1.4)	93.7 (3.4)	82.4 (8.8)	70.1 (2.2)	94.0 (3.6)	108.7 (0.5)	107.3 (1.9)	105.5 (4.9)	67.6 (0.5)	93.4 (4.2)	110.3 (12.7)	A
メチオカルブ	83.6 (3.7)	79.8 (6.3)	91.1 (0.4)	86.8 (4.0)	88.9 (2.7)	92.5 (0.2)	90.9 (2.3)	93.9 (2.7)	83.3 (1.2)	80.8 (3.5)	95.1 (3.1)	93.1 (2.9)	94.2 (2.9)	99.7 (2.0)	79.8 (0.2)	91.0 (2.8)	99.7 (6.3)	A
メパニピリム	90.5 (6.7)	90.8 (5.9)	89.0 (1.1)	87.7 (2.5)	83.8 (0.9)	80.7 (0.8)	92.1 (4.5)	80.1 (3.3)	90.6 (6.7)	62.3 (3.3)	74.5 (3.9)	95.5 (2.5)	73.1 (6.2)	99.0 (2.7)	62.3 (0.8)	88.3 (3.3)	99.0 (6.7)	A
リニエロン	92.2 (1.5)	95.1 (1.8)	101.3 (1.1)	112.7 (4.6)	104.4 (5.1)	87.7 (2.7)	98.0 (2.8)	96.3 (4.0)	75.7 (5.4)	86.2 (2.7)	96.2 (3.0)	104.0 (2.5)	98.4 (1.7)	104.7 (1.5)	75.7 (1.1)	97.2 (2.7)	112.7 (5.4)	A

添加量: 0.1 μg/g n=3 *異性体ごとに測定した (注) 判定方法は本文に記載

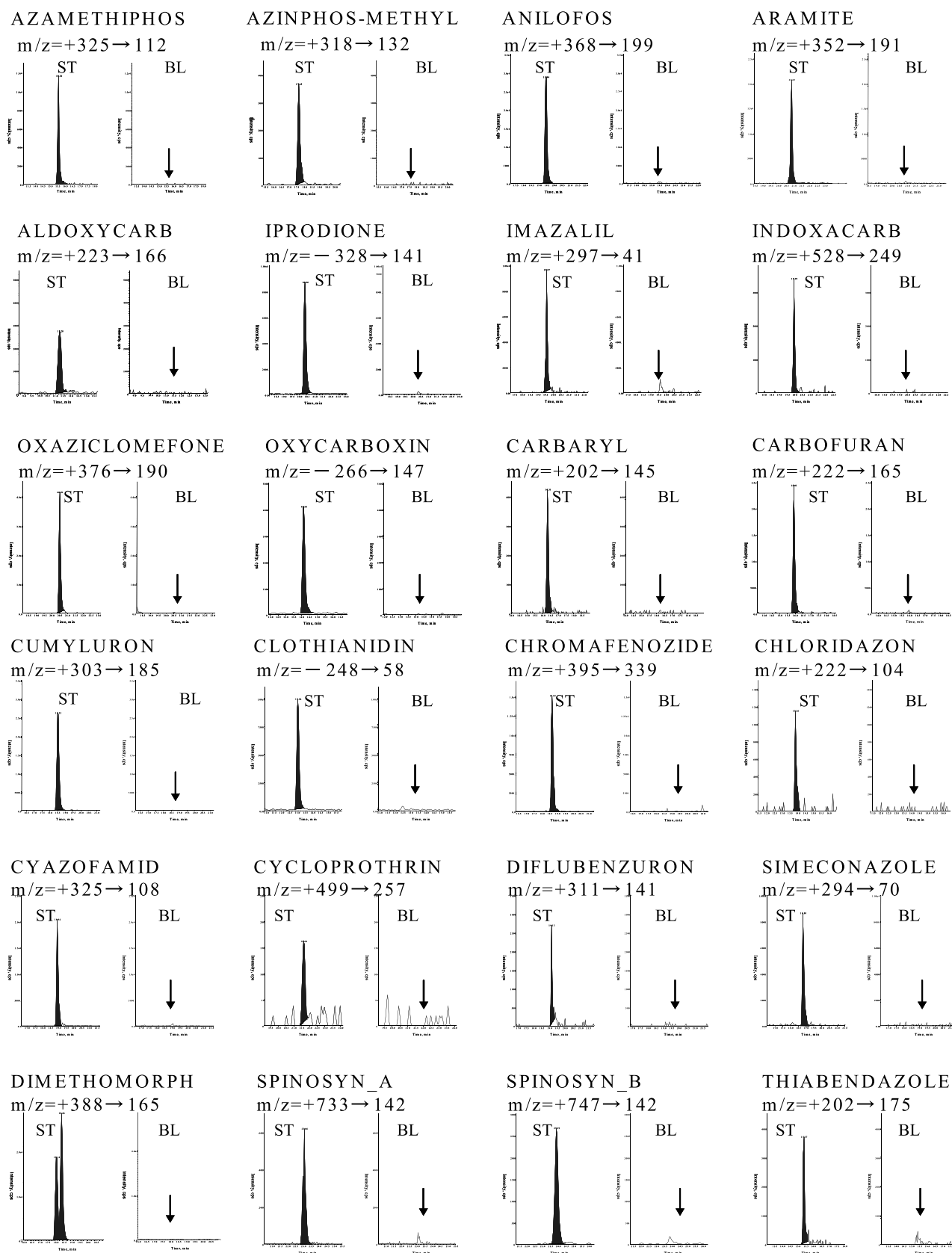


図2-1 MRMクロマトグラム

- : ネガティブモード + : ポジティブモード

ST:各標準溶液 0.01 $\mu\text{g/mL}$ BL:食品群 I のクロマトグラム (ブランク試料)

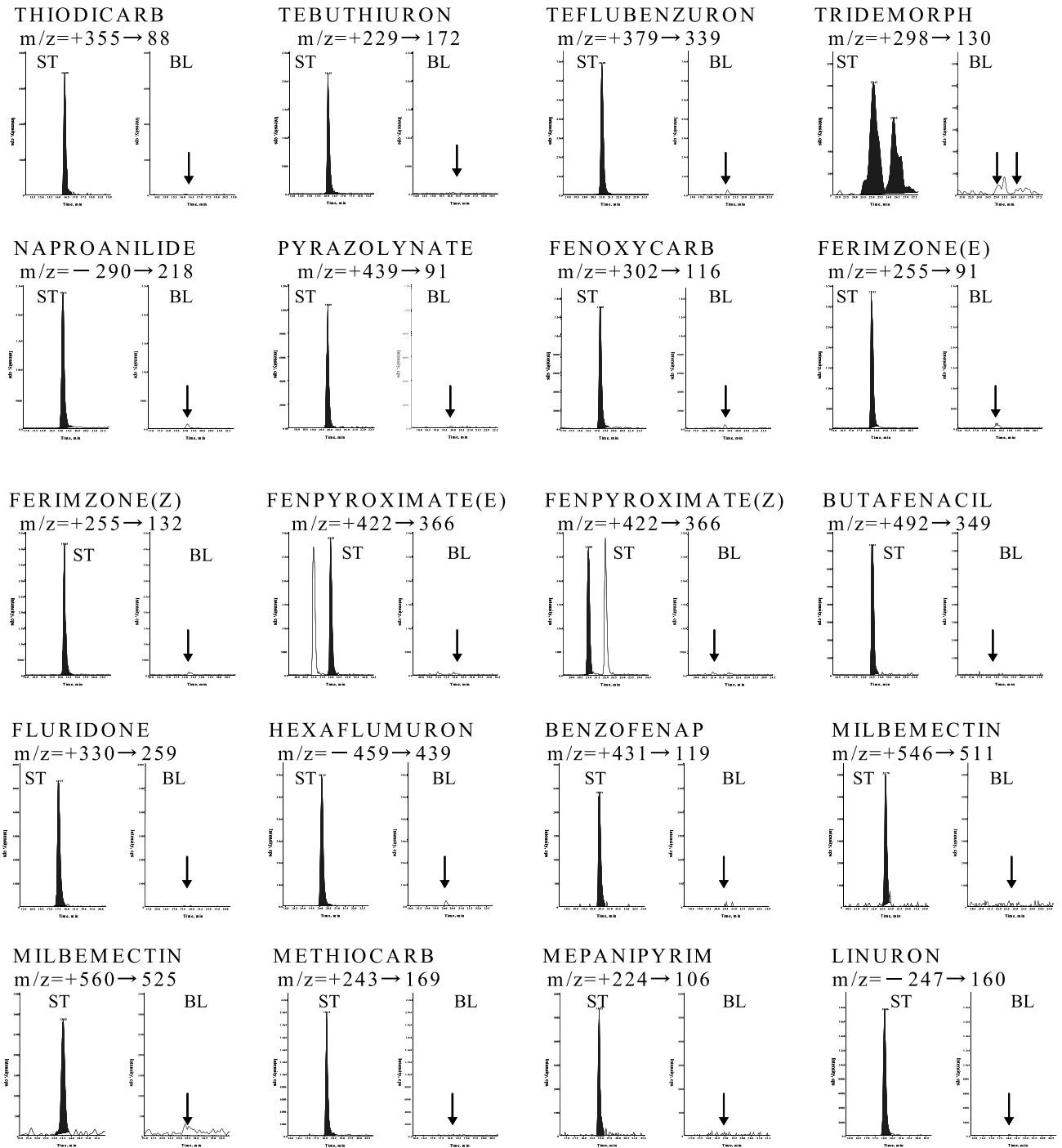


図2-2 MRM クロマトグラム

- : ネガティブモード + : ポジティブモード
 ST: 各標準溶液 0.01 μg/mL BL: 食品群 I のクロマトグラム (ブランク試料)

文 献

- [1] WHO: Total diet studies: a recipe for safer food, retrieved at 03/10/08, <http://www.who.int/foodsafety/publications/chem/recipe/en/index.html>
- [2] 農林水産省: トータルダイエットスタディーに関するガイドライン, retrieved at 03/10/08, http://www.maff.go.jp/syohi_anzen/risk/totaldiet.html
- [3] 杉村光永, 豊田安基江, 鷗池千恵子: 広島県におけるマーケットバスケット調査方式による食品中の残留農薬の一日摂取量調査 (2006), 広島県立総合技術研究所保健環境センター研究報告, 15, 17-29, 2007
- [4] 厚生労働省医薬食品安全部長通知: 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 426004 号, 平成 19 年 4 月 26 日
- [5] 厚生労働省: 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, 平成 17 年 11 月 29 日