

# GC/MS/MS 及び LC/MS/MS による魚介類の残留農薬一斉分析

## Multiresidue Pesticide Analysis of Seafoods with GC/MS/MS and LC/MS/MS

氏家 愛子 千葉 美子 大熊 紀子 吉田 直人 濱名 徹  
Aiko UJIIE, Yoshiko CHIBA, Noriko OKUMA, Naoto YOSHIDA, Toru HAMANA

脂質含量が多い畜水産物中の残留農薬一斉分析の試料液調製法について、アセトン/ヘキサン(1/1)による抽出液をアセトニトリル/アセトニトリル飽和ヘキサン分配による脱脂後、多機能カラム Multisep PR を用いた精製を検討した。Multisep PR 精製については、アセトニトリル溶液 5ml で負荷しアセトニトリル 5ml, アセトニトリル/トルエン(3/1)5ml 及びメタノール 5ml で溶出することにより、脂肪酸エステル類を効果的に除去することができた。この方法により 332 農薬を対象とした銀鮭等魚介類での添加回収試験(試料換算:0.02ppm)を実施した。この結果、回収率 70%~120%及び RSD15%未満であった農薬は銀鮭で 198 農薬, うなぎ蒲焼きでは 262 農薬及び活あさりでは 92 農薬であり、加熱処理による試料の代謝活性が低下したうなぎ蒲焼きでは良好な結果を得ることができた。

キーワード: 魚介類; 残留農薬; 一斉分析法; Multisep PR; GC/MS/MS; LC/MS/MS

Key words: Seafood; Pesticide residue; Simultaneous analysis;  
MultisepPR; GC/MS/MS; LC/MS/MS

### 1 はじめに

近年、中国産ぎょうごの残留農薬やメラミン混入など食の安全性に係わる問題が多発しており、当所での県民からの苦情食品検査も増加している。このような状況下、当所での残留農薬検査では、野菜・果実等の一斉分析法を検討し、独自法としてバリデーションを行い<sup>1)2)</sup>行政検査を実施しているが、魚介類の残留農薬検査は実施していない。畜水産物中の残留農薬一斉分析については、厚生労働省の通知法<sup>3)</sup>においてゲル浸透クロマトグラフィー(以下 GPC と略す)及びエチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲルカラム精製による方法が示されている。しかし、GPC 精製を行うためには、GPC 用機器を必要とするほか、多検体を同時に処理することができないことから、試料液調製に時間が長くなる。苦情食品検査においては検査結果の迅速性が求められるため、魚介類について簡便で迅速な残留農薬一斉分析方法の検討を行ったので報告する。

### 2 方法

#### 2.1 試料

養殖銀鮭の可食部、うなぎ蒲焼き、活あさりの剥き身をフードカッターで細切均一化し、冷凍保存したものをを用いた。

#### 2.2 装置

GC/MS/MS; Varian 社製 1200

GC/MS; Agilent 社製 6890/5973inert, 6890/5973A

LC/MS/MS; AppliedBioSystems 社製 API3000

#### 2.3 精製用ミニカラム

RomerLabs 社製多機能カラム Multisep PR, ジーエルサイエンス社製 GL-PAK Carbograph(500mg)及び Carbograph/PSA(1g/1g), Varian 社製 BondElutSAX/PSA(500mg/500mg)及び PSA(500mg), Waters 社製 Sep-Pak C 18 (360mg)

#### 2.4 添加回収試験の試料液調製方法

均一化した試料 10g に検討対象 332 農薬混合標準溶液  $1 \mu\text{g/ml}$  を  $200 \mu\text{l}$  添加(試料換算 0.02ppm)して 30 分置く。これに硫酸マグネシウム 2.5g 及びアセトン/ヘキサン(1/1)25ml を加え、ポリトロンミキサーで 1 分間抽出後、2500rpm で 5 分遠心分離をする。溶媒層をろ過分取して、残さにアセトン/ヘキサン(1/1)15ml を加え、10 分間振とう後、2500rpm で 5 分遠心分離をする。溶媒層をろ過し、先の溶媒層と合わせて 50ml に定容する。20ml を採り濃縮乾固後、アセトニトリル(以下  $\text{CH}_3\text{CN}$  とする)飽和ヘキサン 5ml で溶解し、ヘキサン飽和  $\text{CH}_3\text{CN}$  10ml を加えて 5 分振とうする。 $\text{CH}_3\text{CN}$  層をとり、同操作を更に 2 回繰り返す。 $\text{CH}_3\text{CN}$  層を合わせ約 5ml に濃縮して MultisepPR に負荷する。流出液を採取し  $\text{CH}_3\text{CN}$  5ml,  $\text{CH}_3\text{CN}$ /トルエン(3/1)5ml, メタノール 5ml の順で溶出したのち、濃縮乾固後、アセトン 1ml で溶解して GC/MS/MS 用試料液とした。LC/MS/MS 用試験液は窒素ページによりメタノールに転溶(5 倍希釈)して調製した。

#### 2.5 測定条件

既報<sup>4)5)</sup>に準じた。

### 3 結果及び考察

#### 3.1 精製用ミニカラムの検討

2.3 精製用ミニカラムの項に示したミニカラムを使用し、銀鮭を対象に CH<sub>3</sub>CN 抽出による添加回収試験(添加量：試料換算 0.01ppm)を実施した。

①法はCarbograph/PSA(CPとする)及びMultisep PR使用  
②法はCH<sub>3</sub>CN/CH<sub>3</sub>CN飽和ヘキサン分配による脱脂後 GL-PAK Carbograph(上)とBondElutSAX/PSA(下)を直列接続使用、③法はSep-Pak C 18及びPSA使用、④法はPSA(上)とMultisep PR(下)を直列接続使用の4通りで精製の効果を検討した。銀鮭からのCH<sub>3</sub>CN抽出液を濃縮乾固後、①法はCH<sub>3</sub>CN/トルエン(3/1)2ml、④法はアセトン/ヘキサン(3/7)2mlで溶解し、カラム(①法はCPカラムのみ)に負荷後、①法はCH<sub>3</sub>CN/トルエン(3/1)15ml、④法はアセトン/ヘキサン(7/3)15mlで溶出した。①法はさらに溶出液を濃縮乾固後CH<sub>3</sub>CN 10mlに溶解しMultisep PRに負荷溶出をした。②法はCH<sub>3</sub>CN抽出液20mlに、CH<sub>3</sub>CN飽和ヘキサン10mlを加え5分振とうしてヘキサン層を取り、これにヘキサン飽和CH<sub>3</sub>CN10mlを加え5分振とう後、CH<sub>3</sub>CN層を先のCH<sub>3</sub>CN層と合わせ濃縮乾固した。これをCH<sub>3</sub>CN/トルエン(3/1)2mlで溶解し精製カラムに負荷後、CH<sub>3</sub>CN/トルエン(3/1)15mlで溶出した。③法はCH<sub>3</sub>CN抽出液20mlをC

18に通し、3mlのCH<sub>3</sub>CNでカラムを洗浄しこれを採取して溶出液と合わせ、濃縮乾固後④法と同じ溶媒を使用してPSAによる精製を行った。各溶出液は濃縮乾固後、アセトン1mlに溶解し試料溶液とした。

各精製法での試料溶液についてGC/MS/MS分析及びGC/MS-SCAN分析を行った。GC/MS-SCAN-TICを図1に示す。回収率70%~120%, RSD25%未満であった農薬数(GC/MS/MS分析対象のみ)は、①法では152, ②では221, ③法では218及び④法では191であったが、各TICを比較した結果、①法が脂肪酸エステル等の夾雑ピークを効率よく除去しており、次いで④法の効果が高かった。これらは共通してMultisep PRを使用していたことから、このカラムの効果が大きいと考え、精製用にMultisep PRの単独使用を検討した結果、①のTICをほぼ同じクロマトグラムが得られた。

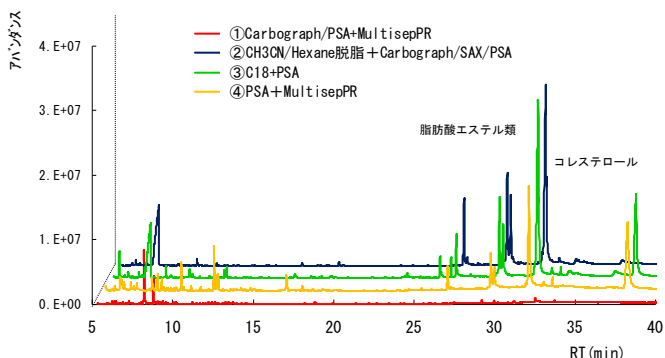


図1 各精製法でのTIC(銀鮭)

#### 3.2 Multisep PR 精製溶媒の検討

添加回収試験において、MultisepPRによる精製が試料中の夾雑物の除去に有効ではあったが、回収率70%~120%, RSD25%未満であった農薬数は他の精製法と比較して少なかった。そこで、分析可能農薬数を拡大するため、MultisepPRの標準的使用方法、すなわちカラムに溶媒が満たされている状況下で負荷流出液を一定量採取する方法ではなく、溶出溶媒を全量採取する方法で最適溶媒の検討を行った。銀鮭 CH<sub>3</sub>CN 抽出液 20ml(銀鮭 2g 相当)に農薬混合標準溶液 1 μg/ml を 50 μl 添加して濃縮乾固後、検討溶媒でそれぞれ溶解し負荷溶液を調製した。はじめにアセトン/ヘキサン系による負荷・溶出を検討したが、脂肪酸エステル等の夾雑成分がカラムに保持されず流出してしまい Multisep PR カラムの特性が発揮できなかった。そこで、酢酸エチル、CH<sub>3</sub>CN 及び CH<sub>3</sub>CN/トルエン(3/1)を用いて検討を行った。この結果、CH<sub>3</sub>CN 及び CH<sub>3</sub>CN/トルエン(3/1)が酢酸エチルより良好な結果を得たが、それぞれ異なる農薬に低回収傾向が認められたほか、共通してトリアジン系、トリゾール系などの有機窒素系 27 農薬や有機リン系 10 農薬で低回収率を示した(表 1)。そこで、さらにメタノールで追加溶出をしたところ、これらの農薬の回収率向上が認められた(図 2)。

表 1 MultisepPR 精製における CH<sub>3</sub>CN 及び CH<sub>3</sub>CN/トルエン(3/1)溶出での低回収農薬

農薬系	農薬名	
有機窒素系農薬	ウニコナゾール、バクロブトラゾール、トリシクラゾール、トリアジメノール、アザコナゾール、テトラコナゾール、テフコナゾール、シプロコナゾール、プロビコナゾール、ペンコナゾール、シメコナゾール、フルシラゾール、チアベンダゾール、フルトリアホル、フルジオキソニル、ミクロフタニル、アミトラス、シメトリン、シマジン、エチクロゼート、プロマシル、フェナリモル、カルベタミド、イマズスルフロ、ターバシル、カルボキシ、イマザメタベンズスルフロ(27種類)	
	有機リン系農薬	アセフェート、エディフェンホス、ホスファミドン、プロフェノホス、メピンホス、DDVP、CVP、モノクロトホス、イソキサチオンオキソン、ホスチアゼート(10種類)
	その他	プロモプロピレート、クロロベンジレート、オルトフェニルフェノール(3種類)

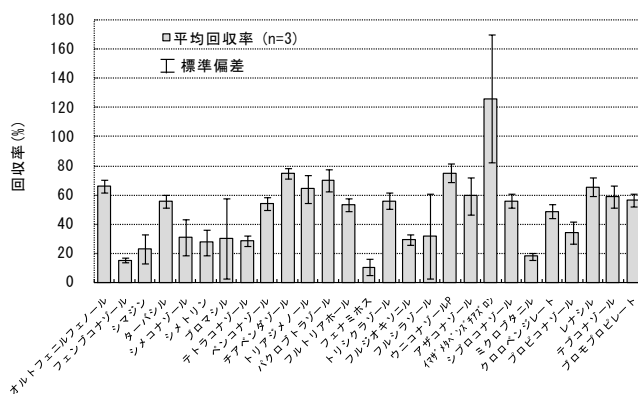


図2 MultisepPR 精製での CH<sub>3</sub>CN 及び CH<sub>3</sub>CN/トルエン(3/1) 溶出後に実施したメタノール分画の回収率

### 3.3 脱脂

畜水産物等脂肪含有量が多い品目から残留農薬を抽出する場合、野菜・果実等でのCH<sub>3</sub>CN抽出とは異なり、試料親和性の良いアセトン/ヘキサン系での抽出をする必要がある。3.1及び3.2の検討においてはCH<sub>3</sub>CN抽出液を対象に実施したため脱脂を必要としなかった。しかし、銀鮭及びうなぎ蒲焼きをアセトン/ヘキサン(1/1)抽出した場合、抽出液中の脂質は約13~14%(試料換算)であり、銀鮭からの抽出液を脱脂せずMultisep PRで精製した場合、CH<sub>3</sub>CNを負荷・溶出溶媒とした精製では脱脂率が平均87%(n=3)、CH<sub>3</sub>CN/トルエン(3/1)を負荷・溶出溶媒とした精製では脱脂率が平均59%(n=3)であった。これをGC/MS/MSで分析した場合、注入口やカラムの汚れを惹起するだけでなくイオン化促進/抑制などにより正確な測定ができないことから、Multisep PRによる精製を有効に行うためには脱脂が必要であった。そこで、Multisep PRによる精製前に、多検体同時に実施可能なCH<sub>3</sub>CN/CH<sub>3</sub>CN飽和ヘキサン分配による脱脂操作を行うこととした。この操作を加えることにより銀鮭及びうなぎ蒲焼きでのMultisep PR精製後の脱脂率は97%であった。

Multisep PR 精製では、抽出液をCH<sub>3</sub>CN/CH<sub>3</sub>CN飽和ヘキサン分配による脱脂後、CH<sub>3</sub>CN5mlに濃縮して負荷しCH<sub>3</sub>CN5ml、CH<sub>3</sub>CN/トルエン(3/1)5ml、メタノール5mlの順で溶出することとした。

### 3.4 実試料への添加回収試験

GC/MS/MS対象252農薬、LC/MS/MS対象80農薬、計332農薬を対象に、銀鮭、うなぎ蒲焼き及びあさりへの添加回収試験(試料換算:0.02ppm、添加後30分放置し試験)を実施した(表3)。この結果、回収率70%~120%及びRSD15%未満であった農薬は銀鮭で198農薬、うなぎ蒲焼きで261農薬、あさりで92農薬であった。加工品のうなぎでは加熱により代謝活性が失活しているため、対象農薬の8割に良好な回収率が得られたが、特に活あさりでは、代謝酵素の活性により添加した農薬が代謝分解されてしまい、対象農薬の1/4程度だけに良好な回収率が得られた。この傾向は表2、図3及び図4に示すように有機リン系農薬、ピレスロイド系農薬、DDTなどに顕著であった。

## 4 まとめ

魚介類中の残留農薬一斉分析法について、CH<sub>3</sub>CN/CH<sub>3</sub>CN飽和ヘキサン分配による脱脂後、Multisep PRカラムによる精製法を検討した。

- 1) Multisep PRカラム精製では、負荷溶媒にCH<sub>3</sub>CN5ml、溶出溶媒にCH<sub>3</sub>CN5ml、CH<sub>3</sub>CN/トルエン(3/1)5ml、メタノール5mlの順で使用することで脂肪酸エステル等の夾雑物を効果的に除去することができた。
- 2) 銀鮭及びうなぎ蒲焼きを分析対象としたアセトン/ヘキサン(1/1)抽出では、抽出液中の脂質は約13%~14%

であったが、本法により約97%の脱脂をすることができた。

3) 本法による添加回収試験では、加熱処理により代謝活性が低下したうなぎ蒲焼きでは約260種類の農薬を分析することが可能であった。一方、生鮮魚介類は代謝活性により添加した農薬が代謝分解されてしまう現象が認められ、この現象は特に活あさりで顕著であった。

表2 DDT及びその代謝物の添加回収率  
(活アサリ、各添加量; 試料換算0.02ppm)

	銀鮭		うなぎ蒲焼き		活あさり	
	平均回収率(%)	RSD(%)	平均回収率(%)	RSD(%)	平均回収率(%)	RSD(%)
p, p'-DDD	70	7.6	88	6.9	23	66
p, p'-DDE	85	8.5	84	8.6	110	12
o, p'-DDT	80	9.2	88	6.7	0.0	0.0
p, p'-DDT	75	17	84	5.0	5.7	87

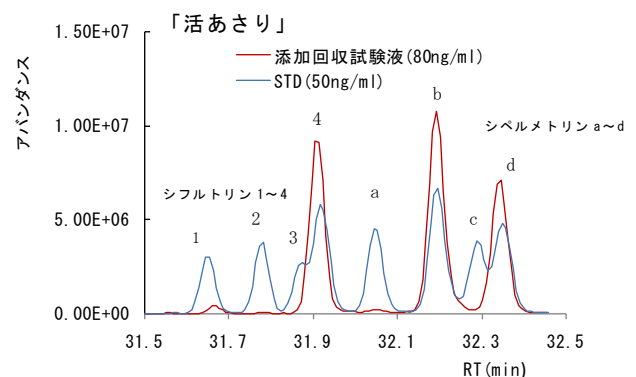


図3 添加回収試験でのシフルトリン及びシペルメトリンのIC (m/z 163>127)

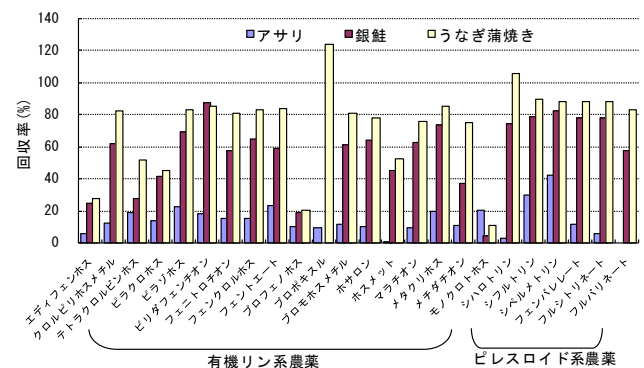


図4 添加回収試験での有機リン系農薬及びピレスロイド系農薬の回収率

## 5 参考文献

- 1) 氏家愛子, 佐藤信俊: 宮城県保健環境センター年報, 23, 55-59(2005).
- 2) 氏家愛子, 長谷部洋, 福原郁子, 濱名徹: 宮城県保健環境センター年報, 27, 107-112(2009).
- 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について” 平成17年1月24日, 食安発第0124001号(2005).
- 4) 氏家愛子, 柳田則明: 宮城県保健環境センター年報, 24, 58-62(2006).
- 5) 氏家愛子, 長谷部洋, 柳田則明: 宮城県保健環境センター年報, 25, 58-61(2005)

表3 添加回収試験結果（銀鮭，うなぎ蒲焼き及び活あさり）

添加量：試料換算 0.02ppm, n=3

NO.	農薬名	銀鮭		うなぎ蒲焼き		活あさり		NO.	農薬名	銀鮭		うなぎ蒲焼き		活あさり	
		平均回収率 (%)	RSD (%)	平均回収率 (%)	RSD (%)	平均回収率 (%)	RSD (%)			平均回収率 (%)	RSD (%)	平均回収率 (%)	RSD (%)	平均回収率 (%)	RSD (%)
1	BHC	77	13	88	6.2	13	38	84	ジチホル	88	5.9	92	5.3	70	26
2	DDT	77	8.6	86	6.5	47	31	85	シロトリン	74	11	110	13	3.2	110
3	EPN	80	17	86	6.6	20	81	86	シロホップ・ブチル	100	10	79	19	0.0	-
4	EPTC	64	8.4	64	17	15	3.7	87	ジメチル	77	13	94	3.9	88	3.9
5	XMC	73	12	87	5.6	14	140	88	ジフェニルアミン	75	2.8	78	3.6	56	18
6	アクリナトリン	34	26	67	5.6	52	24	89	シロトリン	79	9.1	89	6.1	30	15
7	アザ・コナゾール	88	13	82	4.3	96	18	90	ジフルエニル	89	4.5	95	3.3	77	21
8	アセトクロール	91	6.3	91	5.7	60	38	91	シロ・ロキサゾール	69	5.9	81	5.4	41	7.5
9	アセフェート	66	32	0	-	0	-	92	シベ・ルトリン	82	8.4	88	6.3	82	16
10	アトラジン	88	3.1	100	4.8	85	7.5	93	シマジン	88	7.4	110	13	90	1.8
11	アミトラス	0	-	15	170	0	-	94	シメナゾール	80	6.5	80	3.2	79	1.2
12	アマトリン	88	4.3	91	3.7	86	5.9	95	ジメタトリン	94	1.9	89	4.1	80	12
13	アラクロール	85	7.8	93	8.9	57	42	96	ジメチン	88	20	84	5.6	23	51
14	アルドリ	67	11	68	4.2	50	24	97	ジメチルピネン	38	36	53	11	29	20
15	アルスリン	99	2.0	88	12	73	22	98	ジメチル	94	2.7	90	5.4	71	22
16	イザゾール	94	8.2	92	4.2	70	20	99	ジメトエート	69	6.6	81	6.9	39	32
17	イキサチオン	71	30	85	12	31	61	100	シロトリン	83	6.3	89	4.1	96	0.6
18	イソフェンホス	77	4.2	92	1.7	78	19	101	ジメビヘレート	83	4.2	91	3.4	79	20
19	イソ・ロカルブ	77	11	88	5.1	0	-	102	シロトリン	92	12	75	14	63	19
20	イソ・ロチオン	87	1.9	93	3.2	84	12	103	メタジ	81	6.8	87	6.0	67	22
21	イソ・ロベンホス	85	1.5	91	5.3	82	8.5	104	メタジ	61	9.4	80	2.4	52	29
22	イザゾール	84	12	77	4.2	45	43	105	メタジ	68	6.9	60	5.1	95	19
23	イザゾール	84	1.4	89	4.0	83	11	106	メタジ	83	7.0	91	7.1	68	23
24	イザゾール	63	6.3	47	15	69	34	107	メタジ	73	21	71	0.4	94	26
25	イザゾール	99	3.9	91	4.4	71	32	108	メタジ	98	6.7	89	4.5	80	16
26	ウニコナゾール	67	3.4	80	2.6	77	0	109	メタジ	69	10	79	4.7	35	32
27	エス・ロカルブ	83	4.9	91	3.8	75	21	110	メタジ	53	8.4	48	91	48	7.5
28	エンタルリン	84	8.3	81	7.8	56	20	111	メタジ	80	10	94	2.4	72	21
29	エチオン	76	21	90	7.0	43	43	112	メタジ	80	8.3	88	7.9	34	55
30	エチロピート	74	8.6	75	7.3	56	8.8	113	メタジ	27	90	52	14	19	60
31	エチ・イフェンホス	25	28	28	16	5.8	27	114	メタジ	95	9.1	89	4.5	86	0.5
32	エチ・イフェンホス	84	5.7	89	0.7	77	19	115	メタジ	85	1.2	91	3.7	69	32
33	エトメセト	85	1.8	90	4.5	85	11	116	メタジ	86	3.8	89	3.8	50	52
34	エト・ロホス	87	1.9	86	5.1	65	14	117	メタジ	82	6.1	80	4.6	79	5.0
35	エトリン・アゾール	79	9.1	74	9.3	13	61	118	メタジ	89	4.2	86	7.5	45	140
36	エトリムホス	79	18	89	9.1	43	36	119	メタジ	81	8.0	94	3.6	76	24
37	エト・コシコナゾール	77	10	77	16	79	13	120	メタジ	57	17	78	11	49	49
38	エンド・スルファン	85	5.9	89	5.6	63	37	121	メタジ	88	2.5	85	5.3	82	11
39	エンド・リン	83	4.5	96	3.3	73	27	122	メタジ	67	4.9	78	5.7	79	10
40	オキサジン・アジン	84	3.5	97	2.8	78	22	123	メタジ	91	4.4	91	6.7	85	7.3
41	オキサジン・キシル	91	25	86	6.0	110	23	124	メタジ	73	20	86	7.0	30	50
42	オキサジン・トリニル	76	8.5	5.9	24	3.1	140	125	メタジ	79	6.7	85	4.0	65	28
43	オキサジン・メタジ	88	6.5	92	4.8	81	19	126	メタジ	71	19	71	2.5	100	29
44	オキサジン・メタジ	71	1.3	76	9.3	56	3	127	メタジ	63	5.7	68	6.2	70	22
45	カサ・サホス	82	5.4	89	4.3	67	21	128	メタジ	56	5.6	57	6.6	21	110
46	カフエントロール	77	8.1	84	3.7	6.6	140	129	メタジ	91	8.7	90	4.1	60	38
47	カフエントロール	90	4.9	89	6.8	35	76	130	メタジ	87	1.3	92	1.9	82	14
48	カルベ・タミド	79	12	81	8.8	46	46	131	メタジ	3.1	58	21	24	49	3.8
49	カルベ・キシン	32	23	45	14	35	6.1	132	メタジ	74	17	92	7.2	45	34
50	カルベ・フェノチオン	77	20	93	10	47	42	133	メタジ	77	2.8	82	3.6	0.0	-
51	カルベ・フラン	67	17	93	5.3	26	120	134	メタジ	91	1.6	92	5.8	88	8.0
52	キシルホス	82	18	89	10	52	32	135	メタジ	87	5.2	91	4.3	72	31
53	キノキサジン	92	6.5	88	5.5	80	17	136	メタジ	93	6.1	88	6.0	81	19
54	キノキサジン	71	13	85	4.6	0.0	-	137	メタジ	82	15	89	2.8	96	12
55	キントゼン	78	8.7	86	8.4	0.0	-	138	メタジ	76	6.8	83	1.8	80	6.0
56	クロキサジン・メチル	83	0.8	99	1.3	75	15	139	メタジ	17	33	38	3.5	0.0	-
57	クロキサジン	96	1.6	89	5.2	78	7.5	140	メタジ	78	11	87	6.5	50	33
58	クロキサジン・キシル (X-52)	86	3.2	91	0.6	81	14	141	メタジ	74	19	87	8.0	44	37
59	クロキサジン	71	21	51	19	45	47	142	メタジ	78	8.7	88	4.4	65	35
60	クロキサジン・メチル	84	6.0	96	2.3	73	23	143	メタジ	81	1.0	93	0.4	64	40
61	クロキサジン	74	5.5	91	1.5	72	38	144	メタジ	80	8.2	90	3.2	75	23
62	クロキサジン・ロファエン (CNP)	85	4.9	89	2.2	78	22	145	メタジ	95	7.2	91	5.0	80	19
63	クロキサジン・リホス	80	14	92	3.3	47	34	146	メタジ	84	15	90	6.2	59	31
64	クロキサジン・リホス・メチル	62	27	82	11	12	58	147	メタジ	42	22	45	11	14	57
65	クロキサジン・フェニル	72	18	82	12	49	57	148	メタジ	69	19	83	7.8	22	62
66	クロキサジン	92	4.3	85	7.7	56	6.8	149	メタジ	93	1.6	90	5.1	80	13
67	クロキサジン・ベンホス	78	6.9	83	5.6	66	17	150	メタジ	87	2.0	85	11	18	67
68	クロキサジン・ファミ	81	3.9	82	7.1	50	29	151	メタジ	81	3.6	88	1.6	73	25
69	クロキサジン・ロファミ	84	5.3	91	4.7	75	21	152	メタジ	78	5.4	87	2.4	83	7.8
70	クロキサジン・ジド	77	4.5	86	2.6	74	19	153	メタジ	86	4.1	90	3.0	80	20
71	クロキサジン	0.0	-	22	170	0.0	-	154	メタジ	82	6.2	89	4.8	83	15
72	クロキサジン	91	3.2	85	5.9	42	27	155	メタジ	90	4.5	93	2.1	89	3.1
73	クロキサジン・ジレート	64	6.0	65	5.4	58	11	156	メタジ	76	15	93	5.3	53	29
74	ジメタジン	75	6.0	85	10	68	11	157	メタジ	83	5.6	91	5.6	84	9.3
75	ジメタジン	76	9.0	92	5.9	51	33	158	メタジ	48	87	86	8.1	50	25
76	ジメタジン	70	27	83	13	21	44	159	メタジ	92	15	88	2.8	100	20
77	ジメタジン	78	9.4	65	9.8	68	12	160	メタジ	89	5.9	88	4.6	67	27
78	ジメタジン	0.0	-	0.0	-	8.5	170	161	メタジ	36	47	89	11	15	98
79	ジメタジン	95	6.1	90	5.1	76	17	162	メタジ	66	12	87	10	70	5.5
80	ジメタジン	88	2.3	87	4.6	86	11	163	メタジ	61	15	76	4.8	79	7.7
81	ジメタジン	10	16	9	19	3.1	10	164	メタジ	84	6.6	83	4.6	88	0.9
82	ジメタジン	83	3.9	82	7.3	80	18	165	メタジ	57	41	81	13	15	110
83	ジメタジン	70	3.6	84	2.4	51	29	166	メタジ	86	1.5	95	0.7	76	19

注) GC/MS 分析対象農薬：NO. 1~NO. 252， LC/MS/MS 分析対象農薬：NO. 253~NO. 332

