

．分担研究報告

課題 2 ． 食品以外の暴露要因である環境中の 農薬濃度の評価に関する研究

研究分担者 鈴木 美成

令和元年度厚生労働行政推進調査事業費補助金 食品の安全確保推進研究事業

食品や環境からの農薬等の摂取量の推計と国際標準を導入するための研究

研究分担報告書

食品以外の暴露要因である環境中の農薬濃度の評価に関する研究

研究分担者

国立医薬品食品衛生研究所食品部 鈴木美成

研究要旨

有害物質の摂取量推定値は、健康リスクの管理を目的とする規格値策定等の行政施策の検討、及び効果検証のための科学的根拠となる。本研究では、食品以外の経路から国民が平均的に摂取する残留農薬の量を把握するため、大気中農薬による経気暴露に注目した。調査対象とした農薬等にはこれまで ADI に対する推定摂取量の割合が高いことが報告されている農薬と、国民の関心が高まっているネオニコチノイド系農薬に対して、大気中農薬を評価するための分析系の構築を行った。

農薬を捕集するためのフィルターには、石英フィルターとエムポアディスク C18 FF オクタデシルを用いて、アセトンにより対象化合物の抽出を行った。11 種類の農薬は LC/MS/MS にて、4 種類の農薬は GC/MS にて分析を行った。その結果、1.08 m³ の空気吸引後の対象化合物の抽出効率はいずれも 90% 以上の回収率が得られ、フィルターでの農薬のトラップならびに抽出工程での溶出が十分であることが確認できた。また、サンプリング後のフィルターを 1 週間冷蔵保存しても測定には影響ないことが確認できた。本法における定量限界は、いずれの農薬に対しても ADI の 5% に相当する暴露量を評価するも低い濃度を定量できることが示された。

研究協力者

愛媛大学 川嶋文人

早稲田大学 大河内 博

A. 目的

厚生労働省では食品を介した残留農薬等の暴露量を推定し、ADI の 80% を超えないよう食品中残留農薬等の基準値を設定している。しかし、国際的には ADI の 100% を基に食品中の残留農薬基準値が設定されて

いるのが現状である。

日本において ADI の 80% としているのは、農薬摂取は 80% が食品から、残りの 20% は環境由来の経気暴露あるいは経皮暴露によるものとの仮定の元に成り立つ。食品以外の暴露経路として、室内で家庭用殺虫剤を使

用する、あるいは家庭菜園等に散布した農薬の経気暴露の可能性がある。

しかしながら、全農薬摂取量の 20%と設定するに足る科学的な根拠は充分ではない。したがって、食品を介した農薬等の暴露推定のみを根拠とした食品中残留農薬の基準値設定は、食品以外の暴露量に不確定な要素があるため、精密なリスク管理には食品以外の経路も含めた総合的評価が必要である。

本研究班においては、ADI が低く設定されている成分かつ、一日推定摂取量試算での ADI 占有率が 70%を超える農薬等に加えて、国民の関心の高いネオニコチノイド系農薬を主な調査対象物質とし、本年度は大気中農薬の測定系の構築を行った。測定系のバックグラウンドの確認、フィルターでの農薬の吸脱着の確認、空気吸引条件下での農薬回収率の確認、サンプルの保管試験等の検討を行い、以下に示す測定系を構築をした。

B. 試料と方法

1 試薬

フルアジホップ、フルアジホップブチル、アセフェート、クロルピリホス、ヘキサジノン、ボスカリド、プロプロフェジン、ノバルロン、ピリダベン、フルベンジアミド、ピフェントリンの 11 種類の標準物質については、富士フィルム和光純薬製を使用した。ヘブタクロル、ヘブタクロルエポキシド A、ヘブタクロルエポキシド B については、AccuStandard 製を使用した。メタミドホス、フェニトロチオン、インドキサカルブは、Dr.Ehrenstorfer GmbH 製を使用した。内部標準物質は、チアメトキサム-d4、クロルピリホス-d10 は関東化学製を、フェニトロチオン-d6 は林純薬工業製を、

13C10-ヘブタクロル、13C10-ヘブタクロルエポキシド B は Cambridge Isotope Laboratories 製を使用した。アセトン、メタノール、アセトニトリル、ヘキサンは、富士フィルム和光純薬製の残留農薬・PCB 試験用 (300 倍)を使用した。LC/MS/MS の移動層に用いるメタノール及び蒸留水は関東化学製の LC/MS 用、酢酸アンモニウムはシグマアルドリッチ製の LC/MS 用を使用した。

2. 捕集方法

捕集フィルターには、石英フィルター (東京ダイレック製 Model 2500 QAT-UP, 47 mm) 及びエムポアディスク C18 FF オクタデシル (3M 製, 47 mm) を用いた。捕集フィルターは事前に測定対象化合物が無いことを確認し、そのまま用いた。捕集時に使用するフィルターホルダーは、使用前にアセトン及びヘキサンで溶媒洗浄を行い、乾燥させた後サンプリングに用いた。前段に石英フィルター、後段にエムポアディスクを配置し、吸引速度 3 L/min (柴田科学製ミニポンプ MP-300NII) で 6 時間捕集し、捕集量は 1.08 m³とした。

3. 測定用試料の調製方法

捕集後の石英フィルター及びエムポアディスクはそれぞれねじ口試験管に入れ、内部標準 (クロルピリホス-d10、チアメトキサム-d4、フェニトロチオン-d6 各 100 ng) 添加アセトン 10 mL を正確に加え、蓋の間にナフロン PTFE シートをはさみこみ、蓋をしめた。その後、軽く手で振り混ぜ vortex ミキサーで攪拌し、フィルター全体がアセトンに浸かるようにした。さらに、10 分間超音波処理を行った。遠心分離機にて 1000 ×g で 10 分間遠心処理を行い、上澄み液を各捕集フィルター

からの抽出液として各分析に使用した。

3.1. LC/MS/MS 測定用の試料調製方法

上記の方法にて抽出したアセトン溶液 1 mL を分取し、窒素にて緩やかに濃縮乾固させた。その後、メタノールを 1 mL 添加し、内容物を再溶解させた。バイアルフィルター (GE ヘルスケアライフサイエンス製 ミニユニ G2 (PVDF 0.2 μm)) でろ過し、LC/MS/MS 測定用試料とした。

3.2. GC/MS 測定用の試料調製方法

バイアルインサートに 20 μL のアセトンを入れ、手書きで目安線を引いた。上記の方法にて抽出したアセトン溶液を精確に 100 μL 分取し、バイアルインサートに入れた。内部標準液 (13C10-ヘプタクロル, 13C10-ヘプタクロルエポキシド B 各 0.2 ng) 10 μL を添加し、窒素にて緩やかに約 20 μL に濃縮し、ボルテックスミキサーで攪拌・均一化したものを GC/MS 測定用サンプルとした。

C.D. 結果と考察

1. 目標定量下限

分析法を構築するに当たり、ADI から試算した取り込み量の 1/20 を測定可能な測定系の構築を目標とした。対象化合物中で LC/MS/MS で測定を行うもののうち最も ADI が低いものはメタミドホスであり 0.091 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ の測定が必要なため、LC/MS/MS に注入する溶液の濃度として 0.009 mg/L が測定可能か確認を行った。GC/MS で測定を行う化合物で最も ADI が低いものはヘプタクロルの 0.018 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ であったため、GC/MS に注入する溶液の濃度として 0.005 mg/L が測定可能か検討した。また、1 回のサンプリングから

得られた捕集フィルターから抽出した同一の抽出液を用いて、LC/MS/MS および GC/MS の両方に適用できる抽出条件を検討した。

2. LC/MS/MS 対象化合物の測定条件の検討

LC/MS/MS では、フルアジホップ、フルアジホップブチル、アセフェート、クロルピリホス、ヘキサジノン、ボスカリド、プロフェジン、ノバルロン、ピリダベン、フルベンジアミド、ピフェントリン、メタミドホス、インドキサカルブを測定対象とした。標準溶液や試料溶液の液性は、LC の移動相として一般的に使用されるメタノールとアセトニトリル、さらに農薬の抽出効率が高いとされるアセトンを検討に用いた。各溶媒で検量線溶液を調製し LC/MS/MS 測定を行った。その結果、アセトニトリルとアセトンでは LC カラムからの溶出力が強く、保持の弱い化合物のピーク形状が悪いため今回の化合物の測定には適さなかった。そこで水の添加を行い保持力を上げ、ピーク形状の改善を試みたが効果はほとんどなかった。以上のことから LC/MS/MS での検量線溶液及び試料溶液はメタノールとした。

2.1. LC/MS/MS 分析条件

測定用試料 2 μL を LC/MS/MS に注入し、MRM 法で定量を行った。内部標準法により作成した検量線から試料中の各成分の濃度を算出した。モニターイオン及び定量に用いた内部標準物質を表 1 に示した。検量線濃度は 0.5, 1, 2, 5, 10, 20 $\mu\text{g}/\text{L}$ (メタノール溶液) を測定し検量線を作成した。すべての化合物で目標とする定量下限を満た

すことが確認できた。測定した標準溶液のクロマトグラム例を図 1 に示した。

装置: Thermo Fisher Scientific Vanquish ,
TSQ Quantis

カラム: Imtakt Cadenza CD-C18(2
mmID×150 mm , 粒径 3 μm)

溶離液: A:5mM 酢酸アンモニウム水溶液
B:メタノール

A (98%) (5 min) A (50%) (15 min)
A (2%) 8 分保持)

カラム流量: 0.25 mL/分

コリジョンガス: アルゴン

脱溶媒ガス: 窒素 (350)

2.2. LC/MS/MS 対象化合物のろ過方法 および抽出条件の検討

捕集フィルターから溶媒抽出を行った後、遠心分離で得られた上澄み液を分析に用いた。上澄み液に懸濁物質が目視で確認できない場合でも、LC/MS/MS 測定における安全を考慮し過処理を行うことにした。その際に用いるろ過用フィルターの検討を行った。0.01 mg/L 混合標準メタノール溶液を調製し、ろ過フィルターに通し、吸着等の不具合が起きないか確認した。ポリプロピレン製のディスポシリンジと 0.45 μm PTFE フィルターユニットを用いてろ過を行ったところ、ポリプロピレン製のディスポシリンジへのピフェントリンの吸着が顕著にみられた。そこでガラスシリンジを用いて上記と同じ 0.45 μm PTFE フィルターユニットでのろ過処理を行ったが、若干ではあるが吸着が確認された。0.45 μm PTFE フィルターユニットにもポリプロピレンが使用されていることから、ポリプロピレンへ

の吸着が疑われた。そのため、ポリプロピレンに直接接触しないろ過作業が可能なバイアルフィルター (GE ヘルスケア製 ミニユニ G2 (PVDF 0.2 μm)) でろ過することにより吸着等の影響がなく測定用溶液の調製が可能であることが確認できた。

次いで、各フィルターからの添加回収試験を行い、抽出溶媒の検討を行った。1 mg/L 混合標準液 0.1 mL を石英フィルターとエムポアディスクにそれぞれ添加し、1 時間放置することで溶媒を除去した。農薬添加フィルターをねじ口試験管に入れ、内部標準添加 (クロルピリホス-d10, チアメトキサム-d4, フェニトロチオン-d6 各 100 ng), メタノール 10 mL, アセトニトリル 10 mL, アセトン 10 mL のいずれかを正確に加え、蓋の間にナフロン PTFE シートをはさみこみ、蓋を閉めた。その後、軽く手で振り混ぜ、10 秒程度 vortex ミキサーで攪拌し、フィルター全体が溶媒に浸かるようにした。さらに、10 分間超音波処理を行った。遠心分離機で 1000 g にて 10 分間処理を行った。この上澄み液をフィルターからの抽出液とした。メタノールで抽出したものは、バイアルフィルターでろ過を行い測定に用いた。アセトンもしくはアセトニトリルで抽出を行った抽出液はそのままの液性ではピーク形状が悪いため測定できないため、窒素の吹き付けにより緩やかに溶媒を揮発・乾固し、メタノール 1 mL で再溶解した。その後、バイアルフィルターでろ過を行い測定に用いた。各溶媒からの回収率は、どの溶媒でも抽出効率に大きな違いが無いことが確認できた。(表 2)

2.3. LC/MS/MS 対象化合物の保管試験 捕集後から分析までの期間を考慮するた

めに保管試験を行った。1 mg/L 混合標準液 0.1 mL を石英フィルターとエムポアディスクにそれぞれ添加し、1 時間放置することで溶媒を除去した。その後、ねじ口試験管にそれぞれの捕集フィルターを入れ、ナフロン PTFE シートを挟み込み、蓋を閉めた。その試験管を冷蔵庫(4)にて7日間保管した。保管後、前述のアセトンを用いた測定試料調製法により測定試料を調製し分析を行った。その結果、表 3 に示すように1 週間程度の冷蔵庫での保管では試料に影響がないことが確認できた。

3. GC/MS 対象化合物の測定条件の検討

GC/MS では、フェニトロチオン、ヘプタクロル、ヘプタクロルエポキシド A、ヘプタクロルエポキシド B を測定対象とした。検討初期では低濃度まで測定可能な GC/MS/MS を用いクロルピリホス-d10 を内部標準として抽出液を直接注入することを想定して検討を行った。事前に検量線の測定を行い検討を行ったところ、低濃度領域ではカラムでの吸着の影響が大きく、濃度が高くなるにつれピーク面積が大きくなり、絶対検量線法では二次曲線になる傾向が顕著に見られた。また、クロルピリホス-d10 を内部標準として用いた場合には、内部標準と測定対象化合物の吸着挙動が異なり、正しい定量ができなかった。そのため、GC/MS 対象化合物においては、濃縮を行いカラムでの吸着の影響を減らすとともに、各測定対象化合物の d 体もしくは 13C ラベル体を内部標準として用い測定系構築の検討を行った。濃縮を行うことで GC/MS で測定可能な濃度レベルとなったため、GC/MS の SIM 測定で検討を行った。フェニトロチオンはフェニトロチオン-d6 を抽出

液にあらかじめ添加しておき定量に用いた。ヘプタクロル及びヘプタクロルエポキシド B については、入手した 13C ラベル体の濃度が薄く量に限りがあったため、抽出液に添加して使用するのではなく抽出液を分取した後に添加し分析を行った。抽出条件の検討については、濃縮作業が容易であるアセトンを用いて検討を行った。

3.1. GC/MS 分析条件

測定用試料 2 μ L をスプリットレス方式で GC/MS に注入し、SIM 測定を行い定量を行った。内部標準法により作成した検量線から試料中の各成分の濃度を算出した。モニターイオン及び定量に用いた内部標準物質を表 4 に示す。検量線は各化合物の 5, 10, 20, 50, 100 μ g/L (アセトン溶液) を測定し作成した。すべての化合物で目標とする定量下限を満たすことが確認できた。測定した標準溶液のクロマトグラム例を図 2 に示した。

装置 : Agilent Technologies 7890A, 5975C
カラム : DB-5MS (30m \times 0.25mmID, 膜厚 0.25 μ m)
注入方式 : スプリットレス, 2 μ L
注入口温度 : 250
イオン源温度 : 230
カラム温度 : 50 (1 min 保持)
(25 /min) 125 (10 /min) 300
(10 min 保持)
キャリアガス : ヘリウム (Constant Flow 1.0 mL/min)

3.2. GC/MS 対象化合物の抽出条件ならびに保管試験の検討

1 回のサンプリングから得られる捕集フィ

ルターから抽出した同一の抽出液を用いて LC/MS/MS および GC/MS の両方に使用できるようなセトンを抽出溶媒として検討を行った。なお、本検討では保管試験の結果からアセトンでの抽出が可能であるか、7日間の保管が可能であるかを同時に評価した。

捕集後、分析までの期間を考慮するため保管試験の手順は以下のように行った。1 mg/L 混合標準液 0.1 mL を石英フィルターとエムポアディスクにそれぞれ添加し、1 時間放置することで溶媒を除去した。その後、ねじ口試験管にそれぞれ捕集フィルターを入れ、ナフロン PTFE シートを挟み込み蓋を閉めた。その試験管を冷蔵庫(4)にて7日間保管した。保管後、内部標準(クロルピリホス-d10, チアトキサム-d4, フェニトロチオン-d6 各 100 ng) 添加アセトン 10 mL を正確に加え、蓋の間にナフロン PTFE シートをはさみこみ蓋を閉めた。その後、軽く手で振り混ぜ、10 秒程度 vortex ミキサーで撹拌し、フィルター全体が溶媒に浸かるようにした。さらに、10 分間超音波処理を行った。遠心分離機で 1000 × g にて 10 分間処理を行った。この上澄み液をフィルターからの抽出液とした。バイアルインサートに 20 μL のアセトンを入れ、手書きで目安線を引いた後、アセトン抽出液を正確に 100 μL 分取しバイアルインサートに入れた。内部標準液(13C10-ヘプタクロル, 13C10-ヘプタクロルエポキシド B 各 0.2 ng) を 10 μL 添加し、窒素にて緩やかに約 20 μL まで濃縮し、ポルテックスミキサーで撹拌、均一化したものを GC/MS 測定用サンプルとした。測定結果を表 5 に示す。各フィルターからの回収率は良好な範囲内に入り抽出方法、作業手順、冷蔵庫(4)にて 7 日間保管に問題がない

ことが確認できた。(表 5)

4. 捕集性能評価

本検討では実際の捕集作業に近い状況で農薬がフィルター上に保持されるか確認を行った。石英フィルター上に 1 mg/L 混合標準液 0.1 mL を添加し、1 時間放置することで溶媒を除去し農薬を石英フィルター上に保持させた。前段に対象化合物を添加後の石英フィルター、後段にエムポアディスクを配置し、実験室内の空気を吸引速度 3L/min で 6 時間、合計 1.08 m³ の空気を捕集した。その後、前述のアセトン抽出ならびに測定試料調製方法により測定試料を調製し各装置にて分析を行った。その結果、表 6, 7 に示すように各測定対象化合物は 1.08 m³ の空気を捕集しても石英フィルターとエムポアディスクに保持されていることが確認できた。

E. 結論

本検討では空气中農薬の測定系の構築を行った。捕集フィルターは石英フィルターとエムポアディスク C18 FF オクタデシルを用い、アセトンにより対象化合物の抽出を行った。11 種類の LC/MS/MS 対象化合物ではクロルピリホス-d10、チアトキサム-d4 を内部標準とし、4 種類の GC/MS 対象化合物ではフェニトロチオン-d6、13C10-ヘプタクロル、13C10-ヘプタクロルエポキシド B を内部標準として分析を行った。その結果、1.08 m³ の空気吸引後の対象化合物の抽出効率はいずれも 90%以上の回収率が得られ、フィルターでの農薬のトラップならびに抽出工程での溶出が十分であることが確認できた。また、サンプリング後のフィルターを 1 週間冷

蔵保存しても測定には影響ないことが確認できた。本法における各農薬の定量限界はいずれも目標値よりも低い値であった。

F. 研究発表

1. 論文発表
なし

2. 学会発表
なし

表1 LC/MS/MS 対象化合物の測定条件と定量下限

	保持時間(分)	定量イオン		確認イオン		極性	内部標準	目標定量下限(mg/L)	装置の定量下限(mg/L)
フルアジホップチル	20.22	384.100	282.100	384.100	328.100	Positive	チアマトキサム-d4	0.009	0.000045
フルアジホップ	11.75	328.080	282.000	328.080	238.000	Positive	チアマトキサム-d4	0.009	0.000041
アセフェート	6.10	184.020	143.000	184.020	95.000	Positive	チアマトキサム-d4	0.009	0.00021
クロルピリホス	21.40	349.930	198.000	349.930	97.000	Positive	クロルピリホス-d10	0.009	0.00013
メタミドホス	5.20	142.010	94.000	142.010	125.000	Positive	チアマトキサム-d4	0.009	0.000045
ヘキサジノン	11.65	253.124	171.071	253.124	71.071	Positive	チアマトキサム-d4	0.009	0.000033
インドキサカルブ	19.26	528.080	203.000	528.080	150.000	Positive	チアマトキサム-d4	0.009	0.00016
ボスカリド	15.43	343.040	307.000	343.040	140.000	Positive	チアマトキサム-d4	0.009	0.00016
ブプロフェジン	20.63	306.160	201.100	306.160	116.000	Positive	チアマトキサム-d4	0.009	0.000048
ノバルロン	19.66	491.000	471.000	491.000	305.000	negative	チアマトキサム-d4	0.009	0.00032
ピリダベン	22.51	365.100	309.000	365.100	147.000	Positive	チアマトキサム-d4	0.009	0.00011
フルベンジアミド	17.49	681.000	254.000	681.000	274.000	negative	チアマトキサム-d4	0.009	0.00027
ピフェントリン	23.49	440.160	181.000	440.160	166.000	Positive	チアマトキサム-d4	0.009	0.00011
チアマトキサム-d4	7.83	296.000	215.000	296.000	183.000	Positive	-	-	-
クロルピリホス-d10	21.32	360.000	199.000	360.000	99.000	Positive	-	-	-

表2 各溶媒における LC/MS/MS 対象化合物の抽出効率 (n=1)

	アセトン		メタノール		アセトニトリル	
	石英フィルター	エムポアディスク	石英フィルター	エムポアディスク	石英フィルター	エムポアディスク
	回収率 (%)	回収率 (%)	回収率 (%)	回収率 (%)	回収率 (%)	回収率 (%)
フルアジホップチル	104%	112%	106%	109%	108%	103%
フルアジホップ	100%	102%	102%	104%	102%	89%
アセフェート	104%	111%	104%	109%	108%	107%
クロルピリホス	93%	106%	104%	107%	96%	96%
メタミドホス	99%	105%	104%	107%	100%	95%
ヘキサジノン	103%	108%	103%	105%	105%	102%
インドキサカルブ	103%	107%	103%	108%	107%	101%
ボスカリド	101%	107%	101%	104%	103%	102%
ブプロフェジン	100%	111%	101%	106%	106%	99%
ノバルロン	104%	111%	108%	109%	107%	105%
ピリダベン	99%	106%	100%	100%	103%	97%
フルベンジアミド	104%	109%	105%	108%	105%	104%
ビフェントリン	96%	99%	100%	98%	98%	94%

表3 一週間の冷蔵保管後の LC/MS/MS 対象化合物の抽出効率 (n=3)

	石英フィルター		エムポアディスク	
	平均回収率 (%)	CV (%)	平均回収率 (%)	CV (%)
フルアジホップチル	109%	1.2%	109%	0.7%
フルアジホップ	109%	1.2%	106%	0.5%
アセフェート	108%	1.3%	107%	2.1%
クロルピリホス	104%	2.0%	103%	0.4%
メタミドホス	81%	3.9%	100%	0.6%
ヘキサジノン	110%	1.2%	109%	0.3%
インドキサカルブ	110%	2.0%	108%	1.1%
ボスカリド	114%	1.3%	115%	0.2%
ブプロフェジン	107%	1.5%	106%	0.4%
ノバルロン	120%	1.1%	122%	1.6%
ピリダベン	103%	2.8%	101%	0.8%
フルベンジアミド	118%	1.7%	122%	1.6%
ビフェントリン	99%	1.3%	91%	1.8%

表4 GC/MS 対象化合物の測定条件と定量下限

	保持時間(分)	定量イオン	確認イオン	内部標準	目標定量下限(mg/L)	装置の定量下限(mg/L)
フェニトロチオン	13.93	277	260	フェニトロチオン-d6	0.005	0.0018
ヘプタクロル	13.63	337	339	¹³ C ₁₀ -ヘプタクロル	0.005	0.0021
ヘプタクロルエポキシドA	15.17	353	351	¹³ C ₁₀ -ヘプタクロルエポキシドB	0.005	0.0028
ヘプタクロルエポキシドB	15.10	353	351	¹³ C ₁₀ -ヘプタクロルエポキシドB	0.005	0.0027
フェニトロチオン-d6	13.88	283	266	-	-	-
¹³ C ₁₀ -ヘプタクロル	13.63	347	349	-	-	-
¹³ C ₁₀ -ヘプタクロルエポキシドB	15.10	400	402	-	-	-

表5 一週間の冷蔵保管後の GC/MS 対象化合物の抽出効率 (n=3)

	石英フィルター		エムポアディスク	
	平均回収率(%)	CV(%)	平均回収率(%)	CV(%)
フェニトロチオン	99%	7.7%	90%	8.6%
ヘプタクロル	76%	21%	95%	2.4%
ヘプタクロルエポキシドA	85%	5.1%	90%	0.9%
ヘプタクロルエポキシドB	93%	7.5%	100%	2.2%

表6 1.08 m³の空気捕集時の各フィルターでの LC/MS/MS 対象化合物の回収率 (n=3)

	石英フィルター	エムポアディスク		
	平均回収率 (%)	平均回収率 (%)	平均合計回収率 (%)	CV (%)
フルアジホップブチル	107%	-	107%	1.7%
フルアジホップ	100%	-	100%	0.6%
アセフェート	109%	-	109%	0.5%
クロルピリホス	74%	22%	96%	2.4%
メタミドホス	101%	-	101%	1.9%
ヘキサジノン	104%	-	104%	0.4%
インドキサカルブ	107%	-	107%	1.0%
ボスカリド	103%	-	103%	0.2%
ブプロフェジン	104%	-	104%	0.3%
ノバルロン	108%	-	108%	1.6%
ピリダベン	99%	-	99%	1.8%
フルベンジアミド	105%	-	105%	0.2%
ビフェントリン	98%	-	98%	1.2%

表7 1.08 m³の空気捕集時の各フィルターでの GC/MS 対象化合物の回収率 (n=3)

	石英フィルター	エムポアディスク		
	平均回収率 (%)	平均回収率 (%)	合計回収率 (%)	CV (%)
フェニトロチオン	95%	-	95%	3.3%
ヘプタクロル	-	95%	95%	5.5%
ヘプタクロルエポキシドA	39%	51%	90%	3.4%
ヘプタクロルエポキシドB	44%	56%	100%	2.4%



Quartz filter C18 filter

空気サン
プリング



空気吸引ポンプ

空気サンプリング
捕集空気量：1 m³
捕集膜：Quartz filter + C18 filter



農薬の抽出
抽出条件：アセトンによる
超音波抽出



分析試料の調整
LC: メタノール転溶
GC: 濃縮



機器分析
LC-MS/MS, GC-MS分析

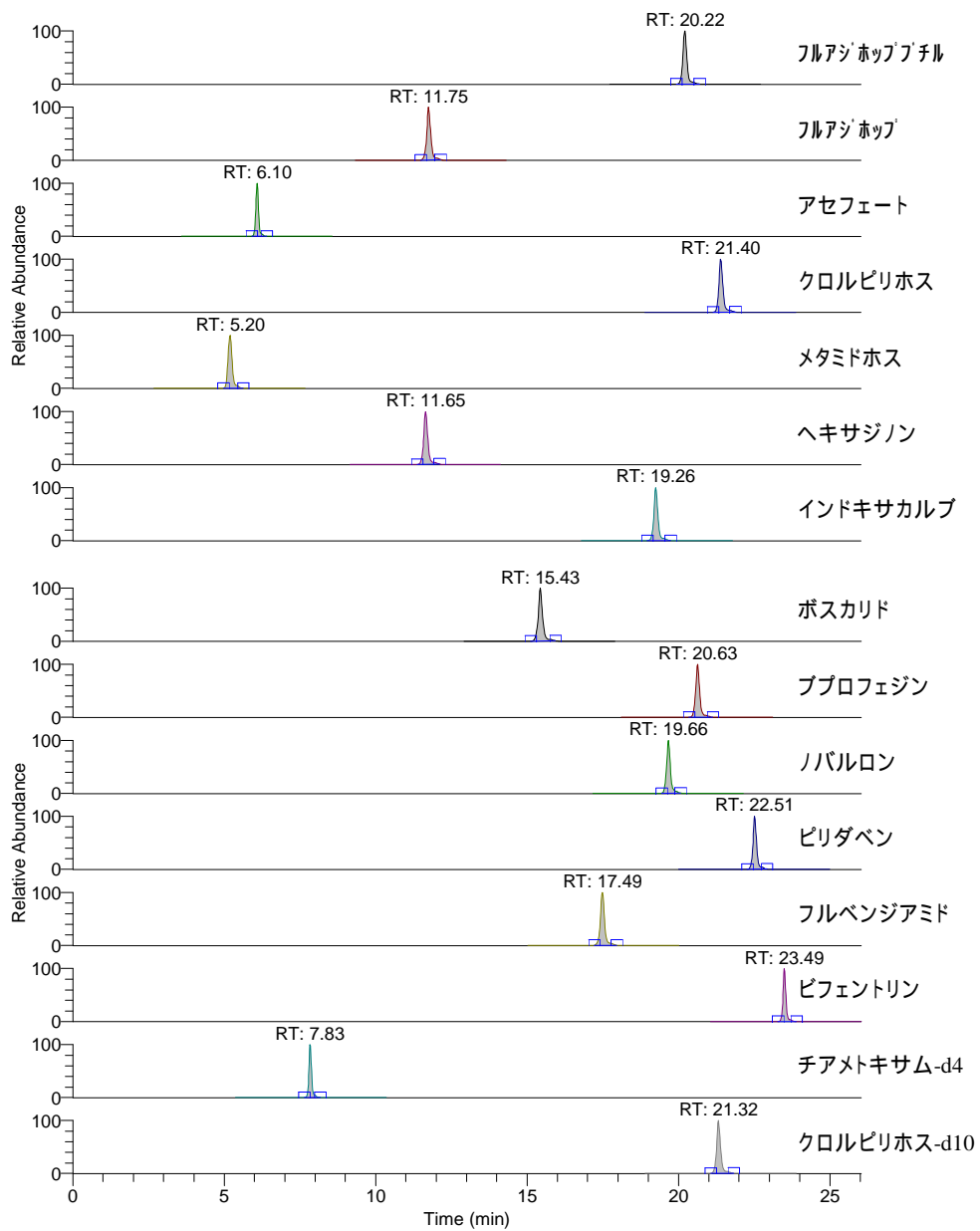


図 2 LC/MS/MS 対象化合物のクロマトグラム

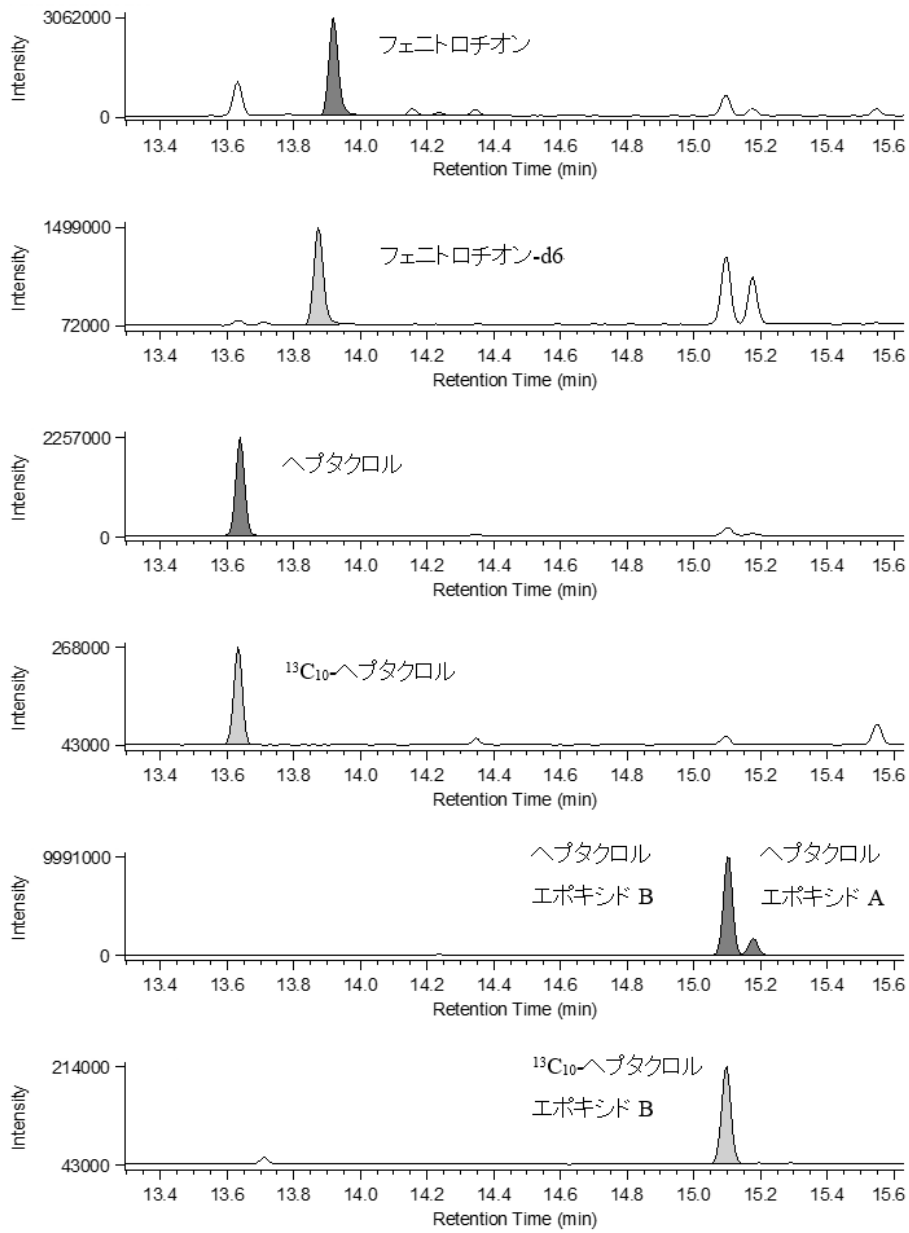


図 3 GC/MS 対象化合物のクロマトグラム