# ポジティブリスト制度施行後の山口県における残留農薬検査状況について

理化学部 食品・医薬品分析グループ 立野幸治、藤原美智子、津田元彦、三浦 泉

#### はじめに

食品中に残留する農薬,飼料添加物及び動物用医薬品について,一定の量(0.01 ppm)を超えて農薬等が残留する食品の販売を原則禁止する制度(ポジティブリスト制度)が,平成18年5月29日から施行された<sup>1)</sup>.

本県においては、平成15年度から食の安心・安全確保のため県内に流通する農産物の残留農薬検査を強化しているところであるが、このポジティブリスト制度の施行にあわせてさらに検査対象農薬を拡充強化することとなり、平成18年度は201農薬(平成18年9月からはヘプタクロルを追加し、202農薬)を対象に32農産物について食品衛生法に基づく収去検査を実施することとなった。

今後の効果的効率的な行政対応及び検査に資するため 実施状況と農薬の検出状況をとりまとめたので報告する.

#### 検査対象農薬の選定

ポジティブリスト制度の施行に伴い約500農薬について

食品衛生法に基づく残留基準が定められたが、検査のコスト及び検査に要する時間等を勘案し、行政部門との協議の結果、以下の4項目に農薬を分類整理し、使用実態、危害度等により、検査対象農薬を絞り込み、当面、表1に示す201農薬を検査対象とした。

なお、平成18年9月以降は、北海道産カボチャのヘプタ クロル汚染事例を受けヘプタクロルを検査対象農薬とし て追加し、202農薬を検査対象とした.

#### 農薬分類項目

- 1 山口県産農産物によく使用されていると考えられる農薬(山口県防除指針掲載農薬)
- 2 登録農薬の中で農産物によく使用されていると考えられる農薬
- 3 諸外国で残留基準が定められており外国産農産物によく使用されていると考えられる農薬
- 4 現在は使用が禁止されているが、その残留性が高いことから健康被害が危惧される農薬

# 表1.農薬分類項目別農薬リスト

# 山口県産農産物によく使用されていると考えられる農薬(山口県防除指針掲載農薬)(102農薬)

# 2 登録農薬の中で農産物によく使用されていると考えられる農薬(61農薬)

アセフェート、キャプ・タン、メタミト・ホス、XMC、アレスリン、イプ・ロヘ・ンホス、エチオン、エント・スルフアン、オキサン・アソ・ン、カルフェントラソ・ンエチル、クロルタールシ・メチル、クロルヒ・リホスメチル、シ・クロホップ・メチル、シ・クロラン、シ・フェナミト・、シマシ・ン、シ・メタメトリン、シ・メヒ。ヘ。レート、テトラクロルヒ・ンホス、ナフ。ロハ。ミト・、ヒ。リタ・フェンチオン、フサライト・、フルミオキサシ・ン、フ。ロハ。ニル、フ。ロフェノホス、フ。ロポ。キスル、ブ・ロマシル、フ・ロモフ・チト・、フ・ロモフ。ロヒ。レート、フ。ロモホス、ホスメット、メトミノストロヒ・ン、モノクロトホス、シメトリン、メフェナセット、EPN、イソフェンホス、イソフ。ロカルフ・、イフ。ロジ・オン、エスフ。ロカルフ・、エチオフェンカルフ・、エテ・イフェンホス、キノメチオネート、クロルフェンヒ・ンホス、ジ・クロルボン、ス・ジー・ロナソ・・ル、シ・メチャン・フェノフ・カルフ・、フェノフ・カルフ・、エア・カルフ・、エティフェン・ス・ド・リフ・ノックス、ヒ。リフ・ロ・フ・ロキシフェン、ヒ。リミシ・フェノフ・カルフ・、フェノフ・カルフ・、フェンチオン、フ・レチラクロール、プ・ロヒ。コナゾ・ール、デ・フェン・フェノフ・カルフ・、フェノフ・カルフ・、フェンチオン、フ・レチラクロール、プ・ロヒ。コナゾ・ールへ・ンフレセート

# 3 諸外国で残留基準が定められており外国産農産物によく使用されていると考えられる農薬(33農薬)

アセトクロール、イサゾ、ホス、エトフメセート、エトプ。ロホス、オキシフルオルフェン、キナルホス、キノキシフェン、キントセ゛ン、クロマソ゛ン、チオメトン、テクナセ゛ン、トリアレート、ニトロタールイソ プ。ロヒ゜ル、ノルフルラソ゛ン、ヒ゜へ。ロホス、ヒ゜ラソ゛ホス、ヒ゜リミカーブ、、ヒ゛ンクロゾ゛リン、フェナミホス、フェノトリン、フェンフ゜ロヒ゜モルフ、フ゛チレート、フ゛ヒ゜リメート、 フルシラソ゛ ール、フルトリアホール、ヘキサシ゛ノン、ヘ゛ナラキシル、ヘ゜ンコナソ゛ール、ヘ゛ンタ゛イオカルフ゛、ヘ゛ンフルラリン、ホスファミト゛ン、メチオカルフ゛、メトキシクロール

### 4 現在は使用が禁止されているが、その残留性が高いことから健康被害が危惧される農薬(5農薬)

BHC, DDT, ディルドリン(アルドリン含む), パラチオン, パラチオンメチル

#### 農薬標準品, 試薬等

農薬標準品は、精度管理及びコストを勘案し、関東化学株式会社製農薬混合標準液22,31,34を使用し、これにないものは関東化学株式会社及び和光純薬工業株式会社製の単品の農薬標準品から1000μg/mlのヘキサン又はアセトニトリル溶液を調製し、適宜アセトン又はメタノールで希釈し使用した。

アセトン, アセトニトリル, トルエンは, 関東化学株式会社製残留農薬用5000を, メタノール, 水は和光純薬工業株式会社製LC/MS用を使用した.

# 検査方法

実施する検査は食品衛生法に基づく収去検査であり、 農産物の流通特性から、一週間程度で食品衛生法違反が 判断可能な検査結果を得る必要がある.

このため、超臨界抽出・GC/MS一斉試験法 <sup>2~ 4</sup>、固相抽出・LC/MS/MS一斉試験法 <sup>5)</sup> 及び厚生労働省が個別に検査法を示した農薬については当該検査法 <sup>5)</sup> で検査を実施することとし、検査標準作業書、機械・器具等の検査体制を整備し、年間を通じて搬入される食品衛生法に基づく200検体の収去検査に対応することとした.

以下に、超臨界抽出・GC/MS-斉試験法及び固相抽出・LC/MS/MS-斉試験法の概要を示す。

なお、超臨界抽出・GC/MS一斉試験法においては、農産物のマトリックスによる妨害が考えられることから2台のGC/MSに液相の異なるカラムを使用し、昇温条件等を変え確認することとした.

#### 1 超臨界抽出・GC/MS一斉試験法概要

- (1) 装置
  - ・超臨界流体抽出装置 (ISCO社製FSX220)
  - ガスクロマトグラフ/質量分析計(GC/MS) Agile nt5973N及びAgilent5973(アジント・テクノロジー株式会 社製)
  - ・グラインドミックスGM200(Retsch製)
- (2) 超臨界抽出装置条件

CO<sub>2</sub> 圧力: 2000 psi, 抽出カートリッシ 温度: 40℃, リストリクター温度: 60℃, 静的抽出15分, 動的抽出70 mL, 抽出物捕集溶媒: アセトン

(3) GC/MS条件

Agilent5973N

カラム:DB-XLB 0.25mm  $\phi$  × 30m, 膜厚0.10  $\mu$  m カラム温度80 $^{\circ}$ C(1分)  $-20^{\circ}$ C/分 $-140^{\circ}$ C(0分)  $-4^{\circ}$ C /分 $-200^{\circ}$ C(0分)  $-8^{\circ}$ C/分 $-300^{\circ}$ C(5分),注入口モード: $^{\circ}$  ルスト スプ リットレス,注入口圧力:15.60 psi,パルス圧:30 psi, $^{\circ}$  ルス時間 1.00分, $^{\circ}$  -ジ 流量:50 mL

/分, パージ時間:1分, 注入口温度230℃, 注入量2 μ L

Agilent5973

カラム:HP-5MS 5%Phenyl Methyl Siloxane 0.25 mm $\phi \times 30$  m, 膜厚0.25  $\mu$  m カラム温度80 $^{\circ}$ C(2分)  $-30^{\circ}$ C/分 $-180^{\circ}$ C(5分)  $-3^{\circ}$ C/分 $-260^{\circ}$ C(10分)  $-30^{\circ}$ C/分 $-300^{\circ}$ C(2分),注入口モード: $\wedge^{\circ}$  ルスト スプ リットレス,注入口圧力:9.06 psi, $\wedge^{\circ}$  ルス圧:30psi, $\wedge^{\circ}$  ルス時間1.50分, $\wedge^{\circ}$  -ジ 流量:50 mL/分, $\wedge^{\circ}$  -ジ 時間:1.45分,注入口温度250 $^{\circ}$ C,注入量3  $\mu$  L

(4) 検査対象農薬表2に示す185農薬(217農薬成分)

#### (5) 試験溶液の調製法

約1kgの搬入された農産物をレッチェ粉砕器で均一に粉砕した後,2gを50mlガラスビーカーに分取し,アセトン溶液を0.2ml加え,吸水剤としてWetsuport (ケイソウ土)3gを加え混合した後,超臨界抽出用カートリッジ(事前に球形砂0.8gを入れたもの)に充填し、充填後表面から0.5mmまで球形砂を加えフタをしめる.超臨界流体抽出装置にセットし,(2)超臨界抽出装置条件により抽出し,アセトン20mlで捕集する.これを減圧濃縮し窒素気流中で乾固した後,アセトン1mlに溶解し試験溶液とした.

## (6) 検量線

検量線は、(5)試験溶液の調製と同様に処理した検査対象の農産物抽出物に、関東化学株式会社製農薬混合標準液22,31,34及び単品の農薬標準液を混合し、調製した185農薬混合標準アセトン溶液を適宜希釈したもの1mlを加え、検量線作成用試験溶液とした。

(7) GC/MSによる定性・定量測定 定性は、SCANモードに設定したメソッドで行い、 定量はSIMモードで設定したメソッド2種類を作成し 実施した. 各農薬成分のモニターイオンは厚生労働 省通知<sup>5)</sup>を参考にし、表2. GC/MS検査対象農薬成分 名及び測定付いのとおりとした.

#### (8) 分析值

農産物ごとに3nの添加回収試験を行い、回収率70~120%、RSD20%以下の農薬について、原則3n以上の併行抽出の測定結果の平均値を分析値とした.

表2. GC/MS検査対象農薬成分名及び測定イオン

	メソッド1	測定イオン(m/z)			SIMメソッド2	涯	測定イオン(m/z)		
No	農薬成分名	定量イオン	定性イオン1		No 農薬成分名	定量イオン		定性イオン2	
	α−BHC	219	221	183	1 XMC	122	77		
	β –BHC	219	221	183	2 Eーメトミノストロピン	238	191		
	γ-BHC	219	221	183	3 Zーメトミノストロピ <sup>*</sup> ン	191	238		
	δ-BHC	219	221	183	4 α-エント・スルファン	339	241		
	EPN	185	323	100	5 β-エント・スルファン	195	339		
	o, p-DDT	235	165	199	6 アセトクロル ス マレニン・ハ	223	269		
	p, p' -DDD	235 316	237 318		7 アトラジン	215	200 212		
	p, p' -DDE p, p-DDT	235	165	199	8 アメトリン 9 アラクロール	227 188	160		
	ρ, pーυυ i α ークロルフェンヒ <sup>*</sup> ンホス	323	267	199	9 アクタロール 10 アルト・リン	263	293		
	β ークロルフェンヒ <sup>*</sup> ンホス	323	267		10 7ルド リン	123	136		
	アクリナトリン	208	181		12 /サy* ホス	161	313		
	アセタミフ゜リト・	152	221	207	13 イソキサチオン	313	105		
	アセフェート	136	94	20,	14 イソフ゜ロチオラン	290			
	イソフェンホス	255	213		15 イフ゜ロヘ・ンホス	204			
	イソフ゜ロカルフ゜	136	121		16 ウニコナソ・ール	234			
	イプ ロシ オン	314	316		17 エチオン	231	384		
	イミヘ* ンコナソ* ール	375	412	253	18 エトキサソ・ール	330	300		
	エスフ゜ロカルフ゜	222	162		19 エトフェンフ゜ロックス	163	135		
	エチオフェンカルフ・	168	107		20 エトフメセート	286	207		
	エテ・ィフェンホス	310	173	109	21 オキサシ・アソ・ン	175	344		
	エトフ゜ロホス	200	158		22 オキサシ・キシル	163	278		
23	カス <sup>*</sup> サホス	158	159		23 オキシフルオルフェン	252	361		
24	カルハ*リル 1	144	115		24 カルフェントラソ・ンエチル	312	411		
25	カルハ* リル2	144	115		25 カルホ・フラン	164	149		
26	キナルホス	298	241		26 キノキシフェン	237	307		
27	キノメチオネート	234	206		27 キノクラミン	172	144		
28	キャフ゜タン*	79	149		28 キントセ <sup>*</sup> ン	237	295		
29	クロルヒ゜リホス	314	316		29 クレソキシムメチル	206	131		
30	クロルフ゜ロファム	213	171		30 クロマソ・ン	125	204		
31	シ゛エトフェンカルフ゛	267	225		31 クロリタールシ・メチル	301	332		
32	シ゛クロルホ゛ス	220	185		32 クロルヒ゜リホスメチル	286	125		
	シハロトリン1	208	197	181	33 クロルフェナヒ゜ル	247	328		
	シハロトリン2	208	197	181	34 クロロタロニル	266	299		
	ジフェノコナゾール1	323	325		35 シ <b>アナシ</b> ・ン	225	212		
	ジフェノコナゾール2	323	325		36 シアノホス	243	109		
	シフルトリン1	163	165	206	37 ジクロホップメチル	340	253		
	シフルトリン2	163	165	206	38 ジクロラン	206	176		
	シフルトリン3	163	165	206	39 ジフェナミド	239	167		
	シフルトリン4	163	165	206	40 シマシ ン (CAT)	201	186		
	シフ゜ロコナソ゛ール シヘ゜ルメトリン1	222 163	139 165	209	41 ジメタメトリン 42 ジメテナミド	212 230	255 154		
	シヘ ルメトリン2	163		209		125	87		
	シヘ ルメトリン3	163	165 165	209	43 ジメトエート 44 シメトリン	213	170		
	シヘ゜ルメトリン4	165	163	209	44 シメトリン 45 ジ・メヒ・ヘ・レート	119	145		
	シ゛メチヒ゜ン	118	54	209	46 スピ ロジ クロフェン	312	259		
	シ゚メチルピンホス	295	297		47 f* (NF 11)	263	23 <del>3</del> 277		
	シラフルオフェン	286	258	179	48 テクナセ <sup>*</sup> ン	215	261		
	タ・イアシ・ノン	304	137	173	49 テトラクロルヒ <sup>*</sup> ンホス	329	331		
	チオヘ・ンカルフ・	257	100	72	50 テトラジ・オン	356	227		
	チオメトン*	125	88	,_	51 トリアシ <sup>・</sup> メホン	208	27		
	テニルクロール	288	127		52 トリ <b>ア</b> レート	268	86		
	ァールァー ル テフ・コナソ・ール	250	125		53 トリフルラリン	306	264		
	テフ・フェンヒ。ラト・	333	318		54 トリフロキシストロピン	116	222		
	テフルトリン	177	197		55 トルフェンピラド	383	197		
	テ <sup>*</sup> ルタメトリン	253	255		56 ナプ ロハ ミト	271	128		
	テルフ・ホス	231	57		57 ニトロタールイソフ°ロヒ°		254		
	トリアシ・メノール1	168	112		58 ノルフルラゾン	303	145		
	トリアシ・メノール2	168	112		59 ピ フェントリン	181	166		

表2. GC/MS検査対象農薬成分名及び測定イオン

S	I	M	X	ソ	ッ	۴	1	

SIMメソッド2

No	農薬成分名	測定イオン(m/z)			No	農薬成分名	測定イオン(m/z)			
NO E		定量イオン	定性イオン1	定性イオン2			定量イオン		定性イオン	
	トリシクラソ・ール	161	189			ヒ゜へ゜ロホス	320	140		
	トルクロホスメチル	265	267			ピ ラゾ ホス	221	373		
	パクロプトラソ゚ <b>ール</b>	236	167			ピラフルフェンエチル	412	349		
	<b>パ ラチオン</b>	291	263	235		ピリダフェンチオン	340	199		
64	<b>パラチオンメチル</b>	263	233	125	64	ヒ゜リメタニル	199	198		
65	ハルフェンフ゜ロックス	263	265		65	ピンクロソ゚リン	285	213		
66	ヒ・テルタノール1	170	141			フィフ゜ロニル	369	367	3!	
67	ヒ・テルタノール2	170	141		67	フェナミホス	303	217		
68	ヒ゜ラクロホス	360	194		68	フェノチオカルフ゜	72	160		
69	ピリダベン	147	148	132	69	フェノトリン1	183	123		
70	ピリフェノックス1	262	264		70	フェノトリン2	183	123		
71	ピリフェノックス2	262	264		71	フェンフ゜コナツ゜ール	198	129		
72	ピリプロキシフェン	226	136		72	フェンフ゜ロハ゜トリン	181	265		
73	ピリミカーブ	238	166		73	フェンフ゜ロヒ゜モルフ	128	303		
74	ピ リミジ フェン	184	186		74	フサライト・	243	272		
75	ヒ゜リミホスメチル	305	290		75	プ <sup>*</sup> タミホス	286	200		
76	フェナリモル	330	251		76	ブ゛ピ リメート	273	316		
77	フェニトロチオン	277	260		77	ププロフェジン	305	249		
78	フェノフ・カルフ・	150	121		78	フルアクリヒ゜リム	320	426		
79	フェンチオン	278	125		79	フルオルイミト・	259	180		
80	フェントエート	274	246		80	フルシ・オキソニル	248	154	1:	
81	フェンハ・レレート1	225	167		81	フルトリアホール	219	164		
82	フェンハ・レレート2	225	167		82	フルミオキサシ・ン	354	287		
83	プ・ <b>チ</b> レート	217	174	156	83	プロシミドン	283	96		
84	フルシトリネート1	199	157		84	プ゜ロハ゜ニ <b>ル</b>	161	163	2	
85	フルシトリネート2	199	157		85	プロパルギット1	173	350		
86	フルシラソ・ール	233	206		86	プロパルギット2	173	350		
87	フルトラニル	323	281		87	プロピザミド	173	254		
88	フルハ* リネート1	250	252	502	88	<b>プロフェ/ホ</b> ス	339	374		
89	フルハ* リネート2	250	252	502	89	<b>プロポキスル</b>	110	152		
90	プ゜レチラクロー <b>ル</b>	238	262		90	<b>プロマシル</b>	205	207		
	プ <sup>°</sup> ロチオホス	309	267		91	プ ロメトリン	241	226		
92	プロピコナゾール1	259	261		92	プロモプチド	232	119		
	プロピコナゾール2	259	261			プロモプロピレート	341	183		
	ペルメトリン1	183	163			プ <sup>°</sup> ロモホス	331	329		
95	ペルメトリン2	183	163		95	ヘキサコナソ* ール	214	83		
96	へ ンタ・イオカルフ・	166	151			<b>ヘキサシ</b> ・ノン	171	128		
	ヘ゜ンテ゛ィメタリン	252	281		97	へ ナラキシル	148	206		
	ペンフレセート	256	163			ペンコナゾール	248	158		
	オサロン	367	182			^* ンフルラリン	292	264		
	<b>ホスチアセ゚−ト1</b>	195	283			<b>ホスファミト・</b> ン	264	127		
	<b>ホスチアセ⁺</b> −ト2	195	283			ホスメット	160	317		
	マラチオン	173	125	127		メタラキシル	206	279		
	ミクロフ・タニル	150	179	- <b>-</b> -		メチタ・チオン	145	125		
	メタミト* ホス*	141	94			メトキシクロール	227	228		
	メチオカルフ	168	153			モノクロトホス	127	192		
	メトラクロール	238	162			ヘフ・タクロル	272	337		
	メフェナセット	192	120			へフ゜タクロルエホ゜キサイト * A	353	351		
	メン。ロニル	269	119			^7° \$70\nu + 771\nu A	353	351		
	レナシル	153	110		100	* ************************************	550	001		

# 2 固相抽出・LC/MS/MS一斉試験法概要

#### (1) 装置

- 液体クロマトグラフ/質量分析計(LC/MS/MS)
  API2000(77° ライドバイオシステムズジャパン株式会社製),
  Agilent1100(アジレント・テクノロジー株式会社製)
- ・ グラインドミックスGM200(Retsch製)
- EXCEL AUTO HOMOGENIZER ED-7(日本精機株式会社製)

# (2) 検査対象農薬表3に示す17農薬(18農薬成分)

### (3) 装置条件

・ 液体クロマトグラフ

カラム: Cadenza CD-C18, 極 3μm, 極3.0 mm、長さ150 mm (インタクト株式会社製), カラム温度: 40℃, 移動相: A 液及びB 液について下表の濃度勾配で送液した.

移動相流量: 0.20 mL/分 A 液:5mmo1/L 酢酸アンモニウム水溶液

B 液:5mmo1/L 酢酸アンモニウムメタノール溶液

IV - OHIHOT / D	LHY / C C - /	PI) / / / MIIIN
時間(分)	A液(	(%) B液 (%)
0	85	15
1	60	40
3.5	60	40
6	50	50
8	45	55
17. 5	5	95
30	5	95

• 質量分析計

イオン化モード: エレクトロスプレーイオン化法(ESI)

測定モード: MRM

検査対象農薬のプレカーサーイオン, プロダクトイオンは, 厚生労働省通知に $^5$ ) 準じ設定し, インフュージョンにより各農薬の $1\mu$ g/ml溶液を用いdeclustering potential (DP電圧), collision energy(CE電圧) 等を最適化した. 詳細は表3のとおり

表3. 固相抽出・LC/MS/MS一斉試験法対象農薬及び条件

農薬成分名	ESI	プレカーサーイオン (m/z)	プロダクトイオン (m/z)	プロタ・クトイオン (m/z)	DP*	CE**
イミダクロプリド	pos i	256	209	175	16	21
インドキサカルブ	pos i	528	150	203	81	37
オキサミル	posi	237	126	90	6	23
キザロホップエチル	posi	373	299	255	66	25
クロチアニジン	pos i	250	169	132	16	19
クロマフェノジド	pos i	395	175	147	46	25
シアゾファミド	pos i	325	108	261	11	23
シフルフェナミド	pos i	413	295	241	46	23
ジフルベンズロン	pos i	311	158	141	31	19
シプロジニル	pos i	226	93	108	41	47
シメコナゾール	posi	294	70	73	21	37
チアクロプリド	pos i	253	126	90	26	27
チアメトキサム	pos i	292	211	181	16	19
テブフェノジド	pos i	353	133	297	51	23
トリフルミゾール	posi	346	278		1	17
トリフルミゾール(代謝物)	pos i	295	215		26	29
ヘキシチアゾクス	pos i	353	228	168	21	21
リニュロン	pos i	251	162	182	21	25
	*	: DP:decluste	ring potential	(DP電圧)	•	

<sup>\*\*:</sup> CE:collision energy(CE電圧)

#### (4) 検量線

検査対象農薬それぞれを精秤し、1000 ppmアセトニトリル溶液を作成した. 検査実施時にこれらを混合し、20 ppmメタノール混合標準液を調製した後、適宜希釈し、検査対象農薬がないことを確認した農産物抽出物に加え検量線作成用試験溶液とした.

#### (5) 試験溶液の調製法

試験溶液の調製は、厚生労働省通知<sup>5)</sup> に準じた. グラファイトカーボン/アミノプロピルシリル化シリカゲル積層ミニカラム(500 mg/500mg)は、ジーエルサイエンス株式会社製GL-Pak2層カートリッジを用いた.

# (6) 分析值

農産物ごとに3nの添加回収試験を行い、回収率70~120%、RSD20%以下の農薬について、原則3n以上の併行抽出の測定結果の平均値を分析値とした.

なお, 0.001 ppmまで測定し, 0.01 ppm未満をTrとした.

### 検査実施農産物

検査検体として搬入された農産物は、表4に示す 32農産物200検体であった。

表4. 検査実施農産物件数

No. 農産物名	総計	国産	輸入
1 青ねぎ	4	4	
2 いちご	6	6	
3 いよかん	4	4	
4 温州みかん	6	6	
5 かき	6	6	
6 かぶ	6	6	
7 キャベツ	6	6	
8 きゅうり	8	8	
9 グリーンアスパラガス	4	4	
10 グレープフルーツ	6		6
11 さといも	4		4
12 しゅんぎく	6	6	
13 しょうが	6	4	2
14 すいか	6	6	
15 だいこん(根)	10	10	
16 たまねぎ	10	10	
17 チンゲンサイ	6	6	
18 トマト	12	12	
19 なす	6	6	
20 日本なし	6	6	
21 はくさい	6	6	
22 はなっこりー	4	4	
23 ばれいしょ	6	6	
24 ピーマン	12	12	
25 ぶどう	4	4	
26 ブロッコリー	6	5	1
27 ほうれんそう	6	6	
28 もも	6	6	
29 りんご	6	6	
30 レタス	6	6	
31 れんこん	4	4	
32 冷凍ほうれんそう	6		6
計	200	181	19

# 結果

平成18年度に搬入のあった32農産物のうち青ねぎ, いちご, いよかん, かき, キャベツ, きゅうり, グリーンアスパラガス, グレープフルーツ, しゅんぎく, すいか, だいこん(根), たまねぎ, チンゲンサイ, トマト, 日本なし, ピーマン, ぶどう, ブロッコリー, ほうれんそう, もも, りんご, レタス, 冷凍ほうれんそうの23農産物から58農薬が検出された.

表5に、農薬検出状況を示した.

残留基準を超えて検出された農薬は、しゅんぎく1 検体から検出されたフェンプロパトリンだけであり、 ほとんどが残留基準を大幅に下回るものであった.

なお,食品衛生法違反となったしゅんぎくについて は行政対応がとられ,速やかに自主回収措置等がとら れた.

表 5. 農産物別農薬残留状況 (平成18年度)

農産物名	国産・輸 <i>。</i> の別	入 検体数 検出数	農薬名	分析値*1 (ppm)	残留基準値*
青ねぎ	国産		オキサジキシル	0. 01 0. 01	5
いちご	国産		<u>フルトラニル</u> アセタミプリド	0.01	2. 0 5
	国庄		アピスミングド   エトキサゾール	0. 21	1
			クレソキシムメチル	0. 13	5
			ジクロルボス	Tr	0.3
			3 テブフェンピラド	0. 01 0. 02 0. 23	1
			トリフルミゾール	0.06	2.0
		1	ビテルタノール	Tr	1.0
			フェノブカルブ	0. 22	2. 0
			? ヘキシチアゾクス	0. 01 0. 02	2
			ミクロブタニル	0. 02	1.0
いよかん	国産		フェニトロチオン	0. 30	2. 0
			? フェノチオカルブ	0. 10 0. 23	0.5
			プロパルギット	0.14	3
., +	- 日本		メチダチオン 	0. 02 0. 04 0. 05 0. 19	5
かき	国産		エトフェンプロックス   カレッキミ・/	0. 04	2 5
			クレソキシムメチル  シペルメトリン	Tr 0. 01	2. 0
キャベツ	国産		アセフェート	0.06	5. 0
F777	国连		メタミドホス	0.00	1.0
きゅうり	国産		ークスミビホへ   アセタミプリド	0.14	5
- 19 7 7	四庄	-	クレソキシムメチル	0. 02	0.5
			クロチアニジン	0. 01	2
			チアメトキサム	Tr	0. 5
		1	トリフルミゾール	0. 01	1
		2	2 ピリダベン	Tr 0.11	1
		3	3 プロシミドン	0. 03 0. 03 0. 05	5
		5	<b>・ホスチアゼート</b>	0. 01 0. 01 0. 01 0. 02 0. 02	0. 2
			<b>i</b> メタラキシル	0. 01 0. 01 0. 03 0. 03 0. 28	2
			モノクロトホス	0. 01	0. 05
ブリーンアスパラガス	、国産		クロルフェナピル	Tr Tr 0.01 0.02	3
<u>-0</u>	+4 7		ペルメトリン	0. 01	3
ブレープフルーツ	輸入		クロルピリホス 	0. 01	1
			? トリフロキシストロビン	0. 01 0. 02	0.3
			I ピリプロキシフェン │フルバリネート	0. 01  0. 01  0. 01  0. 02 0. 01	0. 5 2. 0
			フルバッホート   メチダチオン	0. 01	5
しゅんぎく	国産		- <u>クテステオン</u> - クロルフェナピル	0.02 0.03	3
C1970 C \	当庄		フェルフェア こル   フェンプロパトリン	2. 24	0. 01
<b>すいか</b>	国産		? エトキサゾール	0.01 0.02	0.1
, • ,•	<b>—</b> /		、	0. 01	0. 2
ざいこん(根)	国産		クロルピリホス	Tr	0.5
	——		3 ジクロルボス	Tr Tr 0.01	0. 1
		1	ジメトエート	0. 03	1
			ホスメット	Tr	1
			メタミドホス	Tr	0. 5
<u>たまねぎ</u>	国産	10 2	? メタラキシル	0. 01 0. 05	2
チンゲンサイ	国産		シペルメトリン	0. 01	5. 0
			メタラキシル	0. 01	2.0
トマト	国産		<b>・アクリナトリン</b>	0. 01	0.5
			? イプロジオン	0. 01 0. 03	5. 0
			イミダクロプリド   エトコーンプロックス	0.04	1
			3 エトフェンプロックス   カロエヌージン	0. 09 0. 04 0. 02	2
			クロチアニジン  ジエトフェンカルブ	0. 01 0. 01	2 5. 0
			チアクロプリド }トリフルミゾール	0. 04 0. 01  0. 04  0. 04	1 2. 0
			3トリフルミソール  フルジオキソニル	0.01 0.04 0.04	2. 0 2
			・フルシィ ヤノール ? プロシミドン	0. 01	5
			: プロジミトン   ペルメトリン	0. 03 0. 04	1.0

表 5. 農産物別農薬残留状況 (平成18年度)

農産物名	国産・輸 の別	入 検体数 検出数	女 農薬名	分析値*1 (ppm)	残留基準値*2
			1 メタミドホス	0. 03	2. 0
日本なし	国産	6	2 イプロジオン	Tr Tr	10
			3 クレソキシムメチル	Tr 0.01 0.03	5
			1 クロルピリホス	0. 06	0. 5
			1 クロルフェナピル	0. 01	1
			1 シアノホス	0. 01	0. 2
			1 ジフェノコナゾール	0. 01	1
			1 シペルメトリン	0. 06	2. 0
			1 ダイアジノン	Tr	0. 1
			1 フェンバレレート	0. 01	2. 0
			2 プロチオホス	0. 01 0. 01	0. 1
- 0			1 メプロニル	Tr	2.0
ピーマン	国産		2 アセタミプリド	0. 13 0. 83	5
			1 クレソキシムメチル	0. 02	2
			3 クロルフェナピル	0. 02 0. 11 0. 15	1
			2 シプロジニル	0. 01 0. 01	0. 5
			1 シペルメトリン	0. 05	2
			1 フェナリモル	0. 02	0. 5
			1 プロシミドン	Tr	5
			1 ペルメトリン	0. 01	3
			1 メタラキシル	0. 02	2
	=÷		2 モノクロトホス	Tr 0.01	0.05
ぶどう	国産		1 イプロジオン 1 イス ギャーポルド	0. 07	25
			1 イミダクロプリド	0. 01	3
			2 クレソキシムメチル	0. 03 0. 11	15
			1 クロチアニジン 1 ショプロジョッ	0. 08	5 5
			1 シプロジニル 2 ダスマジスン	0. 02	0. 1
			2 ダイアジノン	0. 01 0. 01	
			1 フルバリネート	0.11	2. 0
ブロッコリー	<u>国産</u>		1 クロルタールジメチル	0. 02	4
ほうれんそう	国産		1 イミダクロプリド	0. 02	5
1 1	- 日本		1 リニュロン	0. 02	0. 2 5
もも	国産	-	1 アセタミプリド	0. 09	
			1 イプロジオン	Tr	10
			1 クレソキシムメチル 1 エスカロプリド	Tr T-	1
			1 チアクロプリド	Tr T-	1
			1 フェニトロチオン 1 ゴプロコージン	Tr 0. 01	0. 2
			1 ブプロフェジン 1 エックローキス		1
1/ =	FD 在		<u>1 モノクロトホス</u> 3 キャプタン	Tr 0. 01 0. 01 0. 01	0. 01 5. 0
りんご	国産				5.0
			3 クレソキシムメチル	Tr 0.01 0.01 0.01 0.01	5 1
			2 クロチアニジン		
			4 クロルビリホス	Tr 0.01 0.01 0.02 0.01 0.01	1.0
			2 シハロトリン		0.4
			2 シフルトリン 2 チアクロプリド	0. 01  0. 02 Tr  0. 02	1. 0 2
			2 テァクロフリト 3 トリフロキシストロビン	Tr 0.02 0.16	3
			3 トリフロインストロピン 4 フェンプロパトリン	0. 01 0. 04 0. 06 0. 29	5 5
			4 フェンフロハトリン 1 フルアクリピリム	0. 01 0. 04 0. 06 0. 29 Tr	2
			7 プロチオホス	0. 01 0. 03	0.3
			Z プロチオホス プロパルギット	0. 01 0. 03 0. 17	0. 3 3
令凍ほうれんそう	輸入	6	<u></u>	Tr 0.01 0.01 0.01 0.02 0.02	<u> </u>
pxはりれんでう	# 八		0 1 ミダクロノット 1 ピリメタニル	0.01	0. 01
レタス	国産		<u>  ヒリメダール</u> 2 イプロジオン	0. 01 0. 03	10
ノテヘ	<b>当</b> 生		2 イプロンオン 1 イミダクロプリド	0. 01 0. 03 0. 02	5
			1 イミダクロノット 2 プロシミドン	0. 02 Tr 0. 01	5
	*1 Tr · 0		4 ノロンミドン	11 0.01	J

<sup>\*1</sup> Tr: 0.01ppm未満

## 考察

平成18年度の農薬検出状況は、表6に示したポジティブリスト制度施行前の農薬検出状況と比べ、農産物ごとに検出される農薬の種類は、産地等が異なっていることもあり変動しているが、検出されたほとんどの農薬については、残留基準値を大幅に下回っている.

農薬取締法に基づく登録保留基準が遵守されれば, 国内で生産され県内を流通する農産物については、おおむね食品衛生法に基づく残留基準は遵守されると考えられる. しかし、平成15年度から平成18年度の4年間で残留基準を超過した事例4件においては、生産者の誤使用によったものと推定され、続発する可能性もあり、また使用される農薬は気候変動等により変動することから使用状況等を的確に情報収集し、他都道府県市での農薬検出状況を勘案し、今後も検査対象農産物、農薬を変更しながら継続的に検査を実施する必要があると考えられた.

(この調査報告は、平成15年度・平成16年度・平成17 年度・平成18年度生活衛生課「食品中の農薬残留実態

<sup>\*2</sup> 残留基準値で一律基準値が適用されるものについては、0.01を記載

調査」をとりまとめたものである.)

文献

- 1) 「食品衛生法等の一部を改正する法律」平成15年法 律第55号,平成15年5月30日交付
- 2) 厚生省生活衛生局食品化学課長通知 "残留農薬迅速 分析法の利用について"平成9年4月8日, 衛化第43号.
- 3) 飛野敏明,松下 豪,木庭亮一,西名武士,杉村千 佳夫:熊本県保健環境科学研究所報.31,50~55(20

01)

- 4) 西名武士,村上 弘,福島孝兵,飛野敏明:熊本県保健環境科学研究所報.33,31~37(2003)
- 5) 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(一部改正)"平成17年11月29日,食安発第1129002号(2005)

表 6. 農産物別農薬残留状況(平成15年度~平成17年度)

農産物名	検査年度	国産・輸入の別	検体数	検出数	農薬名	分析値(ppm)	残留基準*
青ねぎ	H15	国産	6	1	イプロジオン	0.02	5.0
いちご	H15	 国産	6	<u> </u> 1	<u>シペルメトリン</u> イプロシ゛オン	0.07 0.34	5.0 20
V5C	1110	日庄	J	i	シブクロルホズス	0.3	0.3
				1	テブブェンヒ <sup>°</sup> ラト゛	0.01	1
				2	ヒ゛テルタノール	0.03 0.12	1.0
				2	ミクロブタニル	0.03 0.05	1.0
	H16	国産	4	1	アクリナトリン	0.03	2
				1	ヒ゛テルタノール	0.08	1.0
				1 1	フェナリモル フルハ゛リネート	0.10 0.02	1.0 1.0
				i	プロシミトン	0.11	10
				i	ヘ・ルメトリン	0.03	1.0
				1	ミクロブダニル	0.11	1.0
えだまめ	H17	国産	4	1	エトフェンフ・ロックス	0.53	5
				1	クロロタロニル	0.08	_
オレンジ	H17	輸入	6	3	クロルヒ゜リホス	0.02 0.03 0.12	1
4. +		园 本		2	<u> ピリプロキシフェン</u>	0.01 0.02	0.5
かき	H15	国産	5	2	シヘ・ルメトリン	0.02 0.06	2.0
				2 1	シラフルオフェン フェンバレレート	0.02 0.06 0.03	2 1.0
	H16	国産	4	i	シラフルオフェン	0.03	2
	H17	国産	4	i	シラフルオフェン	0.06	2
かぼちゃ	H16	輸入	8	i	ミクロブタニル	0.04	1.0
キウイー	H16	国産	4	1	イプロジオン	0.01	5.0
	H17	国産	3	1	イプロジオン	0.02	5
				2	クレソキシムメチル	0.01 0.04	1
	H18	国産	4	2	イプロジオン	0.03 0.06	5.0
- · · · · · · · · ·	1110			1	クレソキシムメチル	0.01	11
キャベツ	H16 H17	国産	4 8	1 1	プロシミトン	0.02 0.05	2
きゅうり	H16	国産 国産	4	<del></del>	<u> プロシミドン</u> プロシミドン	0.05	<u>2</u> 5
グレープフルーツ	H16	—— <u>国</u> 堡—— 輸入	6	3	カルバリル	0.11 0.13 0.15	
,,,,,,,,	1110	TOUZ	·	1	クロルヒ <sup>°</sup> リホス	0.06	1
	H17	輸入	8	1	カルハ゛リル	0.09	_
冷凍さといも	H16	輸入	5	1	BHC	0.01	0.2
しゅんぎく	H16	国産	5	1	アセタミプリト゛	1.04	_
	H17	国産	4	1	クロルフェナピル	0.13	_
+*1 > - /		en 去	10	1	<u>ホスチアセ゛ート</u>	0.71	- 0.1
だいこん	H15	国産	10	1	シ゛クロルホ゛ス	0.01	0.1
チンゲンサイ	H17	国産	4	<u>2</u> 1	<u>ホスチアセ゛ート</u> アセタミフ゜リト゛	0.19 0.57 0.02	0.2
とまと	H16		6	1		0.02	5.0
C&C	1110	日庄	J	i	エトフェンフ・ロックス	0.01	2
	H17	国産	6	1	クロルフェナヒ゜ル	0.01	_
				1	プロシミトン	0.18	5
なす	H15	国産	6	1	フルハ゛リネート	0.07	0.5
	H16	国産	6	1	EPN	0.25	0.1
				1	クロロタロニル	0.04	2
				1	<u>テフ`フェンピラト`</u>	0.02	0.5
日本なし	H15	国産	6	1	イプロジオン	0.01	10
	H16	国産	4	1	クレソキシムメチル	0.02	5
				1	シヘ゜ルメトリン	0.02	2.0
				1	プロチオホス	0.02	0.1
	H17	国産	4	1	クレソキシムメチル	0.06	5
	,	口圧	•	1	クロロタロニル	0.07	0.5
	1110	e ÷		1	シヘ゜ルメトリン	0.01	2.0
<u>にんじん</u> パイナップル	H16 H17	<u>国産</u> 輸入	4	1 2 1	ンヘ ルメトリン フ <sup>°</sup> ロシミト・ン トリフルミソ・ール	0.01 0.02 0.02 0.02	0.5 2.0

表 6. 農産物別農薬残留状況(平成15年度~平成17年度)

農産物名		国産・輸入の別	検体数	検出数	農薬名	分析値(ppm)	残留基準*
はくさい	H15	国産	12	1	キャプタン	0.06	
				5	フェンハ・レレート	0.01 0.04 0.06 0.76 0.93	3.0
				2	マラチオン	0.01 0.01	2.0
		<b>二</b>		1	イプロジオン	0.01	5.0
	H16	国産	6	1	フェンバレレート	0.04	3.0
バナナ	H17	輸入	4	1	イプロジオン	0.35	10
				1	クロルヒ゜リホス	0.01	3 –
				1	クロルフェナヒ <sup>°</sup> ル シ゛フェノコナソ゛ール	0.02 0.03	0.5
ピーマン	H15	国産	6	3	<u> </u>	0.03 0.13 0.23	10
_ ,,,	*****	四生	ŭ	1	テフ・フェンピラト	0.04	-
				1	ピリプロキシフェン	0.01	-
	H16	国産	6	1	イプロジオン	0.02	10
				1	ジョホール	0.01	1
				1	シヘ゜ルメトリン	0.05	2.0
	H17	国産	4	1	クロロタロニル	0.08	7
** 1 * 5	1145	同立		2	シヘ・ルメトリン	0.02 0.08	2.0
ぶどう	H15	国産	6	1	アセフェート	0.44	5.0
				2	イプロジオン	0.02 0.19	25
				2 1	シ゛クロフルアニト゛ テ゛ルタメトリン	0.01 0.01 0.01	15 0.5
				1	へ。ルメトリン へ。ルメトリン	0.26	5.0
				2	イプロジオン	0.01 0.09	25
				1	キャプタン	0.35	_
				i	ダイアジノン	0.03	0.1
	H16	国産	6	1	ヘ゛ンタ゛イオカルフ゛	0.03	-
	H17	国産	4	1	クレソキシムメチル	0.08	15
				1	クロルフェナヒ <sup>°</sup> ル	0.02	_
				1	ダイアジノン	0.03	0.1
ほうれんそう	H15	国産	12	1	シヘ゜ルメトリン	0.04	2.0
				1	フェンハ゛レレート	2.52	0.50
				1	マラチオン	0.02	2.0
	1140	同立	40	1	シヘブルメトリン	0.22	2.0
	H16	国産	10	1	キャプタン	12.40	_
				1	クロロタロニル	0.30	4 2.0
	H15	国産	5	2	シヘ <sup>°</sup> ルメトリン イプ <sup>°</sup> ロシ <sup>*</sup> オン	0.02 0.12 0.01 0.02	10
סט	піз	当生	J	2	ピテルタノール	0.01 0.02	1.0
	H16	国産	4	1	ヒ゛テルタノール	0.01	1.0
	H17	国産	4	3	イプロジオン	0.01 0.04 0.06	10
りんご	H15	<u>□/</u> 国産	8	1	カルハ゛リル	0.06	1.0
		——	_	1	ジコホル	0.35	3.0
				2	シラフルオフェン	0.01 0.21	5
				1	フェニトロチオン	0.01	0.2
				1	ヘ゜ルメトリン	0.01	2.0
	H16	国産	7	1	カルハ゛リル	0.09	1.0
				1	キャプタン	0.05	5.0
				2	クレソキシムメチル	0.01 0.21	5
				1	シハロトリン	0.03	0.4
				1	シラフルオフェン	0.12	5
	1117	日立	C	2	フェンプ・ロハ・トリン	0.11 0.16	5
	H17	国産	6	1	アクリナトリン クレソキシムメチル	0.01 0.02	0.5 5
				3	クレソキンムメナル クロルヒ <sup>°</sup> リホス		5 1.0
				3 2	グロルビ リホス シハロトリン	0.01 0.01 0.03 0.02 0.02	0.4
				1	フェンフ <sup>°</sup> ロハ <sup>°</sup> トリン	0.02 0.02	5
レタス	H16	国産	6	1	クロルフェナピル	0.01	3
V //\	1110	当任	U	1	トルクロホスメチル	0.06	2.0
				2	プロシミトン	0.04 0.46	5
	H17	国産	6	1	クロルフェナヒ°ル	0.04 0.28	3
		· ·		2	プロシミトン	0.04	5

<sup>\*:</sup>残留基準値は、平成18年5月28日現在