

LC-MS/MSによる農産物中残留農薬測定項目拡大の検討

食品薬品部

菅谷 京子 齋藤 仁美 小篠 智江 徳田 侑子¹ 市本 範子²
 (¹元県南健康福祉センター) (²現県南健康福祉センター)

要旨

農産物中残留農薬のスクリーニング試験において、ヘリウムガスの供給問題等によりGC-MS/MSが使用できない時にLC-MS/MSによる代替測定可能か検討し妥当性評価を実施した。

その結果、LC-MS/MSによる測定が新たに87項目できることを確認し、GC-MS/MSが使用できない時にLC-MS/MS測定により報告できる項目が76項目から163項目に拡大した。

キーワード：農産物中残留農薬、GC-MS/MS、LC-MS/MS、妥当性評価

1 はじめに

現在、当センターでは農産物中残留農薬のスクリーニング試験においてGC-MS/MSで239項目、LC-MS/MSで76項目(共通項目12項目)合計303項目の測定を実施している。

現在GC-MS/MSのキャリアガスとしてヘリウムガスを使用しているが、ヘリウムガス不足が世界的な問題となっている。窒素ガスや水素ガスを代替キャリアガスとして使用する方法もあるが、窒素ガスでは残留農薬を測定するのに必要な感度を得るのは難しく、水素ガスをキャリアガスとすると現在の施設では安全性の担保が困難である。また全国的な流れとして、残留農薬の分析をヘリウムガス不使用の方法に切り替える動きもある。

そのため、ヘリウム不足や機器の不調等によりGC-MS/MSでの測定ができない時にLC-MS/MSによる測定で補完することを目的として、現在GC-MS/MSでの測定に使用している標準液を用いてLC-MS/MSで測定できるよう、項目拡大の検討を行い若干の知見を得たので報告する。

2 研究方法

2.1 妥当性評価に使用した試料

令和3(2021)年1月に県内保健所が収去したいちご

2.2 試薬類

標準試薬は、現在GC-MS/MSでの測定に使用している関東化学(株)製「農薬混合標準液48」、「同63」、「同70」、「同77」、「同79」を用いた。各混合標準液を合わせ、添加用混合標準溶液を調製した(全261項目)。添加用混合標準溶液をアセトン:n-ヘキサン(1:1)で適宜段階希釈し、検量線用標準溶液を調製した。前処理により得られたGC-MS/MS用マトリックスブランク溶液を一定量取り、窒素乾固したのち同量の検量線用標準溶液を加えてGC-MS/MS用マトリックス標準溶液を調製した。更にそこから一定量を取り、窒素乾固したのち倍量のメタノールに溶解しLC-MS/MS用マトリックス標準溶液を調製した。

その他の試薬は、関東化学(株)製及び富士フィルム和光純薬(株)製を、固相抽出カラム(GC/PSA 500 mg/500 mg/20 mL)はジーエルサイエンス(株)製を用いた。

2.3 装置と測定条件

2.3.1 装置(LC-MS/MS)

LC部：(株)島津製作所 Prominence MS/MS部：AB SCIEX 3200 QTRAP[®]

2.3.2 LC条件

カラム：TSK-GEL ODS-100V(東ソー(株)製 2.0 mm×150 mm, 5 μm)

ガードカラム：TSKguardgel ODS-100V(東ソー(株)製 2.0 mm×10 mm, 5 μm)

流量：0.2 mL/min カラム温度：40 °C 注入量：5 μL

移動相：A液(酢酸アンモニウム水溶液) B液(酢酸アンモニウムメタノール溶液)

グラジエント条件：

時間(分)	0	1	3.5	6	8	17.5	30	30.1
A液(%)	85	60	60	50	45	5	5	85
B液(%)	15	40	40	50	55	95	95	15

2.3.3 MS条件

イオン化モードをESIとし、全261項目について混合標準液毎にインヒュージョン測定による最適化を実施した。p, p-DDD等の塩素系農薬など38項目については、プリカーサーイオンが検出されない、またはイオン強度が著しく低く、条件を設定できなかった。

混合標準液の中には分子量の近い項目もあったため、メーカーからの提供データ等を参考に得られた最適化結果からの判別を試みたが、エタルフルラリンなど15項目については判別できず条件が設定できなかった。

また最適化の結果、ターバシル及びフルジオキソニルの2項目についてはネガティブモードでの条件が設定できたが、今回は一斉分析での測定感度を確保するために、ポジティブモードで条件を設定できた項目のみ測定することとした。

報告論文¹⁾²⁾等も参考にした結果、206項目について条件が設定できた。測定感度を確保するため混合標準液を2グループに分け、約100項目ずつの2条件で測定することとした。設定できた項目について、プリカーサーイオン(Q1)及びプロダクトイオン(Q3)を混合標準液毎に分子量順に示した(表1)。

2.4 検討項目

MS条件の設定できた206項目について収去検査の際に、いちご、うど、しゅんぎく、だいこん、たまねぎ、とまと、なし、なす、にら、ほうれんそう、ぶどう、レモンの12種類の農産物による0.005µg/L~0.05µg/Lの範囲のマトリックス検量線を調製し測定を行ったところ、過半数の農産物において相関係数が0.9未満の項目は11項目であった。

当該項目については妥当性評価の目標値を満たさない可能性も高いと予想されたが、測定項目から11項目を除外しても感度上昇は期待できないと判断し、妥当性評価はMS条件を設定できた206項目全てについて実施することとした。

2.5 妥当性評価

ガイドライン³⁾に従い、一律基準0.01µg/gと10倍濃度0.1µg/gで2併行5日間の添加回収試験を行い妥当性を評価した。

2.6 試験溶液の調製方法(図1)

当センターで検討しスクリーニング試験として実施している、QuEChERS法と固相抽出を組み合わせた農産物迅速検査法により実施した。

試料15gを取り添加用混合標準溶液を加えて30分間放置後、1%酢酸含有アセトニトリル15mLを加え1分間ホモジナイズし、無水酢酸ナトリウム1.5gと無水硫酸マグネシウム6gを加え1分間手振りした。

その後、3200rpmで5分間遠心分離し、アセトニトリル層8mLを取りトルエン3mLと無水硫酸マグネシウム1gを加え固相抽出カラムに負荷して、アセトニトリル:トルエン(3:1)20mLで溶出した。

溶出液は減圧濃縮し、窒素乾固後アセトン:n-ヘキサン(1:1)で4mLに定容し、GC-MS/MS用試験溶液とした。その一定量を取り窒素乾固後倍量のメタノールに溶解しLC-MS/MS用試験溶液とした。

3 結果及び考察

添加回収試験の結果、97項目で妥当性評価の目標値(以下、目標値)を満たしていた(表2)。

なお、マトリックス検量線を評価した際に過半数の農産物で検量線の相関係数が0.9未満だった11項目は、目標値を満たさなかった。

3.1 定量限界

テルブホスについては基準値が定量限界と一致しており定量限界の評価対象となるが、定量限界濃度に相当するピークのS/N比が6.4であり目標値の10を下回っており目標値を満たさなかった。今回の条件では感度が足りないと考えられた。

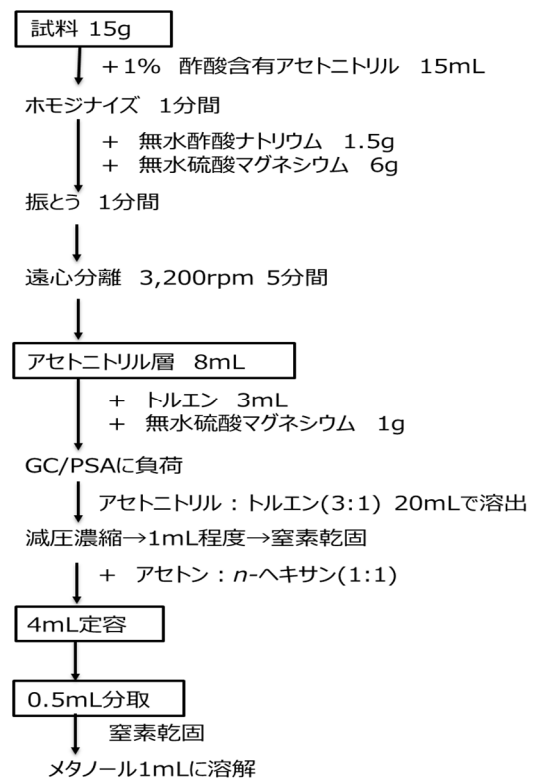


図1 試験溶液の調製方法

3.2 選択性

保持時間の近くに定量を妨害するピーク（妨害ピーク）が観察された項目は5項目であった。そのうち4項目については妨害ピークの大きさが許容範囲内であったが、フィプロニルについては妨害ピークの大きさが許容範囲を超えており目標値を満たさなかった。

3.3 真度

真度については、低濃度添加で目標値を満たさなかった項目は16項目であった。高濃度添加で目標値を満たさなかった項目は8項目であった。このうち、両濃度の添加ともに目標値を満たさなかった項目はアジンホスメチル、アレスリン、ジオキサチオン、ホスメット、ホルモチオンの5項目で、アレスリン、ジオキサチオン、ホルモチオンについては低濃度でピークを特定するには感度が不足していた。

3.4 精度

精度については、併行精度と室内精度について評価した。室内精度より併行精度で目標値を満たさない項目が多く見られた。低濃度添加で目標値を満たさなかった項目は49項目で、高濃度添加で目標値を満たさなかった項目は89項目であった。同一日の回収率を評価する併行精度及び高濃度添加でのばらつきが大きくなった要因の一つとして、LC-MS/MSで測定するために転溶する段階での溶解度合いが一定でないことが考えられた。前処理における転溶方法等を見直すことで、目標値を満たす項目を増やせる可能性があると考えられるため、今後検討していきたい。

アジンホスメチルとメチオカルブはLC-MS/MS用標準液では目標値を満たした共通項目である。今回は目標値を満たさなかったが、前処理等を見直し再度評価することによりGC-MS/MS標準液についても目標値を満たす可能性があると考えられた。

今回目標値を満たした項目については、LC-MS/MS測定による報告が可能であると考えられる。

当センターでは過去5年間にGC-MS/MS測定項目から36項目が検出されているが、そのうちの半数弱の15項目については目標値を満たしており、GC-MS/MSが使用できない場合でも引き続き検出状況を報告できることになる。

4 まとめ

現在GC-MS/MSで測定している標準液についてLC-MS/MSで代替測定できないか検討した結果、97項目（重複分の10項目を含む）について妥当性評価の目標値を満たした。GC-MS/MSによる測定ができない場合にも、既にLC-MS/MSで測定していた76項目に87項目を加えた合計163項目についてスクリーニング試験で報告することが可能となった。前処理等を見直すことで、報告できる項目の拡大が期待できる。

また、今回はいちご等のスクリーニング試験について妥当性評価を実施した。当センターでは県の特産品であるにらについて、イオウ成分の影響を除外するためいちご等とは異なる前処理方法で残留農薬のスクリーニング試験を実施している。その方法についても妥当性評価を実施し、にらについても報告可能な項目を拡大したい。

さらに、スクリーニング試験により基準値超過が疑われる場合等に確認試験として実施している通知に基づく一斉分析法についても妥当性評価を実施し、基準値超過が疑われる場合に報告できる項目も拡大していきたい。

参考文献

- 1) 菊地博之、坂井隆敏他、ヘリウムガス供給不足に対応した農産物中の残留農薬等のLC-MS/MSを用いる一斉試験法の適用検討、日本食品化学学会誌、27(3)、184-189、2020
- 2) 高取聡他、LC-MS/MSを用いた迅速な野菜類および果実類中の残留農薬一斉分析法の妥当性評価、食品衛生学雑誌、54(3)、237-249、2013
- 3) 「食品中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」
(厚生労働省医薬食品局食品安全部長、平成22年12月24日、食安発1224第1号)

表1 MS条件

条件1						条件2					
項目	Q1(m/z)	Q3(m/z)	項目	Q1(m/z)	Q3(m/z)	項目	Q1(m/z)	Q3(m/z)	項目	Q1(m/z)	Q3(m/z)
混合標準液48			混合標準液77			混合標準液63			ヘキサジノン	253.3	171.2
ピロキロン	174.2	132.2	ジクロトホス	238.1	112.2	イソプロカルブ	194.2	95.1	フェノチオカルブ	254.1	160.2
ピリメタニル	200.2	107.1	ホルモチオン	258.3	58.1	プチレート	218.2	57.1	ジメタメトリン	256.2	186.2
シメトリン	214.2	124.0	ダイアレート★	270.0	86.0	ジクロルボス	221.0	109.0	プロピザミド	256.0	173.1
クロルアファミ	224.0	172.1	シスルホトン	275.4	89.1	アセタミプリド	223.2	126.2	ペノキサコール	259.9	149.4
メビンホス	225.2	127.0	プロバホス	305.1	221.1	ペンダイオカルブ★	224.1	167.1	ジメビベレート	264.2	146.1
ジメトエート	230.0	198.9	硫酸ジスルホトン	307.0	96.8	エチオフェンカルブ	226.1	107.1	アセトクロール	270.1	148.1
プロバジン	230.2	146.2	エボキシコナゾール	330.0	101.0	メチオカルブ★	226.1	169.1	オキサジキシル	279.2	219.2
デメトン-S-メチル	231.1	89.1	ピヘニコルプトキシド	356.2	177.1	キノメチオネート	235.2	207.1	メタラキシル	280.2	220.2
カルボキシシ	236.2	143.1	レスメトリン	339.2	171.1	レナシル	235.2	153.3	メトミノストロピン	285.1	196.1
TCMTB	239.0	180.0	テトラコナゾール	372.0	70.0	エトプロホス	243.1	107.0	エトフメセート	304.1	121.1
シアナジン	241.0	214.1	シンドンエチル	394.1	107.0	ジエチオフェンカルブ	268.1	226.1	イプロベンホス	289.0	91.0
テルブトリン	242.2	186.2	フルフェンビルエチル	409.1	335.1	メトラクロー	284.2	252.2	イマザメタベンズメチル	289.2	144.1
プロヒドロジャスモン	255.2	153.3	ジオキサチオン	457.4	57.1	テルブホス	289.1	103.0	イソプロチオラン	291.3	231.2
ホレート	261.1	75.0	混合標準液79			バクプロトラゾール	294.2	70.1	トリアジメホン	294.0	197.2
アラクロー	270.0	162.0	メタミドホス	142.1	94.0	トリアジメノール	296.2	70.1	ニトータルイプロピル	313.0	167.0
イミンコナゾールデスベンジル	271.0	174.0	アセフェート	184.1	143.2	キナルホス	299.0	163.0	ホスファミドン	300.0	127.1
ジメテナミド	277.2	245.2	トリシクラゾール	190.1	163.2	メフェナセット	299.2	148.1	アザコナゾール	300.0	231.0
プロシメドン	286.0	258.0	カルバリル★	202.3	145.2	トルクロホスメチル	301.0	268.9	フルトリアホール	302.1	122.9
ベンコナゾール	284.0	159.0	フェノプロカルブ★	208.0	95.1	ビシミホスメチル	306.1	108.1	メチダチオン	302.9	85.2
ウニコナゾール-P	292.2	70.1	クロルプロファミ	214.0	172.1	フェンスルホチオン	309.2	281.0	アレスリン	303.2	135.1
スピロキサミン	298.3	144.3	ピリミカルブ★	239.2	72.1	プレチラクロー	312.3	252.2	フェナミホス	304.2	217.1
メトレン	311.2	81.0	チオベンカルブ	258.1	125.0	フルシラゾール	316.2	247.2	フェンプロピモルフ	304.2	147.2
フェンアミドン★	312.2	92.1	エスプロカルブ	266.1	91.0	フルトラニル	324.0	262.1	フルフルラソ	304.0	284.0
バタクロー	312.2	162.1	メプロニル	270.2	119.2	テニクロール	324.0	127.0	トリアレート	304.0	142.9
ジクロシメット	330.0	173.0	カスサホス	271.0	159.0	イソフェンホスオキソン	330.1	229.1	フプロフェジン	306.4	116.1
トリアホス	314.2	162.1	フェニトチオン	278.2	125.0	マラチオン	331.1	127.2	キノキシフェン	307.9	162.0
クレソキシムメチル	314.0	206.0	フェンチオン	279.1	247.1	フェナミル	331.0	268.0	プロモブチド	313.9	195.9
ヘキサコナゾール	314.1	70.0	ベンディメタリン	282.2	212.2	ジメチルピンホス	333.0	127.2	イサノホス	314.0	120.0
ジクロフェンチオン	314.9	258.9	ホスチアゼート	284.1	104.1	ピルタノール	338.0	269.0	フリメト	317.2	108.2
アジンホスメチル★	318.1	160.0	ミクロプロニル	289.0	70.0	イソフェンホス	346.0	245.0	ホスメット	318.0	160.0
フェノキサニル	329.1	302.0	シプロコナゾール	292.2	125.2	プロピコナゾール	342.0	159.0	クロルピリホスメチル	324.0	292.0
フルリドン★	330.2	310.2	ピリフェノックス	296.2	93.1	クロルフェンピンホス	358.9	99.0	ペナラキシル	326.2	148.2
ピリブチカルブ	331.1	181.1	ダイアジノン	305.1	169.1	ピリダベン	365.1	309.1	フェンプロナゾール	337.2	125.0
プタミホス	333.3	96.0	テブコナゾール	308.1	70.1	ホサロン	367.9	182.0	ピリダフェンチオン	341.3	189.1
ゾキサミド	336.0	186.9	エディフェンホス	311.2	109.0	ピリミジフェン	379.1	184.0	ジクロホップメチル	358.0	281.0
フェンプロバトリン	350.2	125.1	フェントエート	321.0	163.1	シメメトリン	435.1	193.0	オキサジアソ	362.1	220.0
カフェンストロー	351.2	100.1	ピリプロキシフェン	322.1	96.0	シハロトリン	467.1	224.9	トリブホス	315.1	169.0
シハロホップチル	358.1	300.1	EPN	324.0	296.0	フルシトリネート	469.2	412.0	プロバルギット	368.1	231.2
エトキサゾール	360.2	141.2	イプロジオン	330.2	245.2	フルバリネート	503.1	181.1	フェノトリン	351.0	183.0
ピリミノバックメチル	362.2	330.2	テブフェンピラド	334.2	117.0	チルタメトリン	523.0	281.0	ピヘロホス	354.3	170.9
アニロホス★	368.2	125.1	プロチオホス	344.9	240.9	混合標準液70			フルミオキサジン	355.1	327.0
フルキンコナゾール	376.0	307.0	クロルピリホス	350.0	198.0	XMC	180.1	123.0	オキシフルオルフェン	362.1	334.1
ピコリナフェン	377.3	238.1	ピラクロホス	361.1	257.1	シマジン	202.1	132.2	テトラクロルピンホス★	367.1	126.9
エトフェンプロックス	394.2	177.3	ペルメトリン	408.2	183.0	ジクロラン	208.2	121.1	ナプロバミド	272.1	129.3
ジフルフェニカン	395.1	266.2	ジフェノコナゾール	406.0	251.0	キノクラミン	208.0	172.0	ピラソホス	374.2	222.2
フルチアセットメチル	404.0	215.0	シラフルオフェン★	426.2	287.2	プロボキスル	210.1	111.1	プロフェノホス	375.0	305.0
スピロジクロフェン	411.1	313.0	シフルトリン	453.1	192.9	プロバクロー	212.0	94.0	トルフェンピラド	384.2	197.1
ピラフルフェンエチル	413.0	339.0	フルフェンプロックス	496.1	183.0	アトラジン	216.1	174.0	エチオン	385.1	199.1
ピフェントリン	440.1	181.2	アクリナトリン	559.0	181.0	プロバニル	218.1	162.1	フラムプロップメチル	336.1	105.0
フィプロニル	438.2	57.1				モノクロトホス	224.2	127.0	トリプロキシストロピン	409.2	186.1
						アメトリン	228.1	186.1	カルフェントラソニエチル	412.0	346.1
						ジフェナミド	240.3	134.1	フルミクロラックベンチル	441.2	308.2
						クロマソ	240.1	125.0	フルアクリリム	427.2	145.1
						プロメトリン	242.2	158.1	プロモプロピレート	410.9	209.2

過去5年間に検出された項目

★：共通12項目

表2 妥当性評価結果

混合標準液48		混合標準液63		混合標準液70		混合標準液77		混合標準液79					
○	ピロキロン	○	アニコホス★	○	イソプロカルフ	×	XMC	○	キノキシフェン	-	1-ナフチルアセトアミド	○	メタミドホス
×	ピリメタニル	-	メフェンビル-シエチル	×	プチレート	○	シマジシ	×	プロモブチド	-	クロロネブ	○	アセフェート
○	シメトリン	○	フルキンコナゾール	×	ジクロロホス	×	シクロラン	-	イソキサチオン	○	ジクロトホス	○	トリシクラゾール
-	ターバシル	○	ピコリナフェン	×	アセタミプリド	○	キノクラミン	○	イサゾホス	-	3-ヒドロキシカルボフラン	-	EPTC
×	クロルブファム	○	エトフェンブックス	○	ベンダイオカルブ★	○	プロボキスル	×	ブピリメート	×	ホルモチオン	○	カルバリル★
○	メビンホス	○	ジフルフェニカン	×	エチオフェンカルブ	○	プロバクロー	×	ホスメット	-	クロルベンジド	○	フェノブカルブ★
×	シメトエート	×	フルチアセットメチル	×	メチオカルブ★	○	アトラジン	×	クロルピリホスメチル	○	ダイアレート★	-	シメチピン
○	プロバジン	-	クロルフェナビル	×	キノメチオネート	×	プロバニル	×	ペナラキシル	×	ジスルホトン	○	クロルプロファム
○	デメトン-S-メチル	×	スピロジクロフェン	○	レナシル	-	カルボフラン	-	クロルタールジメチル	-	クロルフェンソン	○	ピリミカルブ★
×	カルボキシシ	○	ピラフルフェンエチル	×	エトプロホス	×	モノクロトホス	-	ベンフルラリン	○	プロバホス	-	チオメトン
○	TCMTB	×	ビフェントリン	○	シエチオフェンカルブ	×	アメトリン	×	フェンブコナゾール	○	硫酸ジスルホトン	-	ベンフレセート
○	シアナジン	×	フィプロニル	○	メトラクロー	×	ジフェナミド	×	ピリダフェンチオン	-	ヘルタン	○	チオベンカルブ
○	テルブトリン	-	チフルザミド	×	テルブホス	○	クロマゾン	×	ジクロホップメチル	-	フェンクローホス	-	バラチオンメチル
-	フルジオキシニル			-	δ-BHC	×	プロメトリン	×	オキサジアゾン	-	メカルバム	○	エスプロカルブ
-	4,4'-ジクロロベンゾフェノン			○	バクプロトラゾール	-	シアノホス	-	メトキシクロー	○	エボキシコナゾール	○	メプロニル
×	プロヒドロジャクサモン			×	トリアジメノール	×	ヘキサジノン	×	トリブホス	-	クロソリネート	○	カズサホス
×	ホレート			×	キナルホス	×	フェノチオカルブ	×	プロバリギット	-	クロルエトキシホス	×	フェニトチオン
○	アラクロー			×	メフェナセット	×	シメタメトリン	×	フェノトリン	○	ビヘニルブトキシド	○	フェンチオン
○	イメベンコナゾールデスベンシル			×	トルクロホスメチル	×	プロビザミド	×	ビヘロホス	×	レスメトリン	○	ベンディメタリン
○	シメテナミド			×	ピリミホスメチル	×	ペノキサコール	×	フルミオキサジン	×	テトラコナゾール	○	ホスチアゼート
×	プロシミドン			○	フェンスルホチオン	-	テクナゼン	-	テトラジホ	-	プロモホスエチル	○	ミクロブタニル
○	ベンコナゾール			×	プレチラクロー	-	プロマシル	×	オキシフルオルフェン	○	シニドエチル	-	バラチオンエチル
×	ウニコナゾール-P			×	フルシラゾール	×	ジメビレート	-	テトラクロールビンホス★	○	フルフェンビルエチル	○	シプロコナゾール
○	スピロキサミン			-	p,p'-DDE	×	アセトクロー	○	ナプロバミド	-	硫酸エンドスルファン	○	ズピリフェノックス
×	メトブレ			○	フルトラニル	-	フサライド	×	ピラゾホス	×	シオキサチオン	○	E-ピリフェノックス
○	フェンアミド★			×	テニルクロー	×	オキサジキシル	○	プロフェノホス			-	キャプタン
×	ブタクロー			×	イソフェンホスオキシソ	×	メタラキシル	×	トルフェンピラト			○	ダイアジノン
×	ジクロシメット			○	マラチオン	○	E-メトミノストロピン	○	エチオン			○	テブコナゾール
○	トリアゾホス			×	フェナミモル	○	Z-メトミノストロピン	×	フラムプロップメチル			○	エディフェンホス
×	クレソキシムメチル			×	ジメチルビンホス	-	ピンクロソリン	○	トリプロキシストロピン			○	フェンエート
×	ヘキサコナゾール			×	ピテルタノール	×	エトフメセート	○	カルフェントラゾンエチル			-	p,p-DDD
○	ジクロフェンチオン			×	イソフェンホス	×	イプロベンホス	×	フルミクロラックベンチル			×	ピロロキシフェン
×	アジンホスメチル★			×	プロビコナゾール	○	イマザメタベンズメチル	○	フルアクリピリム			×	EPN
○	フェノキサニル			-	カプタホール	×	イソプロチオラン	×	プロモプロピレート			-	クロロベンジレート
○	フルリドン★			×	クロルフェンビンホス	×	トリアジメホ					×	イプロジオン
○	ピリプチカルブ			×	ピリダベン	-	キントゼン					-	ジクロフルアニド
○	ブタミホス			×	ホサロン	×	ニトタールイソプロピル					○	テブフェンピラト
-	エタルフルラリン			○	ピリミジフェン	-	イソキサチオンオキシソ					×	プロチオホス
-	トリフルラリン			×	シヘルメトリン	×	ホスファミド					○	クロルピリホス
○	ソキサミド			-	テフルトリン	○	アザコナゾール					○	ピラクロホス
-	ビフェノックス			×	シハトリン	○	フルトリアホール					○	ヘルメトリン
-	オリザリン			×	フルシトリネート	×	メチダチオン					○	ジフェノコナゾール
○	フェンプロバトリン			×	フルバリネート	×	アレソリン					○	シラフルフェン★
○	カフェンストロー			×	デルタメトリン	○	フェナミホス					-	イメベンコナゾール
×	シハロホップチル					×	フェンプロビモルブ					-	フェンバレート
○	エトキサゾール					×	フルフルラソ					×	シフルトリン
○	Z-ピリミノバックメチル					×	トリアレート					○	フルフェンブックス
○	E-ピリミノバックメチル					×	プロプロフェジン					×	アクリナトリン

○ : 適合、× : 不適合、- : 条件設定不可

過去5年間に検出された項目

★ : 共通12項目