

300 °C, 注入口昇温速度 720 °C/min 及び移動時間 1.16 分の条件が得られた。

E. 結論

PTV 注入を用いた GC 大量注入法として、マルチプルインジェクションにより 25 µL (5 µL × 5 回) を注入する方法を確立した。本法を用いることにより、既存の通知法⁹⁾のシリカゲルミニカラム精製後の溶出液を濃縮することなく直接 GC 測定可能となる。これにより試験溶液調製における濃縮操作を簡略化することが可能となり、試験溶液の調製時間の短縮が図れることに加えて、分析精度の向上が期待できる。また、より高感度化を図る場合には、注入回数を増加させることで対応可能と思われる。

F. 参考文献

- 1) W. Engewald et. al., Programmed temperature vaporizers-based large volume injection in capillary gas chromatography. *J. Chromatogr. A*, **842**, 143-161(1999).
- 2) H. G. J. Mol et. al., Trace level analysis of micropollutants in aqueous samples using gas chromatography with on-line sample enrichment and large volume injection. *J. Chromatogr. A*, **703**, 277-307(1995).
- 3) H. S. Stan and M. L. Linkerhagner, Large-volume injection in residue analysis with capillary gas chromatography using a conventional autosampler and injection by programmed -temperature vaporization with solvent venting. *J. Chromatogr. A*, **727**, 275-289(1996).
- 4) K. Grob and M. Biedermann, Vaporising systems for large volume injection or on-line transfer into gas chromatography: classification, critical remarks and suggestions. *J. Chromatogr. A*, **750**, 11-13(1996).
- 5) H. G. J. Mol, et. al., Environmental applications of large volume injection in capillary GC using PTV injectors. *J. High Resol. Chromatogr.*, **19**, 69-79 (1996).
- 6) H. G. J. Mol, et. al., Large volume sample introduction using temperature programmable injectors: implications of liner diameter. *J. High Resol. Chromatogr.*, **18**, 19-27 (1995).
- 7) H. G. J. Mol, et. al., Large volume injection in capillary GC using PTV injectors: comparison of inertness of packing materials. *J. High Resol.*

Chromatogr., **18**, 124-128 (1995).

8) H. G. J. Mol et. al., Large-volume injection in gas chromatographic trace analysis using temperature-programmable (PTV) injectors. *Trends in analytical chemistry*, **15**, 206-214 (1996).

9) 厚生省生活衛生局長通知 “ 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(1997).

10) HP 6890 series gas chromatograph operating manual volume 2. inlets, Hewlett Packard, p.135 (1996).

G. 研究発表

1. 論文発表
なし
2. 学会発表
なし

表 1 農薬の保持時間(t_r)及び定量用イオン(m/z)

Pesticides	t_r (min)	m/z (amu)	Pesticides	t_r (min)	m/z (amu)
Organochlorine pesticides (17)			Carbamate pesticides (17)		
Aldrin	15.72	260.8	Aldicarb ³⁾	4.79	115.
alpha-BHC	12.83	218.9	Bendiocarb	12.43	151.
beta-BHC	13.34	218.9	Butylate	9.75	146.
gamma-BHC	14.09	218.9	Carbaryl	14.93	115.
delta-BHC	13.52	218.9	Chlorpropham	12.29	213.
Captafol	19.50	79.0	Diethofencarb	15.60	151.
Captan	16.64	79.0	EPTC	8.96	86.
THFI ¹⁾	10.53	151.0	Esprocarb	15.46	222.
Chlorobenzilate	18.18	250.9	Ethiofencarb	14.37	107.
p,p'-DDD	18.36	235.0	Fenobucarb	11.72	121.
p,p'-DDE	17.56	245.9	Isoprocarb	10.95	121.
o,p'-DDT	18.41	234.9	Methiocarb	15.32	168.
p,p'-DDT	19.07	234.9	Oxamyl	10.89	72.0
Dicofol	20.20	251.0	Pirimicarb	14.18	166.
DCBP ²⁾	15.92	139.0	Propamocarb	9.64	58.
Dieldrin	17.71	262.8	Propoxur	11.74	110.
Endrin	18.11	262.8	Thiobencarb	15.64	100.
Heptachlor	15.00	271.7	Other pesticides (3)		
Heptachlor epoxide	16.47	352.8	Benfuresate	14.52	163.
Pyrethroid pesticides (13)			Dimethipin	13.33	54.
Acrinathrin	21.04	181.0	Methoprene	16.70	111.
Cyfluthrin	22.34	226.0			
Cyhalothrin	20.89	197.0			
Cypermethrin	22.67	162.9			
Deltamethrin	24.54	181.0			
Ethofenprox	22.93	163.0			
Fenvalerate	23.58	167.0			
Flucythrinate	22.74	199.0			
Fluvalinate	23.77	250.0			
Halfenprox	22.67	262.9			
Permethrin	21.85	183.0			
Silafluofen	23.08	258.0			
Tefluthrin	13.94	177.0			

1) The decomposition product of captan and captafol: tetrahydrophthalimide

2) The decomposition product of dicofol: 4,4'-dichlorobenzophenone.

3) The decomposition product was measured.

表 1 農薬の保持時間(t_r)及び定量用イオン(m/z) (続き)

Pesticides	t_r (min)	m/z (amu)	Pesticides	t_r (min)	m/z (amu)
Organophosphorus pesticides (44)			Organonitrogen pesticides (37)		
Acephate	9.88	136.0	Acetamiprid	19.85	126.0
Azinphos-ethyl	21.28	160.0	Amitraz	20.88	293.2
Azinphos-methyl	20.70	160.0	Benalaxyl	18.79	148.1
Bromophos-ethyl	16.83	302.8	Bitertanol	21.68	170.1
Butamifos	17.16	286.0	Chinomethionat	16.96	233.9
Cadusafos	12.62	158.9	Cyproconazole	17.99	222.0
(E)-Chlorfenvinphos	16.22	266.9	Dichlofluanid	15.44	223.9
(Z)-Chlorfenvinphos	16.43	266.9	Difenoconazole	24.24	323.0
Chlorpyrifos	15.59	198.9	Fenarimol	21.15	138.9
Chlorpyrifos-methyl	14.66	285.9	Flusilazole	17.65	233.0
Diazinon	13.68	179.1	Flutolanil	17.29	173.0
Dichlorvos	7.75	109.0	Imibenconazole	25.94	125.0
Dimethoate	13.08	87.0	Imibenconazole Met.1 ¹⁾	8.77	160.9
(Z)-Dimethylvinphos	15.64	294.9	Imibenconazole Met.2 ²⁾	17.74	235.0
Dioxabenzofos	12.47	215.9	Iprodione	19.77	313.9
Disulfoton	13.94	88.0	Iprodione metabolite	20.44	186.8
Edifenphos	18.93	310.0	Lenacil	19.01	153.0
EPN	19.97	169.0	Mefenacet	20.85	192.0
Ethion	18.33	152.9	Mepronil	18.59	119.1
Ethoprophos	12.06	157.9	Metolachlor	15.56	162.1
Etrimfos	14.02	292.0	Metribuzin	14.67	198.0
Fenitrothion	15.29	277.0	Myclobutanil	17.62	179.0
Fensulfothion	18.22	292.0	Paclobutrazol	17.02	236.0
Fenthion	15.68	278.0	Pendimethalin	16.23	252.1
Fosthiazate	16.12	194.9	Pretilachlor	17.40	238.1
Isofenphos	16.41	213.0	Propiconazole	19.02	174.9
Isofenphos oxon	15.77	228.9	Pyridaben	21.90	147.1
Malaoxon	14.70	127.0	(E)-Pyrifenox	16.93	261.9
Malathion	15.45	173.1	(Z)-Pyrifenox	16.43	261.9
Methamidophos	7.67	94.0	Pyrimidifen	23.35	184.0
Methidathion	16.85	144.9	Pyriproxyfen	20.75	136.0
Parathion	15.75	291.0	Tebuconazole	19.32	125.0
Parathion-methyl	14.80	262.9	Tebufenpyrad	20.21	333.1
Phenthoate	16.55	273.9	Thenylchlor	19.23	127.0
Phosalone	20.60	181.9	Triadimefon	15.80	57.1
Phosmet	19.94	160.0	Triadimenol	16.65	112.1
Primiphos-methyl	15.20	290.0	Tricyclazole	17.52	188.9
Prothiofos	17.39	309.0			
Pyraclufos	21.40	360.0			
Quinalphos	16.57	146.0			
Terbufos	13.58	231.0			
Thiometon	12.96	88.0			
Tolclofos-methyl	14.82	264.9			
Vamidothion	17.00	145.0			

1) Imibenconazole Met.1: 2,4-Dichloroaniline.

2) Imibenconazole Met.2: Imibenconazole des benzyl type.

表 2 装置の操作条件

Injection solvent	acetone : hexane (1 : 1, v/v)
Inlet liner	multibaffle liner (deactivated)
Syringe size	10 μ L
Injection volume	25 μ L (5 μ L \times 5)
Injection mode	solvent vent
Injection speed	high
Injection delay	0 sec
Venting temperature	10 $^{\circ}$ C
Vent flow rate	50 mL/min
Venting time	0.44 min
Injection ramp rate	720 $^{\circ}$ C/min
Transfer temperature	300 $^{\circ}$ C
Transfer time	1.16 min
PTV inlet temperature program	10 $^{\circ}$ C (0.44 min) \rightarrow 720 $^{\circ}$ C/min \rightarrow 300 $^{\circ}$ C (1.16 min) \rightarrow 720 $^{\circ}$ C/min \rightarrow 400 $^{\circ}$ C (10 min) \rightarrow 8.4 $^{\circ}$ C/min \rightarrow 300 $^{\circ}$ C
Vent pressure	0 psi for 0.44 min
Purge flow to split vent	50 mL/min at 2 min
Column head pressure	0 psi (0.44 min) \rightarrow 9.8 psi (constant flow at 1 mL/min)
Oven temperature program	50 $^{\circ}$ C (2 min) \rightarrow 25 $^{\circ}$ C/min \rightarrow 125 $^{\circ}$ C \rightarrow 10 $^{\circ}$ C/min \rightarrow 300 $^{\circ}$ C (7.5 min)

表 3 PTV 溶媒排気注入法のパラメーター

1. 溶媒排気 (solvent vent) に関連するパラメーター

- ①排気温度 (venting temperature)
- ②排気流速 (vent flow rate)
- ③排気時間 (venting time)

2. 試料移動 (sample transfer) に関連するパラメーター

- ①移動温度 (transfer temperature)
- ②注入口昇温速度 (injection ramp rate)
- ③移動時間 (transfer time)

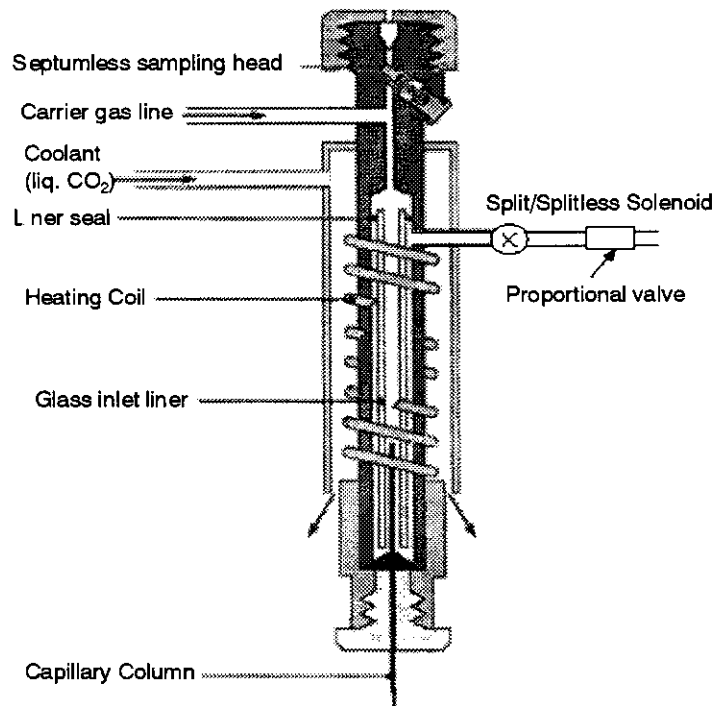


図 1 PTV 注入口の模式図

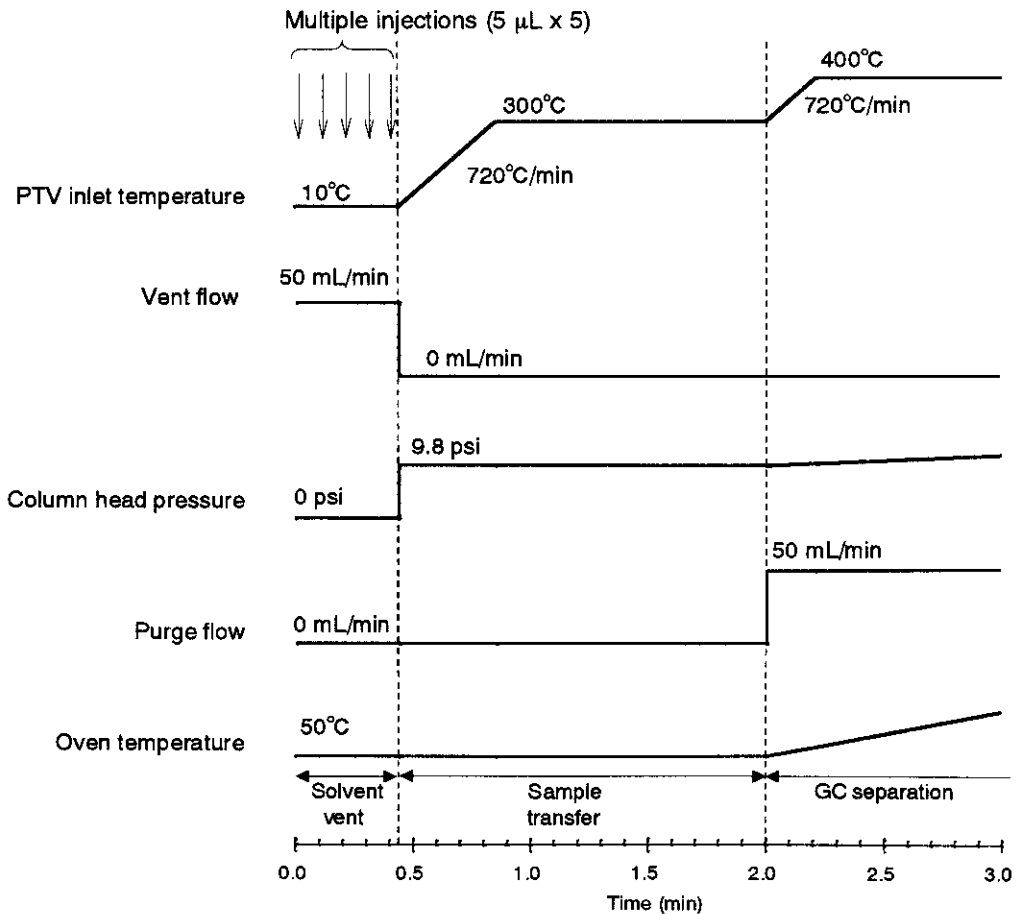


図 2 PTV 溶媒排気注入を用いた大量注入法の流れ

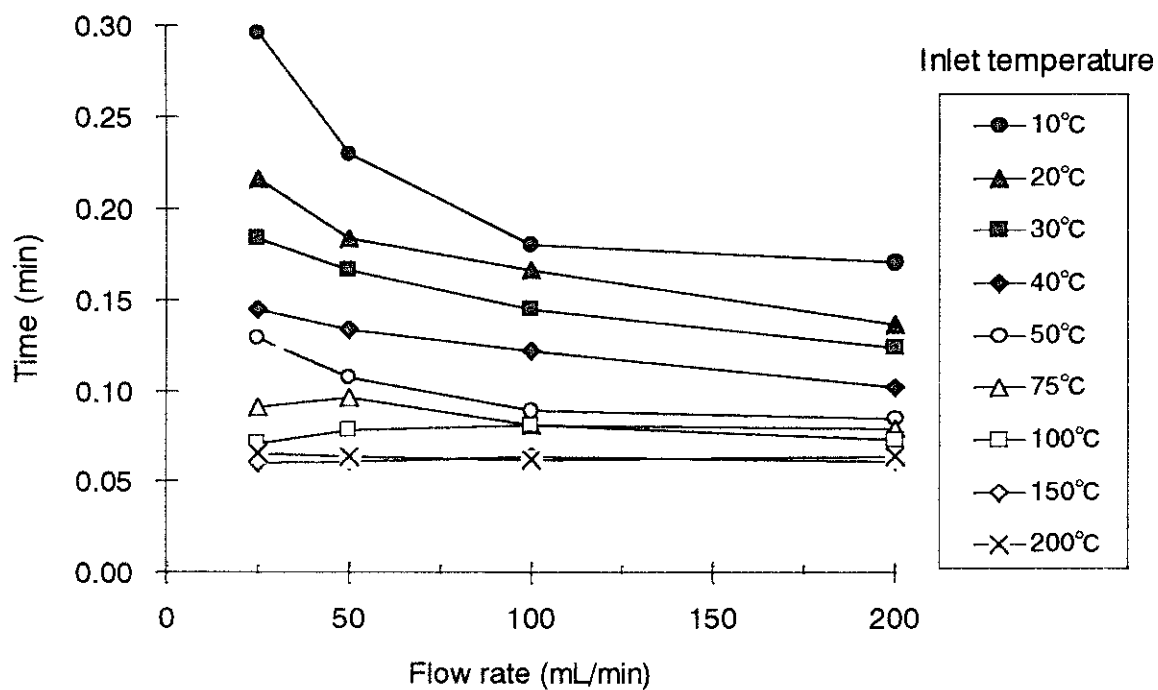


図 3 溶媒気化時間に対する排気温度及び排気流速の影響

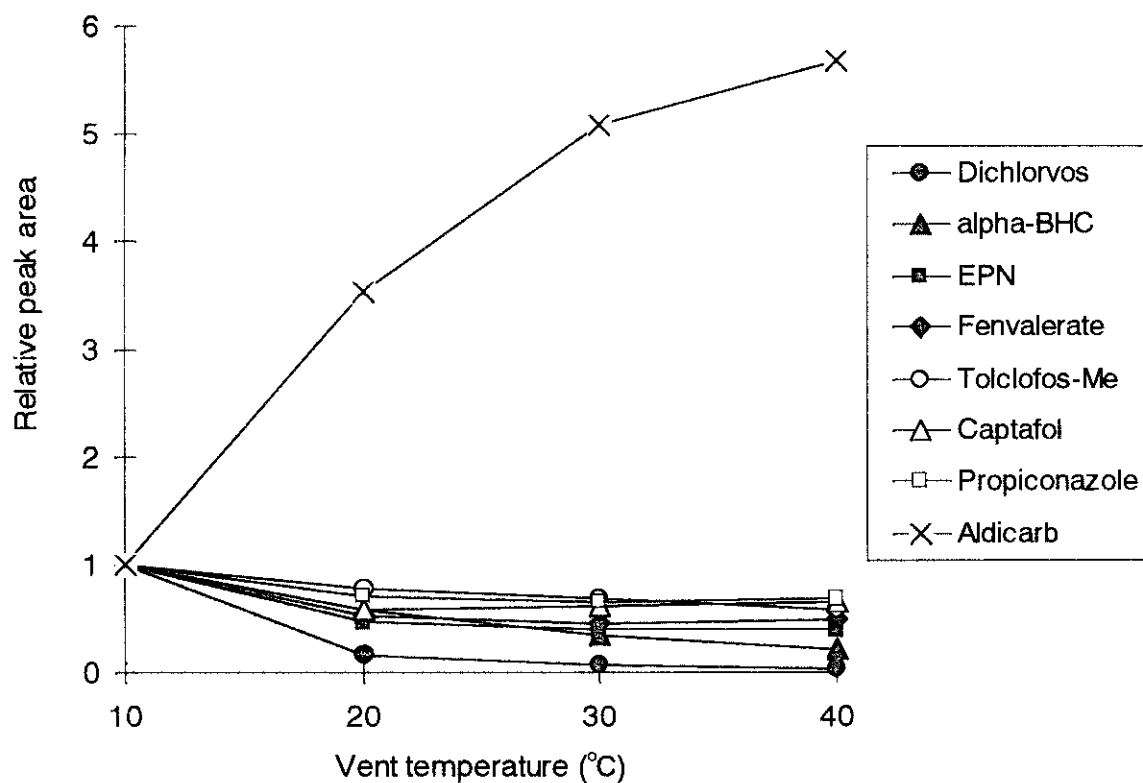


図 4 溶媒排気温度のピーク面積に対する影響
排気流速：50 mL/min，排気時間：0.5 min.

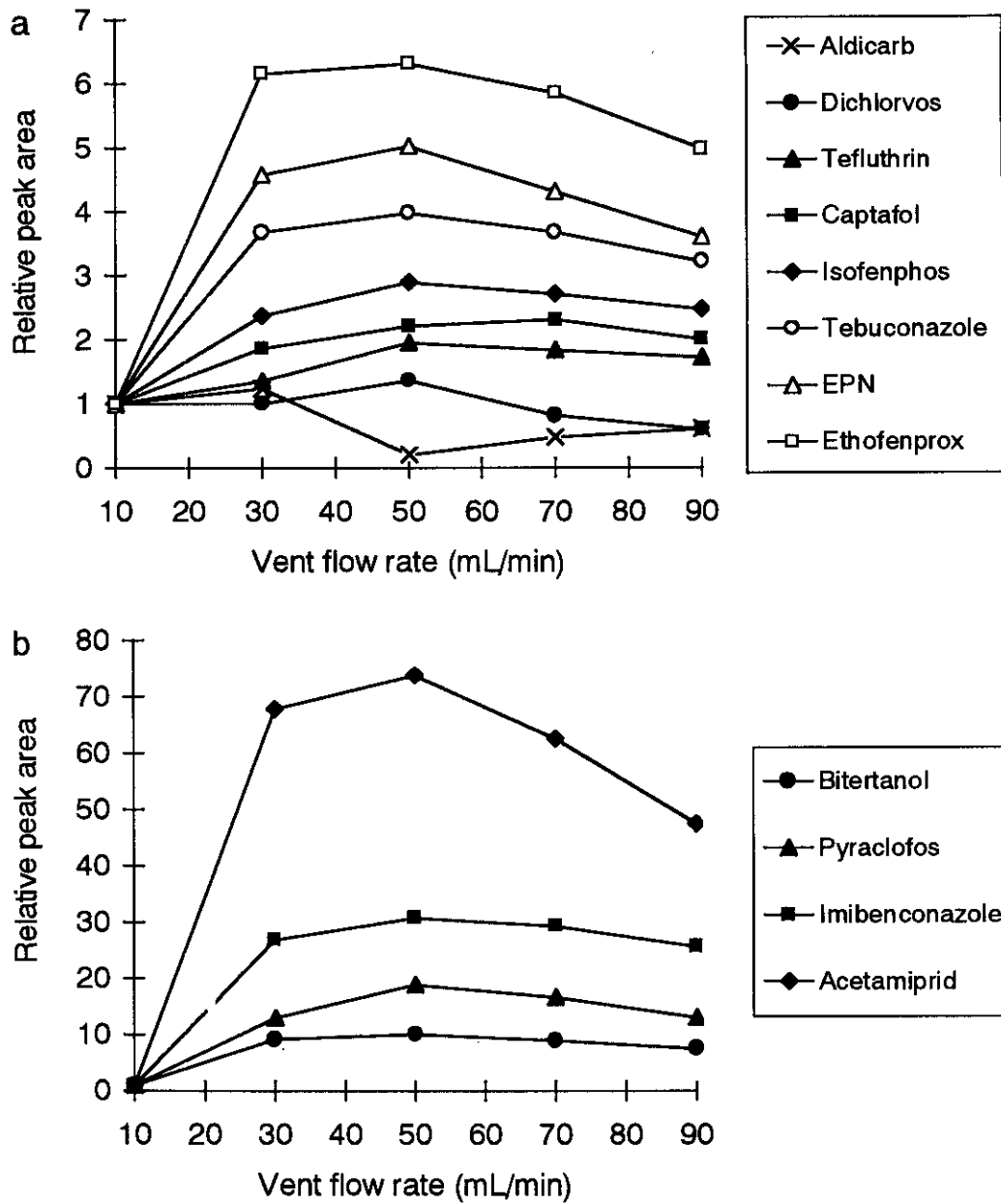


図5 溶媒排気流速のピーク面積に対する影響
排気温度：10℃，排気時間：0.5 min.

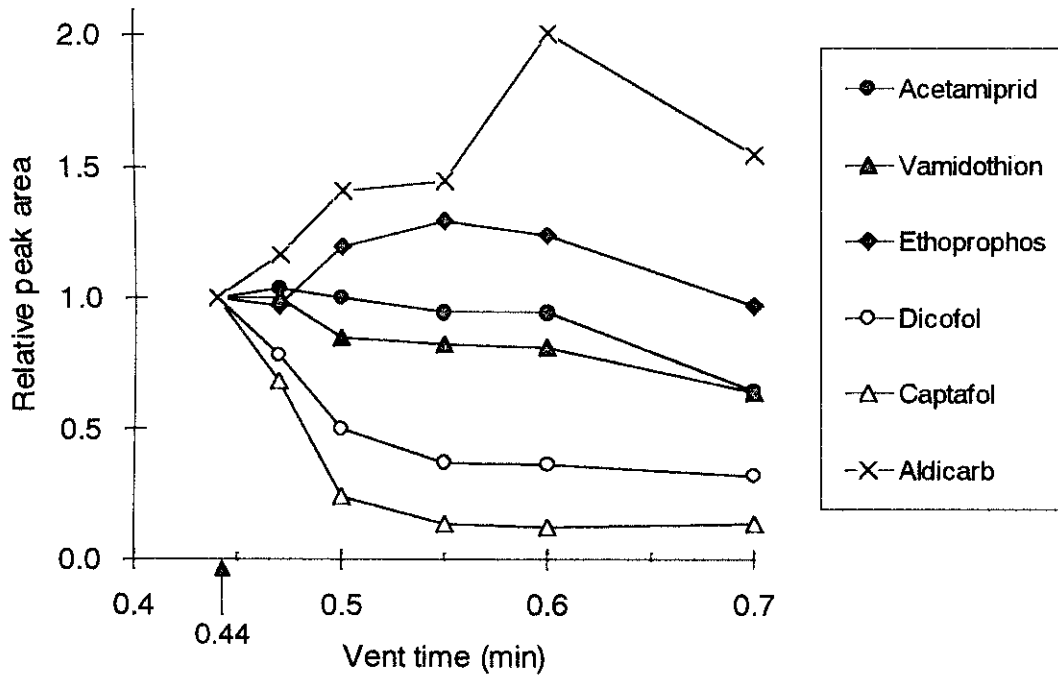


図 6 溶媒排気時間のピーク面積に対する影響
排気温度：10 °C，排気流速：50 mL/min.

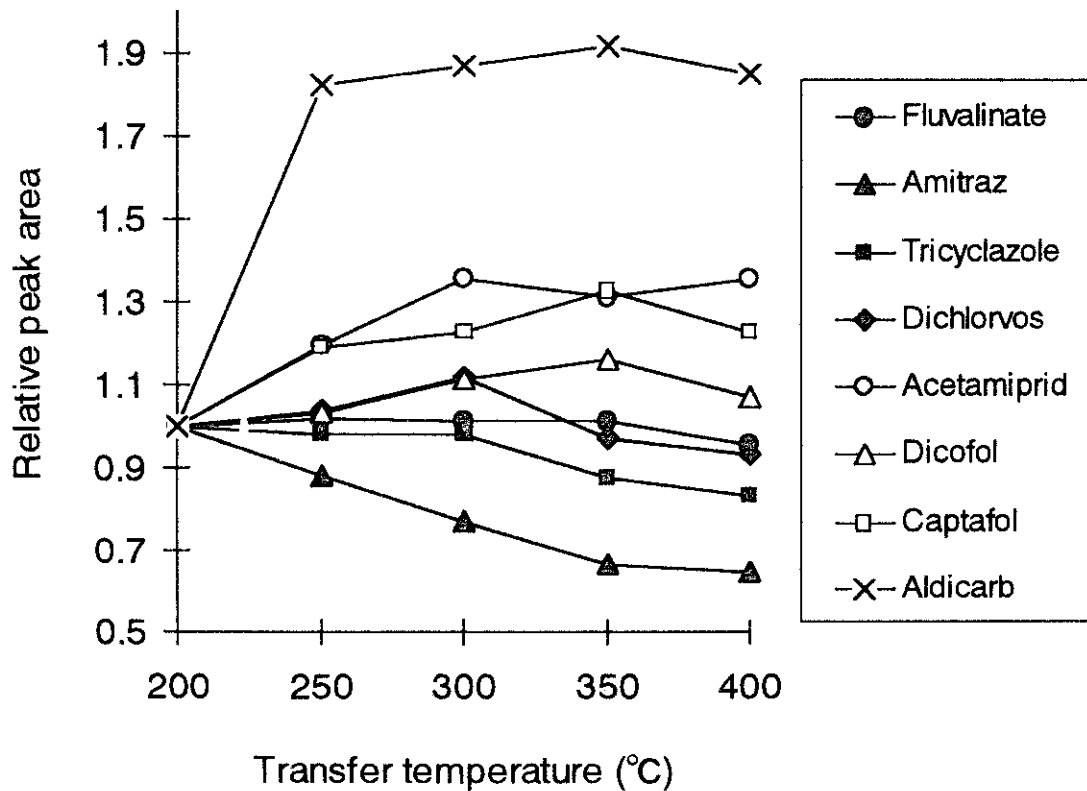


図 7 試料移動温度のピーク面積に対する影響
注入口昇温速度：720 °C/min，移動時間：2 min.

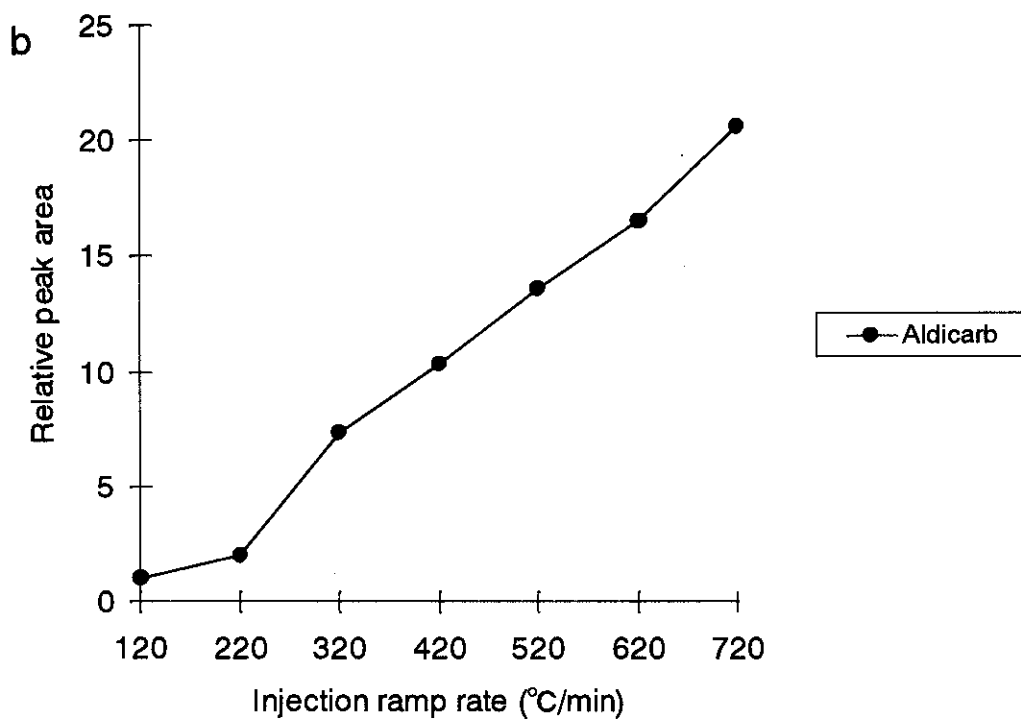
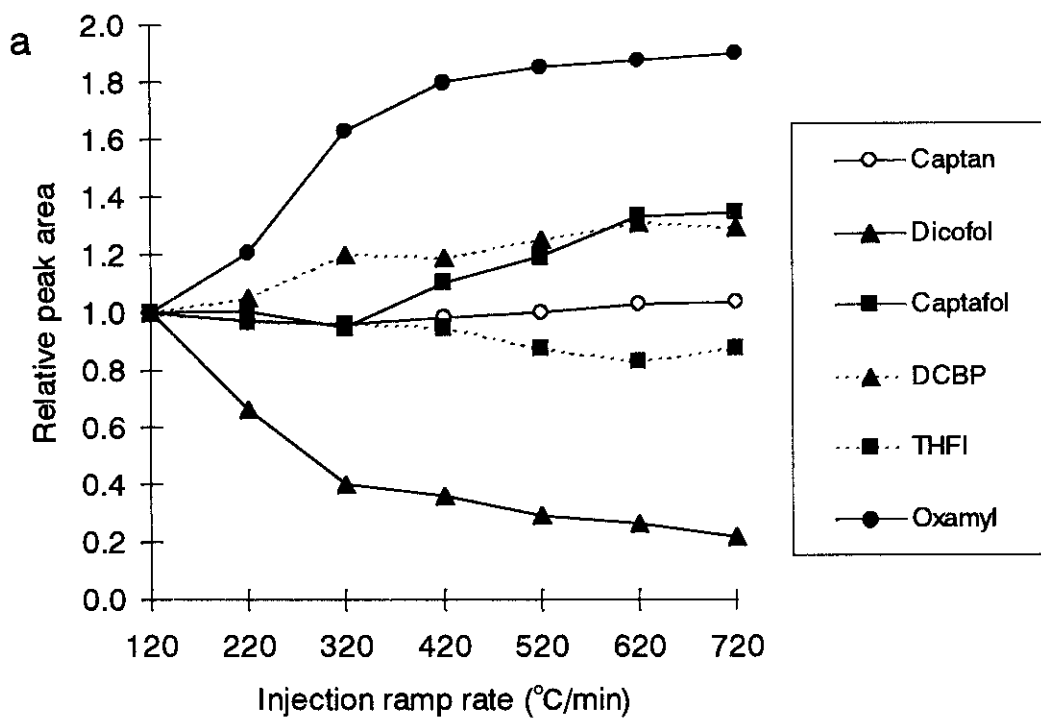


図 8 注入口昇温速度のピーク面積に対する影響
 移動温度：300 °C，移動時間：2 min.

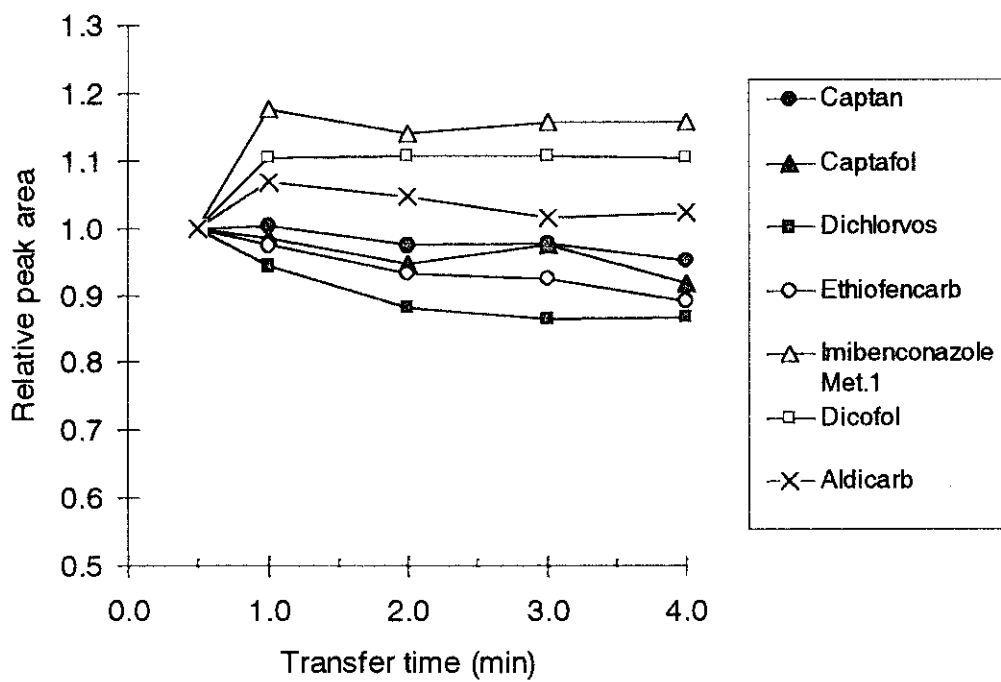


図 9 試料移動時間のピーク面積に対する影響
 移動温度：300 °C，注入口昇温速度：720 °C/min.

厚生労働科学研究費補助金(食品・化学物質安全総合研究事業)
分担研究報告書

各種手法による残留農薬分析の効率化と精度向上に関する研究
(2)GC-AEDを用いる残留農薬分析の効率化と精度向上

分担研究者 根本 了 国立医薬品食品衛生研究所 食品部主任研究官

研究要旨

GC-ECD あるいは S フィルターを装着した GC-FPD 測定では、妨害が多く残留農薬分析を行う際には煩雑な前処理を行わなければならない、含硫黄作物(ネギ類,キノコ類)中の有機塩素系及び含硫黄農薬を、原子発光検出器付きガスクロマトグラフ(GC-AED)を用いて、簡易な精製により分析する手法を検討した。BHC, DDT など分子内に塩素のみを含む 25 農薬及びキャブタン, エンドスルファンなど塩素及び硫黄を含む 7 農薬の合計 32 種類について検討した。これらの農薬は塩素を測定ターゲットとしてすべて検出でき、これらのうち硫黄を含有する農薬については、その硫黄を測定ターゲットとしても検出が可能であった。また、これら 32 農薬を試料中濃度が 0.1 ppm となるように、長ネギ, タマネギ及びシイタケの抽出溶液に添加し、フロリジルミニカラムを用いて簡易に精製したとき、ほとんどの農薬を検出することができた。しかし、カブタホールやジコホール, あるいはシイタケの抽出溶液を用いた場合などでほとんど検出できない農薬も見られたことから、精製方法などさらに検討を加える必要があることが示された。また、AED はやや検出感度は劣るものの、選択性が非常に優れているため、硫黄成分を多量に含む試料中の有機リン系農薬の分析などにも利用できる可能性が示唆された。

研究協力者

永山敏廣 東京都立衛生研究所

A. 研究目的

現在、有機塩素系及び含硫黄農薬は、一般的に GC-ECD あるいは S フィルターを装着した GC-FPD を用いて測定を行っている。しかし、ネギ類,キノコ類は成分中に妨害物質が多く含まれていることから、残留農薬を試験する際には煩雑な前処理を行わなければならない等、分析が非常に困難であった。そこで、高い選択性を持ち、多くの種類の元素を同時に測定することができる原子発光検出器付きガスクロマトグラフ(GC-AED)を用いて、塩素及び硫黄を含有する農薬 32 種類について、簡易な精製により分析する手法を検討した。妨害成分が非常に多く分析が困難な硫黄を多く含む食品などの残留農薬を、簡易な前処理で分析することができれば、残留農薬分析の効率化が図れるとともに、分析精度の向上が期待できる。

B. 研究方法

1. 試料

東京都内で購入した長ネギ, タマネギ及びシイタケ

2. 試薬及び試液

試薬: *n*-ヘキサン(ヘキサン), アセトン, 酢酸エチル及び無水硫酸ナトリウムは残留農薬試験用(和光純薬工業(株)または関東化学(株)を使用した。

カートリッジミニカラム: Sep-Pak plus Florisil (910 mg, Waters 社製)を使用した。

農薬標準品: いずれも林純薬工業(株), 関東化学(株), 和光純薬工業(株)または Riedel-de Haën 社製の残留農薬試験用試薬を用いた。表 1 に検討に用いた農薬を示した。

農薬標準原液: 各農薬標準品をヘキサンで溶解して 1 mg/mL の濃度に調製し、冷凍庫(-20℃)に保存した。

農薬標準混合溶液: 各農薬標準原液をとり、ヘキサンを加えて 10 mg/mL の濃度に調製し、冷凍庫(-20℃)に保存した。

3. 装置

GC: Hewlett Packard(HP)社製 HP5890 SERIES II

AED: HP 社製 HP5921 A

4. GC-AED 測定条件

(1)GC 条件

カラム：DB-5MS(0.25 mm i.d. × 30 m, 膜厚 0.25 μm)

カラム温度：50 °C(1 min)→ 25 °C/min → 125 °C→ 10 °C/min → 300 °C(6.5 min)

試料注入口温度：250 °C

ガス流量：ヘリウム 6.5 kgf/cm²

カラムヘッド圧：17.5 psi

注入方法：スプリットレス

注入量：2.1

(2)AED 条件

ヘリウム供給圧：30 psi

窒素パージ流量：2 L/min

キャピティ圧：1.5 psi

キャピティ温度：250 °C

トランスファーライン温度：250 °C

検出波長：塩素 479 nm, 硫黄 181 nm

使用ガス：水素 2.1 kgf/cm²

酸素 2.3 kgf/cm²

5. 試験溶液の調製

(1)抽出溶液の調製

細切した試料 20 g にアセトン-ヘキサン(2 : 3)混液 100 mL を加え、5 分間ホモジナイズした後、吸引ろ過した。ろ紙上の残渣をヘキサンで洗浄し、吸引ろ過してろ液を合わせ、40 °C 以下で減圧濃縮した。濃縮液に酢酸エチル-ヘキサン(1 : 4)混液 50 mL 及び 5%塩化ナトリウム溶液 50 mL を加え、5 分間激しく振とうした。有機層を分取し、無水硫酸ナトリウムで脱水した後、40 °C 以下で減圧濃縮した。残留物をヘキサン 2 mL に溶かし、抽出溶液とした。

(2)カートリッジミニカラムによる精製

抽出溶液 1 mL を、あらかじめアセトン-ヘキサン(1 : 9)混液 10 mL でコンディショニングした Sep-Pak plus Florisil カートリッジに負荷し、アセトン-ヘキサン(1 : 9)混液 10 mL で溶出した。溶出液を 40 °C 以下で減圧濃縮し、残留物にヘキサン 1 mL を加えて溶かし、GC-AED 用試験溶液とした。

6. 添加回収試験

長ネギ、タマネギ及びシイタケの抽出溶液 1 mL に、試料中濃度が 0.1 ppm となるように農薬標準混合溶液を添加し、5.(2)カートリッジミニカラムによる精製に従い処理し、試験溶液とした。各試験溶液は、GC-AED に注入し、ターゲット元素として塩素及び硫黄を用いて測定した。

7. 定性及び定量

各試験溶液を GC-AED に注入して得られたクロマトグラム上のピークの保持時間で定性し、またそのピーク面積値を用いて、絶対検量線法で定量した。

C. 研究結果及び考察

検討した 32 農薬のうち、BHC, DDT, クロロタロニル, ディルドリン, プロシミドンなど分子内に塩素のみ有する 25 農薬は塩素を、また、キャプタン, エンドスルファンなど 7 農薬は塩素及び硫黄をターゲットにて測定したところ、1 ng の注入量で十分に検出できた。

これら 32 農薬について、多量の硫黄成分を含む長ネギ, タマネギ及びシイタケからの検出を試みた。すなわち、いずれも試料中濃度が 0.1 ppm となるように抽出溶液に農薬を添加し、フロリジルミニカラムを用いて簡易に精製し、GC-AED に注入してターゲット元素として塩素及び硫黄を用いて測定し、検出量を求めた。その結果を表 2 及び表 3 に示した。また、その時のクロマトグラムを図 1 ~ 3 に示した。検討に用いたほとんどの農薬は検出することができたが、カプタホールやジコホール, あるいはシイタケの抽出溶液を用いた場合などでほとんど回収できない農薬も見られたことから、精製方法などさらに検討を加える必要があることが示された。

今回の検討から、AED はやや検出感度は劣るものの、選択性が非常に優れているため、硫黄成分を多量に含む試料中の有機リン系農薬の分析などにも利用できる可能性が示唆された。

D. 研究発表

1. 学会発表

立石恭也, 永山敏廣, 高野伊知郎ら：GC-AED を用いたネギ類, キノコ類中塩素及び硫黄含有農薬の分析, 日本食品衛生学会第 81 回学術講演会, 平成 13 年 5 月 17 日, 東京。

立石恭也, 永山敏廣, 高野伊知郎ら：GC-AED を用いたネギ類, キノコ類中塩素及び硫黄含有農薬の分析(第 2 報), 日本食品衛生学会第 85 回学術講演会, 平成 15 年 5 月, 東京(予定)。

表 1 測定対象農薬

分子内に塩素のみを含む農薬

- | | |
|-----------------------------------|-------------------------|
| <u>1. α-BHC</u> | <u>14. クロルベンジレート</u> |
| <u>2. β-BHC</u> | <u>15. クロルフェナピル</u> |
| <u>3. γ-BHC</u> | <u>16. クロルプロピレート</u> |
| <u>4. δ-BHC</u> | <u>17. クロロタロニル(TPN)</u> |
| <u>5. pp'-DDD</u> | <u>18. ジクロラン(CNA)</u> |
| <u>6. pp'-DDE</u> | <u>19. ジコホール</u> |
| <u>7. op'-DDT</u> | <u>20. ディルドリン</u> |
| <u>8. pp'-DDT</u> | <u>21. ピンクロゾリン</u> |
| <u>9. アルドリン</u> | <u>22. プロシミドン</u> |
| 10. エンドリン | 23. ヘプタクロル |
| 11. キントゼン(PCNB) | 24. ヘプタクロルエポキサイド |
| <u>12. クロメトキシニル</u> | 25. メトキシクロル |
| 13. クロルニトロフェン(CNP) | |

分子内に塩素及び硫黄を含む農薬

- 26. カブタホール
- 27. キャプタン
- 28. ジクロフルアニド
- 29. テトラジホン
- 30. エンドスルファン I
- 31. エンドスルファン II
- 32. エンドスルファンサルフェート

下線：平成 13 年度に実施

表 2. 試料抽出溶液に添加した農薬の検出量 (平成 13 年度実施項目)

農 薬	添加量 ($\mu\text{g/g}$)	測定 元素	検 出 量 (%)					
			長ネギ		タマネギ		シイタケ	
			平均値	SD	平均値	SD	平均値	SD
α -BHC	0.1	塩素	108.0	3.2	117.0	0.0	107.0	3.0
CNA	0.1	塩素	84.4	4.0	105.0	7.6	117.0	8.1
β -BHC	0.1	塩素	112.0	3.0	111.0	14.1	109.0	5.3
TPN	0.1	塩素	116.0	7.9	114.0	9.5	110.0	9.5
γ -BHC	0.1	塩素	76.5	5.0	126.0	16.7	103.0	13.6
δ -BHC	0.1	塩素	103.0	2.5	104.0	7.7	102.0	7.3
ジクロルアニド	0.1	塩素	118.0	31.2	48.0	8.5	95.2	5.7
	0.1	硫黄	103.2	14.6	47.1	6.6	87.7	13.5
アルドリソ	0.1	塩素	92.6	2.1	57.7	3.3	98.6	2.6
プロシモン	0.1	塩素	107.0	13.8	77.6	30.7	99.4	13.8
キャプタン	0.1	塩素	56.5	10.3	45.1	3.1	78.7	20.8
	0.1	硫黄	72.6	9.4	172.3	26.8	53.3	12.4
エンドスルファン I	0.1	塩素	128.0	10.1	92.4	9.3	18.6	1.0
	0.1	硫黄	92.5	21.0	111.3	2.3	61.5	1.6
p, p'-DDE	0.1	塩素	162.0	18.4	101.0	3.4	20.8	3.9
ディルドリン	0.1	塩素	102.0	13.2	103.0	3.2	17.6	5.8
クロルベンジレート	0.1	塩素	82.9	5.4	85.6	28.0	—	—
エンドスルファン II	0.1	塩素	—	—	82.7	9.7	—	—
p, p'-DDD	0.1	塩素	65.1*	29.5*	67.4	14.7	18.6*	8.6*
o, p'-DDT	0.1	塩素			81.6	14.4		
エンドスルファン II	0.1	硫黄	93.0	13.8	79.3	20.9	101.8	4.3
エンドスルファンサルフェート	0.1	塩素	83.2	17.3	71.0	5.8	—	—
	0.1	硫黄	92.7	11.5	101.3	30.2	84.3	13.1
p, p'-DDT	0.1	塩素	113.0	11.7	103.0	6.2	32.2	6.6
カプタホール	0.1	塩素	—	—	—	—	—	—
	0.1	硫黄	—	—	—	—	—	—
クロメキシニル	0.1	塩素	116.0	27.5	121.0	17.0	—	—

—: 検出できなかった。

*: 妨害成分により分離定量が困難であった。

表 3. 試料抽出溶液に添加した農薬の検出量 (平成 14 年度実施項目)

農薬名	添加量 ($\mu\text{g/g}$)	測定 元素	検 出 量 (%)					
			長ネギ		タマネギ		シイタケ	
			平均値	SD	平均値	SD	平均値	SD
エンドリン	0.1	塩素	66.4	3.8	78.8	2.0	83.6	12.2
キントゼン(PCNB)	0.1	塩素	72.1	5.0	77.1	9.6	80.7	13.7
クロルニトロフェン(CNP)	0.1	塩素	69.7	8.7	75.9	5.6	76.5	6.4
クロルフェナピル	0.2	塩素	95.2	49.8	41.5	35.9	77.6	7.7
クロルプロピレート	0.1	塩素	70.2	10.7	66.8	13.0	81.4	15.5
ジコホール	0.2	塩素	—	—	—	—	33.6	32.5
ピンクロゾリン	0.1	塩素	68.5	6.5	66.3	7.8	74.2	11.9
ヘブタクロル	0.1	塩素	95.1	11.2	79.3	3.9	90.7	11.4
ヘブタクロルエポキシサイド	0.1	塩素	72.7	3.2	74.0	0.9	75.4	12.0
メキシクロル	0.1	塩素	15.8	27.3	50.7	9.2	38.0	32.9
テトラジホン	0.1	塩素	64.8	10.2	46.0	16.4	56.7	19.6
	0.1	硫黄	56.7	19.6	56.7	19.6	86.4	1.9

—: 検出できなかった。

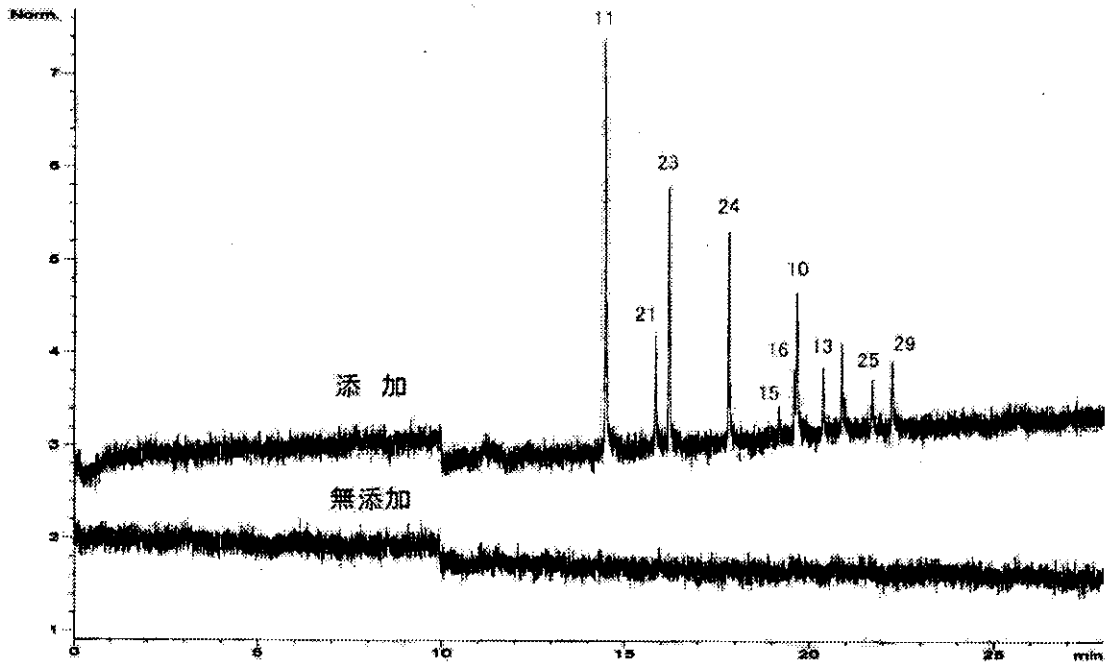


図 1. 長ネギ抽出溶液に添加した時のクロマトグラム（測定元素：塩素）
*：ピーク上の番号は測定対象農薬の番号を示す。

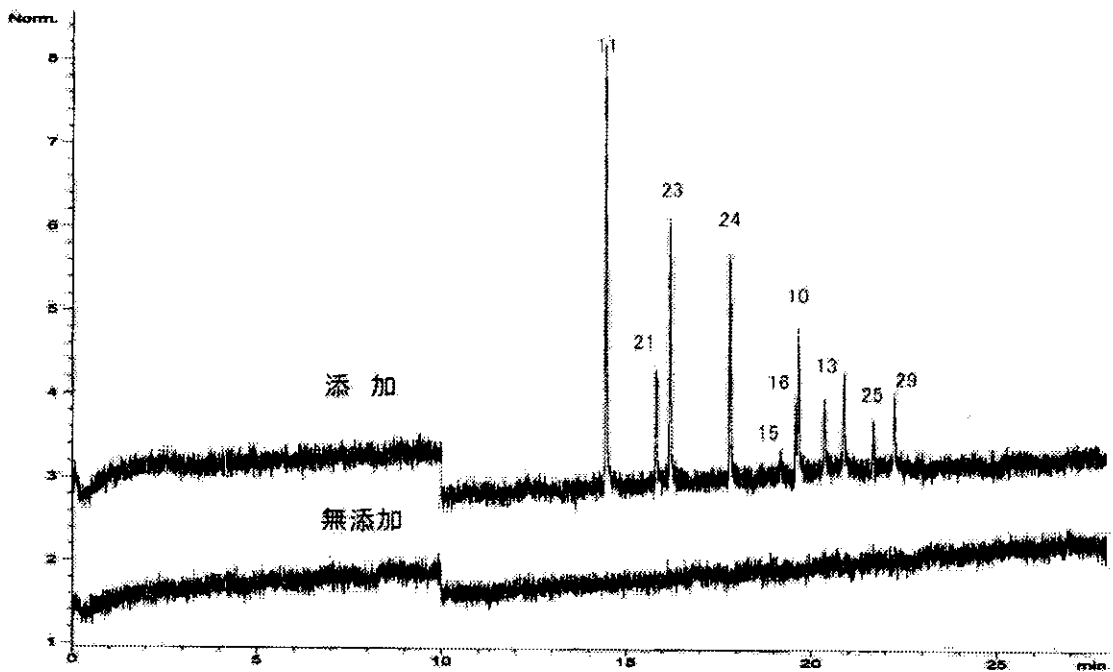


図 2. タマネギ抽出溶液に添加した時のクロマトグラム（測定元素：塩素）
*：ピーク上の番号は測定対象農薬の番号を示す。

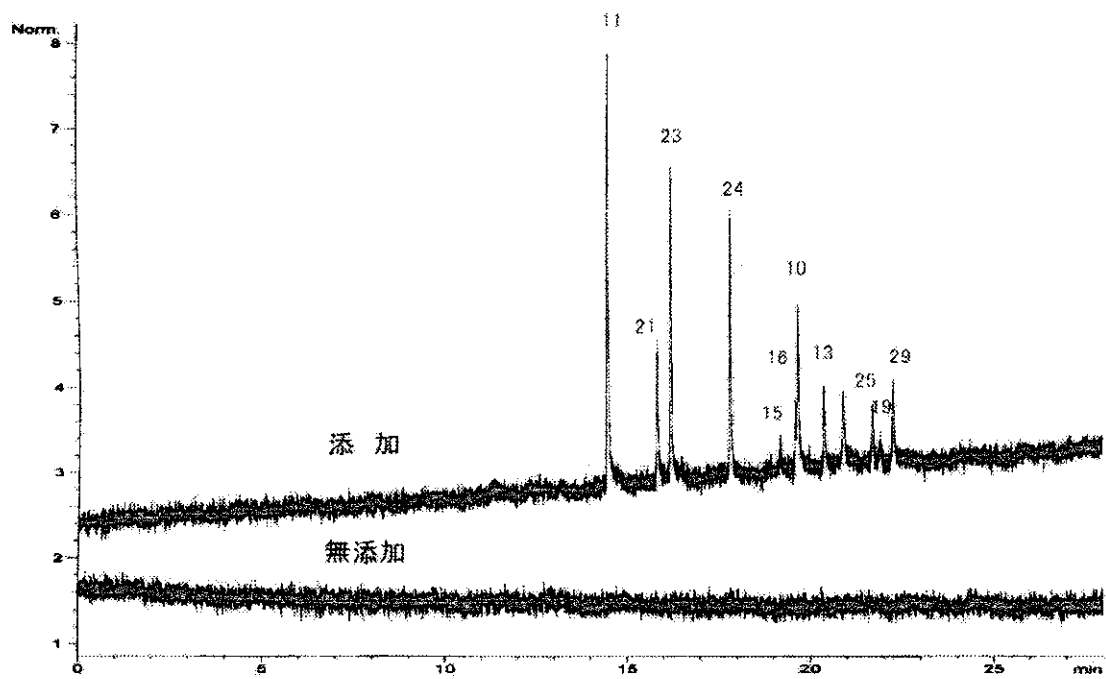


図3. シイタケ抽出溶液に添加した時のクロマトグラム（測定元素：塩素）
 *：ピーク上の番号は測定対象農薬の番号を示す。