

GC-MS/MSによる農産物中多成分残留農薬一斉分析法の検討

中山恵理子 安川 和志 遊道 梓 有沢 拓也
堀井 裕子

Simultaneous Analysis Method of Pesticide Residues by GC-MS/MS
in Agricultural Products

Eriko NAKAYAMA, Kazuyuki YASUKAWA, Azusa YUDO, Takuya ARISAWA,
and Yuko HORII

目的：ガスクロマトグラフ質量分析装置（GC-MS/MS）による食品中の残留農薬一斉分析では、測定溶液中に残存する試料成分（マトリックス）の影響で農薬の回収率異常がみられることがあり、このマトリックス効果を抑制することが測定精度の向上につながる。

当所ではこれまで、マトリックス効果抑制のために試験対象と同種で農薬不検出の食品から調製したマトリックス含有標準溶液（以下、マトリックス標準液）を用いて測定してきた。しかし、この方法では食品の種類ごとにマトリックス標準液を調製する必要があるため作業量が多くなることや、測定対象の農薬を含まない食品を準備することが困難な場合もある。それに代わる方法として食品成分の代わりに特定の化学物質を疑似マトリックスとして共注入する方法が知られており、特に近年、飽和脂肪酸（SFA）混合物が疑似マトリックスとして有用であるという報告がなされた[1]。そこで今回、当所で採用している大量注入方式のGC-MS/MS分析においてSFA混合物の共注入がマトリックス効果の抑制に有用であるか検討を行った。併せて、簡便で迅速として報告のある多層固相カラム[2]を用いた測定溶液調製法についても検討し、試験法の妥当性評価を行ったので、その結果を報告する。

材料及び方法：

1. **試料：**野菜（ほうれんそう、キャベツ、さといも、トマト、にんじん）、玄米、果物（りんご）

2. 標準品及び試薬等

標準品：林純薬(株)製 PL2005 農薬 GC/MS Mix I～VI, 7, PL 農薬混合標準溶液（第一種特定化学物質）II 及び（第一種特定化学物質関連）計 385 成分

混合標準原液（2 mg/L）：各標準品 1 mL をメスフラスコに採取し、アセトンを加えて 10 mL とした。

添加回収試験用混合標準液（200 ng/mL）：混合標準原液 1 mL をメスフラスコに採取し、アセトンを加えて 10 mL とした。

検量線用混合標準原液（200 ng/mL）：混合標準原液 1 mL をメスフラスコに採取し、ヘキサン 1 mL 及びアセトン／ヘキサン（1:1）混合溶媒を加えて 10 mL とした。

検量線用標準液：検量線用混合標準原液を適宜アセトン／ヘキサン（1:1）混合溶媒で希釈し、各 0.3125 ～ 12.5 ng/mL の濃度に調製した。

疑似マトリックス：林純薬(株)製 SFA10mix（10 種類混合、各 200 µg/mL）をアセトン／ヘキサン（1:1）混合溶媒で希釈して 10 µg/mL とし、共注用疑似マトリックス溶液（以下 SFA とする）とした。

その他の試薬：1 M リン酸緩衝液（pH = 7.0）：リン酸水素二カリウム（特級、富士フィルム和光純薬(株)製）10.6 g 及びリン酸二水素カリウム（特級、和光純薬工業(株)製）6 g を精製水で溶解し、100 mL とした。

その他、塩化ナトリウム、硫酸ナトリウム（無水）は残留農薬試験用を使用し、予め 250℃ で 2 時間乾燥して使用した。また、アセトン、ヘキサン、及びアセトニトリルは残留農薬試験用を用いた。精製水は日本ミリポア(株)製の超純水装置 Milli-Q Direct 8 で精製した水を使用した。

多層固相精製カラム：InertSep C18/SAX/PSA（200/100/100 mg/ 1 mL, GL サイエンス(株)製、以下 3LC）、及び InertSep AL-N/C18/SAX/PSA（100/200/100/100 mg/ 1 mL, GL サイエンス(株)製、以下 4LC）

3. 装置及び測定条件

(1) 装置

GC-MS/MS装置：Agilent Technologies社製 8890B/7000

大量注入装置：アイスティサイエンス(株)製 LVI-S 250

水素ガス発生装置：ピークサイエンティフィック製 Precision Hydrogen Trace

ホモジナイザー：(株)日音医理化学機械製作所製 ヒスコトロン

(2) 測定条件

分析カラム：Agilent Technologies社製 VF-5

MS (φ 0.25 mm × 30 m, 0.25 μm)

カラム温度：60℃ (4 min) → 25℃/min → 150℃ → 3℃/min → 200℃ → 8℃/min → 310℃ (5 min)

Total 43.017 min

キャリアーガス：He (リテンションタイムロッキング機能を使用しクロロピリホスメチルの保持時間が20.40分になるように設定)

注入方式：溶媒ベント

注入量：試料16 μL + SFA 5 μL (サンドイッチ注入)

注入口温度：70℃ (0.22 min) → 120℃/min → 250℃ → 50℃/min → 290℃ (39 min)

イオン源温度：320℃

四重極温度：150℃

イオン化法：EI

イオン化電圧：70 eV

イオン源クリーニング：水素流量 0.4 mL/min

4. 測定溶液調製法

測定溶液調製法の概要を図1に示した。予め均質化した試料5 gに精製水5 mLを加えた(玄米については精製水10 mLを加え、15分放置)。アセトニトリル20 mLを加えてホモジナイズし、塩化ナトリウム5 g及び1 Mリン酸緩衝液5 mLを入れ1分間激しく振とう後、遠心分離(6,000 rpm, 5 min)し、上層のアセトニトリル層を採取して抽出液とした。分取した抽出液2 mLに硫酸ナトリウム0.5 gを加えて脱水後、0.5 mLを採取し、予めアセトニトリル4 mLでコンディショニングした多層固相カラム(3LC又は4LC)に負荷し、アセトニトリル0.6 mLで溶出した。窒素気流下でこの溶出液の溶媒を除去(40℃加温)し、アセトン/ヘキサン(1:1)混合溶媒に転溶して2 mLとした。

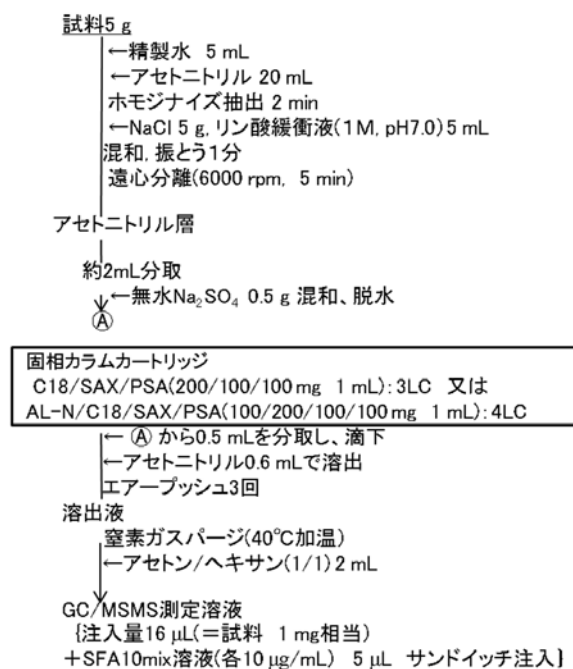


図 1. 測定溶液の調製法

5. 定量

検量線用標準液(各 0.3125 ~ 12.5 ng/mL) 16 μL と SFA 5 μL を GC-MS/MS に共注入し、得られたクロマトグラムのピーク面積により検量線を作成した。試料測定溶液についても SFA 5 μL と共注入し、検量線に基づいて各農薬濃度を定量し回収率を算出した。

6. 妥当性評価

妥当性評価ガイドライン[4]に従い、試料5 g に対し、添加回収試験用混合標準液(200 ng/mL)、混合標準原液(2 mg/L)を各々 250 μL 添加(試料濃度: 0.01 ppm, 0.1 ppm)し、検査者3名、2 併行、2 日間分析を行い、真度、精度(併行精度、室内精度)の確認を行った。目標値は添加濃度 0.01 ppm では回収率 70 ~ 120%, 併行精度 25% 未満、室内精度 30% 未満、添加濃度 0.1 ppm では回収率 70 ~ 120%, 併行精度 15% 未満、室内精度 20% 未満とした。

結果と考察:

1. 疑似マトリックスの検討

添加する疑似マトリックスの種類については、SFA の他に PEG (ポリエチレングリコール) 300 や グロノラクトン/ソルビトール混合物[5] を候補としたが、そのうち PEG300 については、当所 GC-MS/MS 装置のイオン源クリーニング機能を使用できないため除外した。

りんごまたはキャベツに混合標準液を0.1 ppm相当添加した試料から測定溶液調製法に従い測定溶液を調製し、グルノラクトン/ソルビトール混合物又はSFAを添加して測定して農薬回収率を確認した。GC-MS/MSへの注入容量は、従来使用している測定法の試料相当量(2.5 mg)と同じになるように40 μ Lとし、疑似マトリックスはグルノラクトン 500 ng/ソルビトール 250 ng, SFAは10成分各 50 ngが注入されるように測定溶液に添加した。その結果、回収率が70～120%の範囲に入る農薬化合物の種類に違いはあるものの、農薬数に大きな差はなかった(表1)、しかし、グルノラクトン/ソルビトール混合物の場合、試薬調製溶媒及び注入シリンジの洗浄溶媒に水を混合する必要がある、装置性能に影響を及ぼす懸念があった。そこで、疑似マトリックスとしてはSFAを採用するものとした。

表1. 疑似マトリックスの比較

試料	疑似マトリックス	回収率70～120%となる農薬化合物数
キャベツ	グルノラクトン/ ソルビトール	283
	SFA10mix	315
りんご	グルノラクトン/ ソルビトール	314
	SFA10mix	307

次に注入する試料量を検討した。トマトに混合標準液を0.1 ppm相当添加した試料を抽出・精製し、注入容量40 μ L中に試料が2.5 mgまたは1 mg含まれるように測定溶液を調製した。これらにSFAを添加(注入容量40 μ Lにつき10成分各 50 ng)して測定し、回収率を比較した。その結果、回収率は、試料2.5 mg相当では120%を超過する農薬の割合が多く、70～120%範囲に入る農薬化合物数の割合は、測定対象数の63%であったが、1 mg相当では76%であった(図2)。そこで、注入する試料相当量が1 mgとなるように注入容量を16 μ Lとした。SFAについては10成分が各 50 ng注入できるように、その濃度を各成分10 μ L/mL、注入容量を5 μ Lとして装置上で自動添加できるようにした。これにより、手動で測定溶液にSFAを添加する必要がなくなったため、添加操作に起因する誤差を削減できた。

2. 測定溶液調製法の検討

測定溶液の調製について、抽出までは当所の従

来法と同様に行い、固相カラムを使用した精製法は新貝ら[2]を参考に行った。

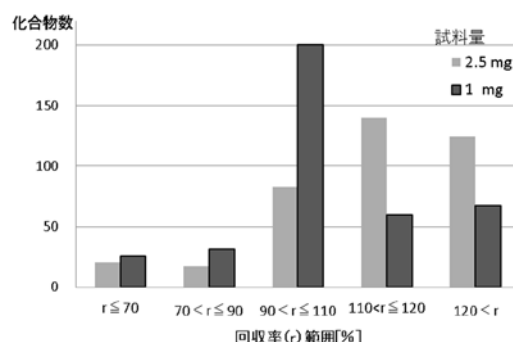


図2. 試料注入量の比較
(試料：トマト 固相カラム 3LC 使用)

当所では従来、測定溶液調製法に示した方法に従いアセトニトリルで抽出し、その抽出液にトルエンを加えてENVI-Carb II /PSA (500 mg/ 500 mg supelco 製)で精製していた。トルエンは人体に有害であるため、この溶媒を使用せずに試料精製が可能で農薬類の回収可能な多層固相の使用を検討した。多層固相には3層固相(3LC)とこれに色素成分などの高極性成分の除去の効果があるAL-Nがさらに積層された4層固相(4LC)の2種類があり、まず、3LCを使用して検討した。

トマトに混合標準液を0.1 ppm相当添加した試料を測定溶液調製法に従って調製し、疑似マトリックスSFAを使用した測定法で定量して回収率を求めた(検討法)。また、同じ試料について従来法(固相カラム ENVI-Carb II /PSAで精製し、マトリックス検量線法で定量)でも測定した。検討法と従来法で回収率を比較したところ、回収率が70～120%に入る農薬数に大きな差は無かった(図3)。試験操作について検討法では、マトリックス標準液の調製が不要となり省力化できた。また、固相精製で使用する溶媒の種類・量が少なく、操作も容易で精製処理に要する時間も短縮された。

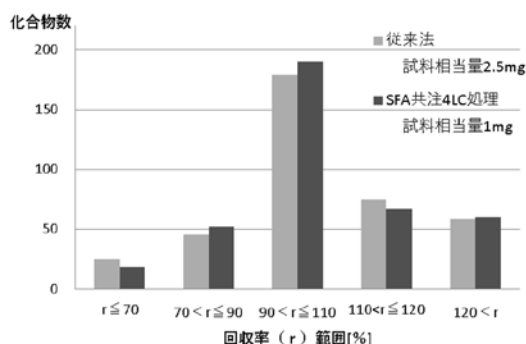


図3. 従来法と検討法の農薬回収率の比較

次に2種の多層固相カラムで数種の野菜・果物に混合標準液を0.1 ppm相当添加した試料の抽出液を精製し、回収率を比較したところ、にんじん等の色の濃い野菜については、4LCを用いて精製した方が回収率70～120%範囲に入る農薬数が多い傾向が見られた(図4)。一方、その他の野菜・果物については回収率に3LC, 4LCの差は無かったことから、色の濃い野菜には4LCを、その他の野菜・果物には3LCを精製固相として採用するものとした。また、玄米については、4LCで回収率が良好な傾向が見られたが、再現性が悪く再度条件の確認が必要と考えている。

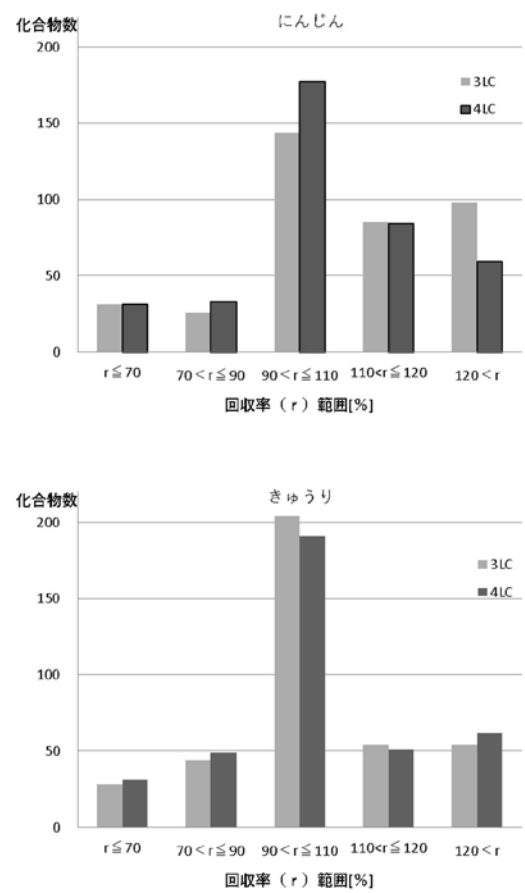


図 4. 多層固相精製による農薬添加回収結果
(回収率範囲別の農薬数の比較)

3. 妥当性評価結果

検討法について、ほうれんそう（色素成分を多く含むもの）、玄米（穀類）、さといも（でんぷんを多く含むもの）、りんご（果物）、キャベツ（硫黄成分を多く含むもの、その他）を対象とし、妥当性評価（添加濃度0.01 ppm相当、及び0.1 ppm相当）を行った(表2, 3)。精製固相は、ほうれんそう、玄米は4LC、さといも、キャベツ、りんごは3LCを使用した。妥当性評価ガイドライン[4]に従い、真度、精度（併行、室内）を確認したところ、測定対象362化合物（全成分数385）のうち282～297化合物が妥当性評価ガイドラインの目標値を満たしており、本分析法の有用性が確認された。

表 2. 妥当性評価結果まとめ
評価対象農薬化合物数：362

評価作物	ほうれんそう	玄米	さといも	りんご	キャベツ
妥当性確認数(真度・精度の目標を満たすもの)	297	282	285	295	284

文 献

1. Akutsu K, Kitagawa Y, Yoshimitsu M, et al. (2018) Anal. Bioanal. Chem, 410 (13), 3145-3160.

2. 新貝達成, 大内亜沙子, 阿部美和, 他. (2020) 宮城県保健環境センター年報 第38号, 64-68

3. 永井雄太郎, HPC News 50, 1-7 (2018)

4. 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知 食安発第1115001号(最終改正:平成22年12月24日付け食安発第1224第1号)

5. Agilent Technologies, Inc. Pesticide Analysis Reference Guide, Publication number 5991-2389EN; 2013.

表 3. 化合物別妥当性評価結果一覧

(0.01 ppm, 0.1 ppm 相当濃度添加し, 真度, 精度ともに目標値を満たす場合を○としている)

測定化合物	精製固相		4LC		3LC	
	ほうれんそう	玄米	さといも	りんご	キャベツ	
BHC (α)	○	○	○	○	○	
BHC (β)	○	○	○	○	○	
BHC (γ)	○	○	○	○	○	
BHC (δ)	○	○	○	○	○	
BHC (γ)	○	○	○	○	○	
DCIP	×	×	×	×	×	
DDD (4,4')	○	○	○	○	○	
DDE (4,4')	○	○	○	○	○	
DDT (2,4')	○	○	○	○	○	
DDT (4,4')	○	○	○	○	○	
EPN	○	○	○	○	○	
EPTC	-----定		量	不	能 ^{c)} -----	
MCPB	○	○	○	○	○	
TCMTB	×	×	×	○	×	
XMC	-----定		量	不	能 ^{c)} -----	
アクリナトリン	○	○	○	○	○	
アザコナゾール	○	○	○	○	○	
アザメチホス	-----定		量	不	能 ^{d)} -----	
アジンホスエチル	○	○	○	○	○	
アジンホスメチル	○	○	○	○	○	
アセタミプリド	×	×	×	×	×	
アセトクロール	○	○	○	○	○	
アゾキシストロビン	○	○	○	○	○	
アトラジン	○	○	○	○	○	
アニロホス	○	○	○	○	○	
アミトラズ	○	×	×	×	○	
アメトリン	○	○	○	○	○	
アラクロール	○	○	○	○	○	
アリドクロール	○	○	○	○	○	
アルドリル	×	×	○	○	○	
ディルドリン	○	○	○	○	○	
アレスリン ^{a)}	○	×	×	○	○	
イサゾホス	○	○	○	○	○	
イソカルボホス	○	○	○	○	○	
イソキサジフェンエチル	○	○	○	○	○	
イソキサチオン	○	○	○	○	○	
イソフェンホス	○	○	○	○	○	
イソフェンホスオキシソ	○	○	○	○	○	
イソプロカルブ	○	○	○	○	○	
イソプロチオラン	○	○	○	○	○	
イプロジオン	○	○	○	○	○	
イプロジオン代謝物	×	×	×	○	×	
イプロベンホス	○	○	○	○	○	
イマザメタベンズメチルエステル ^{a)}	○	○	○	○	○	
イミベンコナゾール	○	○	○	○	○	
イミベンコナゾール脱ベンジル体	×	○	×	×	×	
インダノファン	○	○	○	○	○	
インドキサカルブ	○	○	○	○	○	
ウニコナゾール p	-----定		量	不	能 ^{d)} -----	
エスプロカルブ	○	○	○	○	○	
エタルフルラリン	○	○	○	○	○	
エチオン	○	○	○	○	○	
エチクロゼート	×	○	×	×	×	
エディフェンホス	○	○	○	○	○	
エトキサゾール	○	○	○	○	○	
エトキサゾール代謝物	×	×	×	×	×	
エトフェンブロックス	○	○	○	○	○	
エトフメセート	○	○	○	○	○	
エトプロホス	○	○	○	○	○	
エトベンザニド	○	○	○	○	○	
エトリジアゾール	×	×	×	×	×	
エトリムホス	○	○	○	○	○	
エボキシコナゾール	○	○	○	○	○	
エンドスルファン (α)	○	○	○	○	○	
エンドスルファン (β)	○	○	○	○	○	
エンドスルファンサルフェート	○	○	○	○	○	
エンドリン	○	○	○	○	○	

測定化合物	4LC		3LC		
	ほうれんそう	玄米	さといも	りんご	キャベツ
オキサジアゾン	○	○	○	○	○
オキサジキシル	○	○	○	○	○
オキサベトリニル	×	×	×	○	○
オキシフルオルフェン	○	○	○	×	○
オキスポコナゾール	○	×	×	×	○
オキスポコナゾール代謝産物I(ホルミル体)	×	×	×	×	×
オメエート	○	○	×	○	×
オリザリン	×	×	×	×	×
オルトフェニルフェノール	○	○	×	×	×
カズサホス	○	○	○	○	○
カフェンストロール	○	○	×	○	○
カブタホール	×	×	×	×	×
カルフェントラゾンエチル	○	○	○	○	○
カルベタミド	×	×	×	×	×
カルボキシシン	×	×	×	×	×
カルボフェノチオン	○	○	○	○	○
カルボフラン	○	○	○	○	○
キザロホップエチル	○	○	○	○	○
キシリルカルブ	○	○	○	○	○
キナルホス	○	○	○	○	○
キノキシフェン	○	○	○	○	○
キノクラミン	○	○	○	○	×
キノメチオネート	×	×	×	×	×
キャブタン	×	×	○	— ^{b)}	×
キントゼン	○	○	○	○	○
クリミジン	○	○	○	○	○
クレソキシムメチル	○	○	○	○	○
クロソリネート	○	○	○	○	○
クロフェンテジン(分解物)	×	○	×	○	×
クロマゾン	○	○	○	○	○
クロメキシニル	○	○	○	○	○
クロメブロップ	○	○	○	○	○
クロリダゾン	×	×	×	×	×
クロルエトキシホス	○	○	○	○	○
クロルタールジメチル	○	○	○	○	○
クロルチオホス ^{a)}	○	○	○	○	○
クロルニトロフェン	○	○	○	○	○
クロルピリホス	○	○	○	○	○
クロルピリホスメチル	○	○	○	○	○
クロルフェナピル	○	×	○	○	×
クロルフェンソン	○	○	○	○	○
クロルフェンビンホス(α)(E)	○	○	○	○	○
クロルフェンビンホス(β)(Z)	○	○	○	○	○
クロルブファム	○	○	○	○	○
クロルプロピレート	-----定	量	不	能 ^{e)} -----	○
クロルプロファム	○	○	○	○	○
クロルベンシド	○	○	○	○	○
クロルメホス	○	×	×	×	×
クロロタロニル	-----定	量	不	能 ^{d)} -----	○
クロロネブ	○	○	○	○	○
クロロベンジレート	-----定	量	不	能 ^{e)} -----	○
シアナジン	○	○	○	○	○
シアノフェンホス	○	○	○	○	○
シアノホス	○	○	○	○	○
ジアリホス	○	○	○	○	○
ジエトフェンカルブ	○	○	○	○	○
ジオキサチオン	○	○	○	○	○
ジオキサベンゾホス	○	○	○	○	○
ジクロシメット ^{a)}	○	○	○	○	○
ジクロトホス	○	○	○	○	○
ジクロフェンチオン	○	○	○	○	○
ジクロブトラゾール	○	○	×	×	×
ジクロフルアニド	×	×	×	×	×
ジクロフルアニド代謝物	×	×	○	×	×
ジクロベニル	×	×	×	×	×
2,6-ジクロロベンザミド	○	○	○	○	○
ジクロホップメチル	○	○	○	○	○
ジクロラン	○	○	○	○	○
ジクロルボス	×	×	×	×	×
ナレド	×	×	×	×	×
ジコホール	-----定	量	不	能 ^{d)} -----	○
ジコホール(分解物)	○	○	○	○	○

精製固相	4LC		3LC		
	ほうれんそう	玄米	さといも	りんご	キャベツ
測定化合物					
ジスルホトン	○	○	○	○	○
ジスルホトンスルホン	○	○	○	○	○
ジタリムホス	×	×	×	×	×
ジチオピル	○	○	○	○	○
ジニコナゾール	×	○	×	×	×
シニドンエチル	○	○	○	○	○
シハロトリン ^{a)}	○	○	○	○	○
シハロホップブチル	○	○	○	○	○
ジフェナミド	○	○	○	○	○
ジフェニルアミン	○	○	○	○	○
ジフェノコナゾールⅠⅡ	○	○	○	○	○
シフルトリンⅠⅡⅢⅣ	○	○	○	○	○
シフルフェナミド	○	○	○	○	○
ジフルフェニカン	○	○	○	○	○
シプロコナゾール	○	○	○	○	○
シプロジニル	○	○	○	×	○
シベルメトリンⅠⅡⅢⅣ	○	○	○	○	○
シマジン	○	○	○	○	○
シメコナゾール	○	○	○	○	○
ジメタメトリン	○	○	○	○	○
ジメチピン	○	○	×	○	○
ジメチルビンホス(E)	○	○	○	○	○
ジメチルビンホス(Z)	○	○	○	○	○
ジメテナミド	○	○	○	○	○
ジメトエート	○	×	×	×	×
ジメトモルフ ^{a)}	○	○	○	○	○
シメトリン	○	○	○	○	○
ジメピペレート	○	○	○	○	○
シラフルオフエン	×	×	○	○	○
シンメチリン	○	×	○	○	○
スウエップ	○	○	○	○	○
スピロキサミン ^{a)}	×	×	×	×	×
スピロジクロフェン	○	×	○	○	○
スルプロホス	○	○	○	○	○
スルホテップ	○	○	○	○	○
ゾキサミド	○	×	×	×	×
ゾキサミド(分解物)	○	×	×	×	×
ターバシル	○	○	○	○	○
ダイアジノン	○	○	○	○	○
ダイアレート ^{a)}	○	○	○	○	○
チアベンダゾール	-----定		量	不	能 ^{d)} -----
チアメトキサム	○	○	○	○	×
チオシクラム	○	×	○	○	×
ネライストキシシ	○	×	×	×	×
チオベンカルブ	○	○	○	○	○
チオメトン	○	○	○	○	○
チフルザミド	○	○	○	○	○
テクナゼン	○	×	○	○	○
デスメディファム	-----定		量	不	能 ^{d)} -----
テトラクロロビンホス	○	○	○	○	○
テトラコナゾール	○	○	○	○	○
テトラジホン	○	○	○	○	○
テトラメトリン ^{a)}	○	○	○	○	○
テニルクロール	○	○	○	○	○
テブコナゾール	○	○	○	○	○
テブピリミホス	○	○	○	○	○
テブフェンピラド	○	○	○	○	○
テフルトリン	○	○	○	○	○
デメトン-S-メチル	○	×	○	○	○
デルタメトリン	○	○	○	○	○
テルブカルブ	○	○	○	○	○
テルブトリン	○	○	○	○	○
テルブホス	○	○	○	○	○
トリアジメノール ^{a)}	-----定		量	不	能 ^{d)} -----
トリアジメホン	○	○	○	○	○
トリアゾホス	○	○	○	○	○
トリアレート	○	○	○	○	○
トリクラミド	×	×	×	×	×
トリシクラゾール	○	×	×	○	×
トリブホス	○	○	○	○	○
トリフルラリン	○	○	○	○	○
トリフロキシストロビン	○	×	○	— ^{b)}	○

精製固相	4LC		3LC		
	測定化合物	ほうれんそう	玄米	さといも	りんご
トリルフルアニド	×	×	×	×	×
トリルフルアニド代謝物	×	×	×	○	×
トルクロホスメチル	○	○	○	○	○
トルフェンピラド	○	○	○	○	○
ナフタレンアセタミド	○	○	○	○	×
ナプロパミド	○	○	○	○	○
ニトラリン	×	○	×	○	×
ニトロタールイソプロピル	○	○	○	○	○
ニトロフェン	○	○	○	○	○
ノルフルラゾン	○	○	○	○	○
パクロブトラゾール	×	×	×	×	×
パラチオン	○	○	○	○	○
パラチオンメチル	○	○	○	○	○
ハルフェンブロックス	○	○	○	○	○
ピコリナフェン	○	○	○	○	○
ピテルタノール ^{a)}	-----定		量	不	能 ^{d)} -----
ビフェナゼート	×	×	×	×	×
ビフェニル	×	×	×	×	×
ビフェノックス	○	○	○	○	○
ビフェントリン	○	○	○	○	○
ビペロニルブトキシド	○	○	○	○	○
ビペロホス	○	○	○	○	○
ピラクロストロビン	×	○	×	○	×
ピラクロホス	○	○	○	○	○
ピラゾキシフェン	×	×	×	×	×
ピラゾホス	○	○	○	○	○
ピラフルフェンエチル	○	○	○	○	○
ピリダフェンチオン	○	○	×	○	×
ピリダベン	○	○	○	○	○
ピリフェノックス ^{a)}	○	○	○	○	○
ピリプチカルブ	○	○	○	×	○
ピリプロキシフェン	○	○	○	○	○
ピリミジフェン	○	○	○	○	○
ピリミノバックメチル (E)	○	○	○	○	○
ピリミノバックメチル (Z)	○	○	○	○	○
ピリミホスメチル	○	○	○	○	○
ピリメタニル	○	○	○	○	○
ピロキロン	○	○	○	○	○
ピンクロソリン	○	○	○	○	○
ファモキサドン	○	○	○	○	○
フィプロニル	○	○	○	○	○
フェナミホス	○	×	○	○	○
フェナリモル	○	○	○	○	○
フェントロチオン	○	○	○	○	○
フェノキサニル	○	○	○	○	○
フェノキサプロップエチル	○	○	○	○	○
フェノキシカルブ	○	○	○	○	○
フェノチオール	○	○	○	○	○
フェノチオカルブ	○	○	○	○	○
フェノトリン ^{a)}	○	×	○	×	○
フェリムゾン ^{a)}	-----定		量	不	能 ^{d)} -----
フェンアミドン	○	○	○	○	○
フェンクロルホス	○	○	○	○	○
フェンスルホチオン	○	○	○	○	○
フェンチオン	○	○	○	○	○
フェントエート	○	○	○	○	○
フェンバレレート ^{a)}	○	○	○	○	○
エスフェンバレレート	○	○	○	○	○
フェンブコナゾール	○	○	○	○	○
フェンプロパトリン	○	○	○	○	○
フェンプロビモルフ	×	×	×	×	×
フェンメディファム	×	×	×	×	×
フサライド	○	○	○	○	○
ブタクロール	○	○	○	○	○
ブタフェナシル	○	○	○	○	○
ブタミホス	○	○	○	○	○
ブチレート	○	×	×	○	×
ブピリメート	○	○	○	○	○
ブプロフェジン	×	×	○	○	○
フラムプロップメチル	○	○	○	○	○
フラメトピル	○	○	○	○	○
フラメトピル代謝物	×	×	×	×	○

精製固相	4LC		3LC		
	測定化合物	ほうれんそう	玄米	さといも	りんご
フリラゾール	○	○	○	○	×
フルアクリピリム	○	○	○	○	○
フルキンコナゾール	○	○	○	○	○
フルジオキシニル	○	○	○	○	○
フルシトリネート ^{a)}	○	○	○	○	○
フルシラゾール	○	○	○	○	○
フルシラゾール代謝物	-----定	量	不	能 ^{d)} -----	
フルチアセツメチル	○	○	○	○	○
フルトラニル	○	○	○	○	○
フルトリアホール	○	○	×	○	○
フルバリネート ^{a)}	○	○	○	○	○
フルフェンピルエチル	×	×	○	○	○
フルミオキサジン	○	○	○	○	○
フルミクロラックベンチル	○	○	○	○	○
フルリドン	○	○	○	○	×
ブレチラクロール	○	○	○	○	○
プロシミドン	○	○	○	○	○
プロチオホス	○	○	○	○	○
プロバクロール	○	○	○	○	○
プロバジン	×	○	○	○	○
プロパニル	×	×	×	○	×
プロパホス	○	○	○	○	○
プロバルギット	○	○	○	○	○
プロピコナゾール ^{a)}	○	○	○	○	○
プロビザミド	○	○	○	○	○
プロヒドロジャスモン ^{a)}	○	○	○	○	○
プロフェノホス	○	○	○	○	○
プロポキシル	○	○	○	○	○
プロマシル	○	×	×	○	○
プロムコナゾール ^{a)}	○	○	○	○	○
プロメトリン	○	○	○	○	○
プロモブチド	○	×	○	○	○
プロモプロピレート	○	○	○	○	○
プロモホス	○	○	○	○	○
プロモホスエチル	○	○	○	○	○
ヘキサクロロベンゼン	×	×	×	×	×
ヘキサコナゾール	×	○	×	×	×
ヘキサジノン	-----定	量	不	能 ^{c)} -----	
ベナラキシル	○	○	○	○	○
ベノキサコール	○	○	○	○	○
ヘブタクロル	○	○	○	○	○
ヘブタクロルEpo(cis)	○	○	○	○	○
ヘブタクロルEpo(trans)	○	○	○	○	○
ペルタン	○	○	○	×	○
ペルメトリン ^{a)}	○	○	○	○	○
ベンコナゾール	○	○	○	○	○
ペンディメタリン	○	○	○	○	○
ベントキサゾン	○	○	○	○	○
ベンフルラリン	○	○	○	○	○
ベンフレセート	○	○	○	○	○
ホサロン	○	○	○	○	○
ホスチアゼート I II	○	○	○	○	○
ホスファミドン ^{a)}	○	○	○	○	○
ホスメット	○	○	○	○	○
ホノホス	○	○	○	○	○
ホルベット	×	×	×	×	×
ホルモチオン	○	×	×	×	○
ホレート	○	○	○	○	○
マラチオン	○	○	○	○	○
ミクロブタニル	○	○	○	○	○
メカルバム	×	×	×	×	×
メタクリホス	○	○	○	○	○
メタラキシル	○	○	○	○	○
メチダチオン	○	○	○	○	○
メトキシクロール	○	○	○	○	○
メブレン ^{a)}	-----定	量	不	能 ^{d)} -----	
メミノストロビン (E)	○	○	○	○	○
メミノストロビン (Z)	○	○	○	○	○
メトラクロール	○	○	○	○	○
メトリブジン	○	○	○	○	○
メビンホス	○	○	○	○	○

精製固相	4LC		3LC		
	ほうれんそう	玄米	さといも	りんご	キャベツ
メフェナセット	○	○	○	○	○
メフェンピルジエチル	○	○	○	○	○
メプロニル	○	○	○	○	○
モノクロトホス	○	×	×	×	×
モリネート	○	○	○	○	○
レスメトリン ^{a)}	×	×	○	○	×
ジオレスメトリン	×	○	○	○	×
レナシル	○	○	○	○	○
レプトホス	○	○	○	○	○

- a) 異性体含む
b) 添加試料より農薬検出したため、定量せず
c) SFA10mixのピークと重なるため、定量不可
d) 検量線不可
e) ピーク分離できず定量不可