

液体クロマトグラフ/タンデム型質量分析計 (LC/MS/MS) を用いた農産物の残留農薬一斉分析について

滝川香織 菅原雅哉 小野准子
武口 裕 水嶋好清 三觜 雄

要 旨

液体クロマトグラフ/タンデム型質量分析計 (LC/MS/MS) を用いた56農薬成分の一斉分析について、平成19年度に報告した「ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC/MS) を用いた一斉分析法」の前処理方法を用いることが可能か検討を行った。

精製ミニカラムの溶出条件を検討した結果、SAX/PSAミニカラムの溶出量は20mlが適切であり、GC/MS一斉分析の前処理とは一部変更が必要であった。

添加回収試験の結果、56成分中オレンジ42成分、ばれいしょ40成分、ほうれん草34成分が、「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」の目標値を満たした。この結果、本法によりスクリーニング分析が可能と考えられた。

1. 緒 言

GC/MS一斉分析については平成19年度にまとめ、実施しているところであるが、検査農薬の拡大のためLC/MS/MSによる一斉分析法について検討を行った。この際、検査時の前処理に要する時間や資材などの節減も考慮し、出来る限りGC/MSによる分析法と前処理を共用できるよう検討を進め、検査法として妥当であるか添加回収試験によりバリデーションを行った。

2-3 装置及び分析条件

HPLC装置 : Waters ACQUITY UPLC
 分析カラム : BEH C18, 2.1 x 100 mm I.D. 1.7µm
 注入量 : 10 µl
 カラム温度 : 40
 移動相 : A: 0.1%ギ酸 in H₂O
 B: 0.1%ギ酸 in メタノール によるグラジエント (グラジエント条件を表1に示す)

2. 方 法

2-1 試 料

オレンジ、ばれいしょ、ほうれん草

2-2 試 薬

検査対象農薬は表3に示した。

特に標記のない試薬については、残留農薬用を用いた。

精製カラムは文献¹⁾と同様のものを用いた。

表1 グラジエント条件

time	%A	%B	Flow	Curve
0	90	10	0.3	Initial
2	50	50	0.3	6
11	20	80	0.3	6
12.5	2	98	0.3	6
14	2	98	0.3	6
14.1	90	10	0.3	6

分析時間 : 19min (カラム平衡化時間含む)

タンデム質量分析計 : Waters Quattro Premier XE

*西区保健福祉部健康・子ども課生活衛生係

イオン化法：ESI

分析モード：MRM

Capillary (kV)：1.0kV

SourceTemp ()：120

DesolvationTemp ()：400

ConeGasFlow (L/Hr)：50l/h

DesolvationGasFlow (L/Hr)：800l/h

MRM条件は表3に示した。

2-4 溶出条件

混合標準溶液を用いてODSミニカラム及びSAX/PSA二層ミニカラムからの溶出条件の検討を行った。

(1) ODSミニカラムの溶出条件

ODSミニカラムをアセトニトリル10mlでコンディショニングした後、0.2µg/mlの混合標準溶液1ml（アセトニトリル溶液）を添加したアセトニトリル20mlをカラムに負荷し、負荷時の流出液を分取した後、アセトニトリル5mlずつ20mlまで溶出させて溶出パターンを調べた。

(2) SAX/PSAミニカラムの溶出条件

SAX/PSAミニカラムを50%アセトン/ヘキサン10mlでコンディショニングした後、0.2µg/mlの混合標準溶液1ml（50%アセトン/ヘキサン）をカラムに負荷し、50%アセトン/ヘキサン5mlずつ25mlまで溶出させて溶出パターンを調べた。

2-5 バリデーション

平成19年11月15日に「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」（以後、ガイドラインと標記する。）が厚生労働省から示された。これに準拠し、バリデーションを行った。

試料に56農薬成分が10ng/g及び40ng/gになるように添加し、オレンジ、ばれいしょ、ほうれん草を用いて、1名2回5日間の枝分かれ実験により室内精度と併行精度を評価した。ガイドラインの目標値を表2に示した。

表2 ガイドラインの目標値

濃度 (ppm)	試行回数 (回)	真度 (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)
0.01ppm	5	70~120	25>	30>
0.04ppm	5	70~120	15>	20>

試料の前処理方法は文献¹⁾を参考にした。試験溶液の調製法を図1に示した。

検量線はマトリックス添加検量線を用いて作成した。

定量下限は標準品でS/N 10を確認し、全て0.01ppmとした。

3. 結果及び考察

3-1 溶出条件の検討

(1) ODSミニカラムの溶出条件

56成分のうち47成分は初めの20mlで回収率70%以上溶出した。ODSミニカラムの溶出条件検討で、70%未満のものと最初の20mlで溶出しなかったものを表4に示した。ジメチリモル、トリデモルフは溶出されなかったが、7成分がアセトニトリルを10ml流したところで溶出を終えていた。当所の残留農薬GC/MS一斉分析では10mlで溶出しており、これと同条件で良いと思われる。

(2) SAX/PSAミニカラムの溶出条件

56成分のうち35成分は10mlで回収率70%以上溶出した。SAX/PSAミニカラムの溶出条件検討で、70%未満のものと10mlで溶出しなかったものを表5に示した。

GC/MS一斉分析では溶出量10mlとしているが、13成分が10ml以上必要だった。メチオカルブスルホンについては25mlまで少量溶出していたが、他の成分は20mlで全て溶出しており、20mlを溶出量とした。また、8成分が回収率70%以下だった。

3-2 バリデーション

ガイドラインに準拠して本法の妥当性を確認し、結果を表6～表8に示した。ガイドラインの基準を満たさなかったものは灰色部分で示した。

ガイドラインの目標値をすべてクリアしたのは56成分中オレンジ42成分、ばれいしょ40成分、ほ

うれん草34成分であった。アルジカルブスルホキシド、イソキサフルトール、クロメプロップ、テフルベンズロン、トリデモルフ、ピラゾリネート、フェンピロキシメート、フルフェノクスロンの8成分は、今回検討した3作物ではいずれもガイドラインの基準から外れた。

ジメチリモルはODSミニカラムで溶出されなかったが、ばれいしょ、ほうれんそうで添加回収した際に溶出されていた。また、他成分でも標準品を精製カラムに通しただけの場合と異なる挙動を示す農薬があったので、今後挙動について検討する必要があると考えられる。

4. 結 語

液体クロマトグラフ/タンデム型質量分析計(LC/MS/MS)を用いた56農薬成分の一斉分析について、平成19年度に報告した「ガスクロマトグラフ質量分析計(GC/MS)を用いた一斉分析法」の前処理方法を用いることが可能か検討を行った。

精製ミニカラムの溶出条件を検討した結果、SAX/PSAミニカラムの溶出量は、GC/MS一斉分析で

用いている10mlでは不足であり、20mlが適切だった。当所で行っているGC/MS一斉分析の前処理の適用には、一部変更が必要であった。

「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」(平成19年11月15日 厚生労働省通知)に準じてバリデーションを行ったところ、目標値をすべてクリアしたのは56成分中オレンジ42成分、ばれいしょ40成分、ほうれん草34成分であり、この結果、本法によりスクリーニング分析が可能と考えられた。今後は本法について収去検査を行うとともに検討を重ね、検査可能項目数の拡大に役立てていきたい。

5. 文 献

- 1) 葛岡修二,伊勢香織,鈴木恵子 他:GC/MSによる農産物中の残留農薬一斉分析の検討,札幌市衛生研究所年報,33:63-76,2006
- 2) 葛岡修二,伊勢香織,鈴木恵子 他:GC/MSによる農産物中の残留農薬一斉分析の検討(第2報),札幌市衛生研究所年報,34:55-70,2007

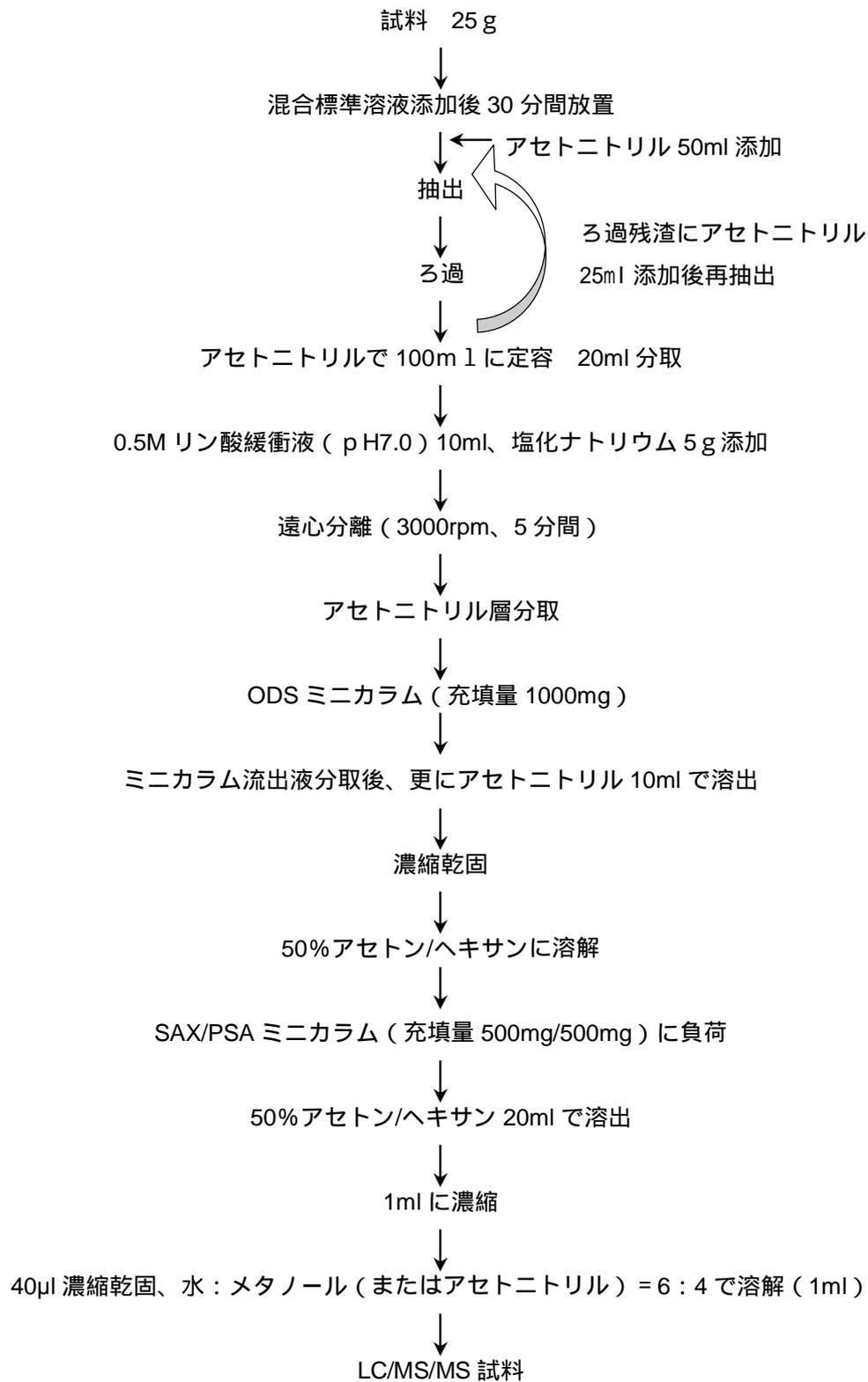


図 1 試験溶液の調製法

表3 検査対象農薬とMRM条件

	農薬名	corn	プリカーサー	定量		定性	
				collision	プロダクト	collision	プロダクト
1	XMC	14	179.89	26	107.7	13	122.8
2	アザメチホス	25	324.85	37	111.7	29	138.6
3	アニロホス	26	367.93	21	170.6	15	198.6
4	アルジカルブ	11	207.91	15	88.7	7	115.7
5	アルジカルブスルホキシド	15	206.85	14	88.7	6	131.7
6	アルジカルブスルホン	19	222.86	16	80.7	17	85.7
7	イソキサフルトール	23	359.92	36	219.6	17	250.6
8	イソプロカルブ	18	193.9	33	76.8	16	94.7
9	イプロバリカルブ	18	321.1	19	118.8	9	202.8
10	イミダクロプリト	22	255.95	17	174.7	15	208.9
11	エチオフェンカルブ	15	225.93	18	106.8	8	163.8
12	オキサジクロメホン	21	376.05	26	160.7	15	189.8
13	オキサミル	12	236.93	16	71.8	16	89.8
14	カルバリル	11	218.99	17	144.7	6	201.9
15	キシリルカルブ	15	179.89	28	107.6	12	122.8
16	クミルロン	22	303.1	28	124.7	15	184.7
17	クロマフェノジド	13	395.18	14	174.8	7	339
18	クロメプロップ	32	324.04	20	120.1	15	203.1
19	クロリダゾン	38	221.8	25	91.7	23	103.7
20	シフルフェナミド	28	413.06	28	240.8	18	294.8
21	ジフルベンズロン	20	311.04	34	140.7	14	157.7
22	ジメチリモール	37	209.92	31	70.7	20	139.7
23	ダイムロン	22	269.02	38	90.7	14	150.6
24	チアクロプリド	30	252.88	36	89.8	18	125.6
25	チアトキサム	20	291.9	22	131.6	11	210.7
26	テブチウロン	28	228.93	27	115.7	18	171.7
27	テブフェノジド	12	353.18	18	132.7	8	296.9
28	テフルベンズロン	22	380.99	33	140.7	16	157.7
29	トリデモルフ	40	298.22	30	97.7	27	129.8
30	トリフルムロン	23	358.99	37	138.6	19	155.7
31	ピラゾリネート	36	438.93	32	90.7	19	172.6
32	フェノキシカルブ	21	302.1	19	87.7	12	115.8
33	フェノブカルブ	21	207.98	14	94.7	8	151.6
34	フェンピロキシメート	27	422.12	31	137.7	16	368.9
35	フェンメディファム	24	301.03	19	135.7	11	167.7
36	ブタフェナシル	22	492.06	39	179.8	29	330.7
37	フラチオカルブ	25	383.12	17	194.7	12	251.8
38	フラメピル	30	334.04	26	156.8	18	289.9
39	フルフェノクスロン	30	489.06	40	140.7	17	157.7
40	プロボキスル	14	209.92	14	110.7	10	167.7
41	ヘキシチアゾクス	24	353.05	25	167.8	15	227.7
42	ペンシクロン	36	329.04	22	124.7	17	217.8
43	ペンダイオカルブ	15	223.99	18	108.7	9	166.8
44	ペントキサゾン	24	354.05	24	185.8	16	285.8
45	メソミル及びチオジカルブ	13	162.75	8	87.7	9	105.6
46	メチオカルブ	17	225.99	21	120.9	10	168.8
47	メチオカルブスルホキシド	23	241.75	24	169.8	13	184.8
48	メチオカルブスルホン	20	258.01	20	121.8	8	200.8
49	メトルカルブ	15	165.81	24	90.8	9	108.8
50	メバニピリム	40	223.99	37	76.8	26	105.8
51	リニューロン	26	248.94	18	159.7	17	181.7
52	オリザリン	33	-345.05	29	-146.8	22	-281.1
53	クロルフルアズロン	25	-537.9	27	-354.7	13	-517.6
54	ヘキサフルムロン	22	-459	39	-174.7	12	-438.8
55	メトキシフェノジド	36	-367.18	30	-104.8	19	-148.7
56	ルフェヌロン	15	-508.99	23	-325.8	12	-488.5

表4 ODS ミニカラム溶出結果

農薬名/アセトニトリル	回収率/%				
	20m ^l	~ 5m ^l	~ 10m ^l	~ 15m ^l	~ 20m ^l
ジメチリモル	-	-	-	-	-
トリデモルフ	-	-	-	-	-
メパニピリム	90.3	5.1	-	-	-
フェンピロキシメート	69.6	-	-	-	-
オキサジクロメホン	81.0	10.9	9.3	-	-
ヘキシチアゾクス	62.5	-	-	-	-
テフルベンズロン	59.8	-	-	-	-
ルフェヌロン	112.1	15.7	13.9	-	-
クロルフルアズロン	137.5	10.8	-	-	-

表5 SAX/PSA ミニカラム溶出結果

農薬名/50%アセトン・ヘキサン	回収率/%					
	~ 5m ^l	~ 10m ^l	~ 15m ^l	~ 20m ^l	~ 25m ^l	total
アルジカルブスルホキシド	-	67.5	12.5	-	-	80
アルジカルブスルホン	-	65	-	-	-	65
チアトキサム	-	-	60	27.5	-	87.5
メチオカルブスルホン	30	25	15	22.5	10	102.5
イミダクロプリド	-	75	10	-	-	85
チアクロプリド	-	85	7.5	-	-	92.5
メチオカルブスルホン	12.5	65	5	-	-	82.5
クロリダゾン	-	7.5	82.5	2.5	-	92.5
プロボキスル	45	20	-	-	-	65
メトルカルブ	35	12.5	-	-	-	47.5
フェンメディファム	-	75	2.5	-	-	77.5
イソプロカルブ	42.5	10	-	-	-	52.5
キシリルカルブ	42.5	12.5	-	-	-	55
XMC	47.5	15	-	-	-	62.5
ダイムロン	-	52.5	30	-	-	82.5
メパニピリム	80	22.5	5	-	-	107.5
フェノブカルブ	47.5	10	-	-	-	57.5
イソキサフルトール	55	12.5	-	-	-	67.5
オリザリン	17.5	57.5	47.5	-	-	122.5
ヘキサフルムロン	5	105	12.5	2.5	-	125
クロルフルアズロン	20	92.5	2.5	0	-	115

表6 妥当性評価結果(オレンジ)

化合物名	0.01 ppm			0.04 ppm		
	回収率	精度(RSD%)		回収率	精度(RSD%)	
	%	併行	室内	%	併行	室内
1 XMC	97.6	6.0	6.6	91.7	5.1	12.9
2 アザメチホス	90.8	9.8	11.6	81.2	4.4	7.2
3 アニロホス	93.8	2.6	8.3	91.9	3.6	10.6
4 アルジカルブ	84.3	11.0	17.3	91.5	5.6	15.7
5 アルジカルブスルホキシド	56.0	10.5	28.5	65.9	3.2	16.4
6 アルジカルブスルホン	92.6	4.6	39.4	103.1	6.2	4.8
7 イソキサフルトール	47.7	14.1	29.2	43.9	15.8	40.3
8 イソプロカルブ	93.6	3.3	11.1	89.5	4.3	15.3
9 イプロバリカルブ	92.5	5.6	4.7	93.1	4.3	10.7
10 イミダクロプリド	86.6	9.9	19.5	89.0	10.0	14.4
11 エチオフェンカルブ	84.8	12.6	12.6	84.7	4.0	12.0
12 オキサジクロメホン	81.2	10.5	12.0	81.1	6.4	14.1
13 オキサミル	90.2	7.0	22.3	98.2	3.0	9.1
14 カルバリル	99.9	6.6	10.7	97.2	2.9	10.9
15 キシリルカルブ	95.0	5.6	10.9	94.9	4.7	9.3
16 クミルロン	92.5	7.7	7.4	90.0	4.8	8.9
17 クロマフェノジド	85.5	5.5	14.4	87.8	4.8	13.5
18 クロメプロップ	69.3	28.3	22.3	69.2	21.9	28.5
19 クロリダゾン	76.0	9.7	29.9	85.7	2.6	24.0
20 シフルフェナミド	84.9	7.2	11.2	82.8	5.4	11.1
21 ジフルベンズロン	98.3	6.3	6.2	89.7	6.6	8.8
22 ジメチリモル	51.8	11.1	15.2	48.5	8.1	12.5
23 ダイムロン	85.9	6.8	12.8	85.4	2.9	15.9
24 チアクロプリド	91.6	7.9	14.4	95.8	5.0	12.2
25 チアメトキサム	70.9	12.8	45.5	71.2	6.3	35.9
26 テブチウロン	91.8	6.2	9.0	92.5	3.3	11.8
27 テブフェノジド	91.1	3.7	6.4	88.7	5.1	9.3
28 テフルベンズロン	78.5	62.8	56.2	40.0	73.4	62.3
29 トリデモルフ	60.1	24.4	43.8	54.5	10.3	25.0
30 トリフルムロン	82.6	9.0	9.1	81.3	8.2	11.9
31 ピラゾリネート	79.9	6.4	7.4	68.9	2.4	4.5
32 フェノキシカルブ	94.7	10.8	11.6	91.2	5.6	14.6
33 フェノブカルブ	93.0	7.1	6.9	91.1	5.9	12.1
34 フェンピロキシメート	73.9	16.8	25.7	60.4	13.2	19.2
35 フェンメディファム	86.7	4.6	12.4	88.2	10.6	16.1
36 ブタフェナシル	94.5	7.8	14.1	91.3	7.0	14.1
37 フラチオカルブ	87.2	10.1	12.5	86.8	4.4	12.9
38 フラメピル	92.8	7.2	10.1	95.0	4.6	8.8
39 フルフェノクスロン	83.6	44.3	42.8	56.0	58.4	49.5
40 プロポキスル	92.8	7.1	11.5	94.1	1.9	14.6
41 ヘキシチアゾクス	79.6	14.4	20.2	67.6	9.9	19.3
42 ペンシクロン	85.0	5.5	9.3	84.4	5.6	13.1
43 ベンダイオカルブ	100.2	7.4	9.2	98.3	4.8	9.0
44 ペントキサゾン	77.5	35.0	31.0	72.3	47.4	43.8
45 メソミル及びチオジカルブ	92.5	8.9	8.1	95.0	5.5	8.1
46 メチオカルブ	93.2	5.9	6.5	88.1	4.1	9.1
47 メチオカルブスルホキシド	82.1	8.5	15.9	83.8	4.8	16.1
48 メチオカルブスルホン	82.9	21.4	39.4	85.2	7.9	24.0
49 メトルカルブ	91.7	3.7	9.7	87.9	3.7	15.4
50 メパニピリム	95.1	5.7	7.2	91.1	3.0	7.4
51 リニューロン	103.4	3.7	3.6	95.4	3.2	6.1
52 オリザリン	82.6	13.0	16.7	74.8	8.4	22.3
53 クロルフルアズロン	101.2	10.6	8.7	95.4	4.1	8.1
54 ヘキサフルムロン	91.3	13.8	17.2	95.5	3.3	8.7
55 メトキシフェノジド	95.7	6.5	15.3	93.1	8.1	7.3
56 ルフェヌロン	96.8	17.3	26.1	94.6	12.2	11.3

表7 妥当性評価結果(ばれいしょ)

	化合物名	0.01 ppm			0.04 ppm		
		回収率	精度(RSD%)		回収率	精度(RSD%)	
		%	併行	室内	%	併行	室内
1	XMC	77.7	3.4	9.4	74.9	6.4	12.9
2	アザメチホス	76.4	10.3	15.5	77.9	6.8	9.5
3	アニロホス	83.1	7.5	16.8	81.7	7.1	11.6
4	アルジカルブ	65.1	20.5	27.1	70.2	7.2	15.2
5	アルジカルブスルホキシド	66.2	13.0	19.5	69.1	7.1	9.9
6	アルジカルブスルホン	94.1	5.2	16.5	85.0	7.9	7.4
7	イソキサフルトール	50.0	25.0	50.9	45.2	6.8	50.9
8	イソプロカルブ	67.2	6.7	23.4	72.4	6.5	15.4
9	イプロバリカルブ	91.0	7.2	17.2	88.3	2.8	8.0
10	イミダクロプリド	84.3	9.8	13.5	82.5	4.2	7.2
11	エチオフェンカルブ	53.0	21.8	30.7	53.9	5.1	10.2
12	オキサジクロメホン	82.6	4.7	14.6	71.8	5.0	17.1
13	オキサミル	78.1	14.8	17.1	72.9	4.6	8.7
14	カルバリル	87.9	9.6	13.1	85.7	6.0	6.8
15	キシリルカルブ	81.5	8.6	15.1	78.3	4.3	13.0
16	クミルロン	84.0	5.3	14.7	85.5	5.7	7.7
17	クロマフェノジド	90.7	4.6	14.4	84.1	5.9	9.1
18	クロメブロッブ	47.9	40.7	85.3	54.7	11.6	22.6
19	クロリダゾン	79.9	8.6	12.4	87.2	4.3	8.8
20	シフルフェナミド	82.0	9.2	11.1	72.6	6.0	13.9
21	ジフルベンズロン	89.5	9.8	14.4	84.1	9.9	14.1
22	ジメチリモル	83.4	7.0	12.8	84.7	3.1	4.9
23	ダイヤモンド	87.7	6.3	12.6	87.3	4.6	9.8
24	チアクロプリド	92.4	9.9	10.8	92.3	5.5	8.1
25	チアメトキサム	75.6	12.5	14.9	76.0	12.6	13.6
26	テブチウロン	87.3	6.0	11.3	85.5	4.3	5.7
27	テブフェノジド	90.1	4.9	11.1	84.9	4.2	10.4
28	テフルベンズロン	91.2	54.9	56.8	59.2	44.2	42.1
29	トリデモルフ	75.4	13.8	13.8	60.7	17.1	23.9
30	トリフルムロン	83.8	12.9	17.9	76.6	7.1	18.4
31	ピラゾリネート	68.8	9.5	22.0	52.9	7.9	12.8
32	フェノキシカルブ	82.3	12.4	17.3	66.9	4.6	12.0
33	フェノブカルブ	73.2	4.3	22.5	76.3	5.2	14.3
34	フェンピロキシメート	61.8	26.7	55.2	69.4	12.0	24.4
35	フェンメディファム	78.5	6.0	17.7	76.8	4.6	12.0
36	ブタフェナシル	80.3	9.4	14.2	80.7	4.0	9.2
37	フラチオカルブ	85.4	5.8	17.4	76.3	5.9	16.8
38	フラメトビル	87.7	5.4	12.7	88.4	6.6	7.2
39	フルフェノクスロン	143.2	38.5	66.7	110.4	70.5	100.3
40	プロボキスル	74.9	18.1	24.9	78.2	5.4	9.7
41	ヘキシチアゾクス	87.8	8.4	19.9	71.4	13.1	23.4
42	ペンシクロン	81.5	5.2	9.8	74.9	4.7	15.7
43	ベンダイオカルブ	78.6	4.1	19.3	81.2	4.9	8.1
44	ペントキサゾン	72.9	29.2	86.1	60.5	54.5	52.8
45	メソミル及びチオジカルブ	87.4	10.5	20.2	84.3	7.3	8.0
46	メチオカルブ	83.0	6.1	19.1	85.0	2.1	7.6
47	メチオカルブスルホキシド	84.8	14.8	15.2	85.4	7.3	6.5
48	メチオカルブスルホン	82.6	17.9	21.2	82.5	12.5	17.9
49	メトルカルブ	59.2	8.1	32.4	65.7	6.9	19.1
50	メパニピリム	90.7	4.3	11.5	84.8	4.9	8.4
51	リニューロン	94.5	5.4	21.2	87.0	5.8	7.9
52	オリザリン	46.3	66.3	75.6	60.8	32.9	30.6
53	クロルフルアズロン	88.0	14.0	18.7	92.2	8.1	8.1
54	ヘキサフルムロン	96.3	10.4	12.4	94.5	7.8	6.3
55	メトキシフェノジド	90.8	12.2	13.5	92.1	6.5	5.7
56	ルフェヌロン	91.2	16.4	19.0	91.3	6.6	6.4

表8 妥当性評価結果(ほうれん草)

化合物名	0.01 ppm			0.04 ppm		
	回収率	精度(RSD%)		回収率	精度(RSD%)	
	%	併行	室内	%	併行	室内
1 XMC	84.7	3.3	10.3	83.8	5.7	6.2
2 アザメチホス	76.5	10.6	20.9	79.4	10.5	26.0
3 アニロホス	87.2	4.4	6.7	81.7	7.4	6.8
4 アルジカルブ	67.2	9.0	15.9	72.8	7.6	8.8
5 アルジカルブスルホキシド	42.3	29.3	44.7	58.6	17.6	13.7
6 アルジカルブスルホン	70.5	20.7	43.9	76.5	12.3	28.9
7 イソキサフルトール	59.1	6.5	10.0	55.5	3.7	13.2
8 イソプロカルブ	81.0	2.6	6.9	79.3	6.2	6.3
9 イプロバリカルブ	85.4	4.7	8.0	84.9	6.5	5.5
10 イミダクロプリド	50.8	25.5	46.8	58.5	22.8	17.9
11 エチオフェンカルブ	20.1	43.1	38.1	23.5	15.1	42.4
12 オキサジクロメホン	80.1	12.4	16.5	80.1	9.2	12.0
13 オキサミル	75.6	9.5	11.4	81.3	7.2	15.7
14 カルバリル	89.3	3.2	10.2	92.3	3.4	5.1
15 キシリルカルブ	83.0	5.3	10.9	86.1	6.7	7.7
16 クミルロン	86.5	3.6	10.9	86.2	6.0	6.2
17 クロマフェノジド	82.9	5.9	11.0	82.4	7.9	8.6
18 クロメブロップ	101.7	55.7	47.5	62.6	35.2	31.1
19 クロリダゾン	56.0	21.5	46.0	71.9	18.3	18.3
20 シルフェナミド	94.0	5.2	9.8	79.7	8.1	6.9
21 ジフルベンスロン	83.4	11.6	16.4	89.0	8.4	10.0
22 ジメチリモル	78.7	6.6	8.2	75.8	5.0	5.7
23 ダイムロン	83.3	3.6	9.2	83.0	7.0	6.4
24 チアクロプリド	55.7	15.1	33.2	66.2	27.3	24.2
25 チアマトキサム	40.1	20.6	37.3	53.0	34.8	29.0
26 テブチウロン	84.9	3.5	7.3	83.8	6.9	6.4
27 テブフェノジド	85.9	3.9	8.4	84.7	7.9	8.7
28 テフルベンスロン	242.8	65.7	166.5	95.2	71.6	70.4
29 トリデモルフ	58.7	14.2	50.0	49.8	22.3	46.5
30 トリフルムロン	85.7	18.5	17.1	77.1	7.5	12.0
31 ピラゾリネート	87.6	14.1	14.0	75.9	15.1	13.0
32 フェノキシカルブ	88.5	9.6	10.9	85.7	8.0	8.5
33 フェノブカルブ	86.6	4.8	9.0	86.5	7.3	7.8
34 フェンピロキシメート	61.5	18.4	52.4	60.3	23.7	37.8
35 フェンメディファム	61.2	43.3	40.3	73.0	12.2	10.1
36 ブタフェナシル	92.9	4.3	4.2	84.7	7.4	5.8
37 フラチオカルブ	81.1	10.3	16.0	75.6	9.1	14.1
38 フラメトピル	79.5	3.4	7.1	82.1	5.5	5.2
39 フルフェノクスロン	78.2	34.4	48.9	57.2	62.0	55.6
40 プロボキスル	81.7	7.4	11.1	79.1	6.1	5.9
41 ヘキシチアソクス	75.0	17.3	25.7	64.2	25.5	36.1
42 ベンシクロン	83.1	2.8	9.0	71.8	24.5	25.1
43 ベンダイオカルブ	88.4	7.4	7.2	88.0	7.3	10.1
44 ペントキサゾン	106.5	100.5	82.5	87.2	42.2	49.5
45 メソミル及びチオジカルブ	92.3	6.7	12.8	102.2	1.2	6.5
46 メチオカルブ	92.4	4.7	8.9	87.7	6.8	7.4
47 メチオカルブスルホキシド	84.1	9.2	21.4	86.4	11.5	13.1
48 メチオカルブスルホン	79.8	64.4	94.6	77.0	46.4	74.8
49 メトルカルブ	73.3	7.1	10.4	76.1	5.4	6.1
50 メパニピリム	89.5	4.1	6.4	84.8	7.1	7.2
51 リニューロン	86.9	8.2	9.4	85.4	7.0	6.6
52 オリザリン	47.4	44.5	59.5	56.2	64.1	51.3
53 クロルフルアズロン	89.9	6.0	16.9	87.9	8.0	9.8
54 ヘキサフルムロン	84.6	4.7	15.4	86.9	5.6	11.2
55 メトキシフェノジド	89.3	11.6	12.5	84.0	8.0	10.8
56 ルフェヌロン	91.2	6.8	12.5	96.4	7.2	9.0