

## (4) 調査研究結果報告会(要旨)

---

平成16年度・所内調査研究結果報告会の資料集から、本年報の調査研究及び他誌には未発表の内容についてその要旨を掲載しました。

- 1) 残留農薬の一斉分析法に関する研究……………65
- 2) 芹川ダムの生態系を利用した水質改善（淡水赤潮対策）……………67

# 1 残留農薬の一斉分析法に関する研究

曾根聡子、森崎澄江、溝腰利男、野尻敏博

## 要 旨

LC/MS/MS及びGC/MSによる96農薬 (117成分) の一斉分析法について検討した結果、LC/MS/MSでは10農薬 (14成分) が、ポジティブリスト制導入により必要となる 0.01ppm の分析が可能であった。しかし、GC/MSでは、機器の感度不足等により現在使用している機器における分析は困難であった。

### 1 はじめに

平成15年5月に食品衛生法が改正され、基準が定められていない農薬、動物用医薬品及び飼料添加物が、人の健康を損なうおそれのない量として厚生労働大臣が定める値以上含まれる食品の流通を原則禁止する、いわゆるポジティブリスト制が導入されることとなった。これにより、約400の農薬がリストアップされる予定であり、より効率的に多くの農薬に対応できる一斉分析法について検討を行なった。

### 2 方 法

検体はレモン、ねぎ、かぼちゃ等を用いた。前処理は、厚生労働省より示された分析法 (案)<sup>1)</sup> 及び兵庫県立衛生研究所法<sup>2)</sup> を参考に、図1により検討を実施した。

測定<sup>2,3,4)</sup> は以下の装置により、LC/MS/MSでは15成分を、GC/MSでは110成分を対象として検討した。

LC/MS/MS : Agilent 1100、

Applied Biosystems API2000

GC/MS : Hewlett Packard HP-5890シリーズII、

日本電子データム JMS-AX505W

### 3 結果及び考察

LC/MS/MSでは11農薬 (15成分) について、imazalil は10 $\mu$ g、その他の農薬は1 $\mu$ gを添加して分析した結果を表1に示す。ethiofencarb、imazalilの回収率が低かったが、ethiofencarbは酸化体を含めて測定することで60%以上の回収率が得られた。その他の9農薬は60%以上と回収率はほぼ良好であり、

0.01ppmの濃度での分析が可能であった。

GC/MSでは93農薬 (110成分) について分析したが、感度不足等により一度の測定では0.1ppmの濃度でも分析が困難なものがあつた。

LC/MS/MSは感度も高く、今回測定した農薬について十分な回収率が得られていることから、1日で処理が可能今回の前処理は有効であると思われるが、GC/MSではLC/MS/MSとの感度差等の問題があり、十分な結果が得られなかったため、濃縮や他の固相抽出カラムの利用等、更に検討が必要である。また、測定対象農薬についても、LC/MS/MSを中心に拡大が必要である。

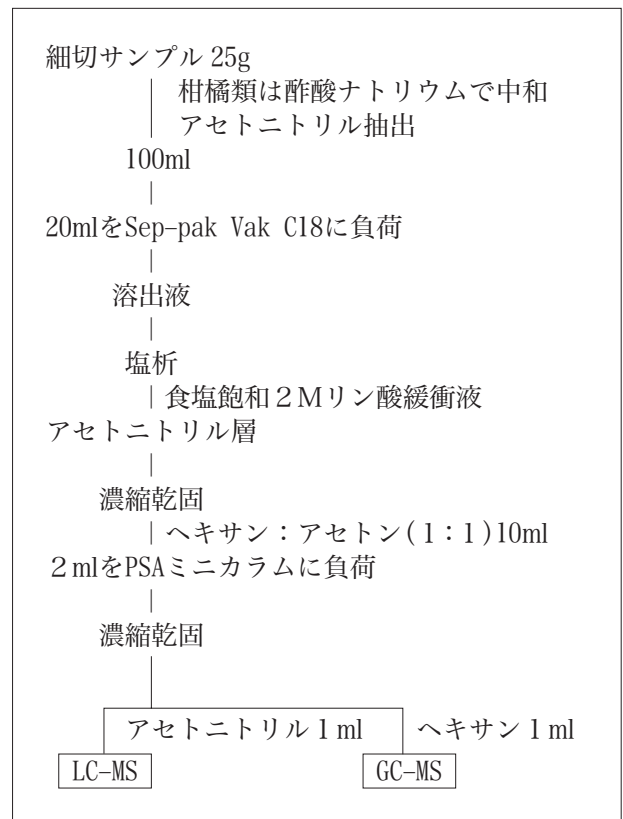


図1 前処理方法

表1 LC/MS/MS測定対象農薬 回収率

	レモン	ネギ	アボカド	バナナ	カボチャ
oxamyl	89.3	88.8	79.0	83.0	95.0
aldicarb	79.8	74.3	73.0	75.0	86.5
bendiocarb	101.3	96.5	81.0	72.0	78.5
carbaryl	92.0	90.3	83.5	78.0	90.5
ethiofencarb	69.3	10.4	6.1	72.0	66.5
ethiofencarb sulfoxide	26.5	72.3	59.0	6.6	9.1
ethiofencarb sulfone	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
fenobucarb	66.0	69.0	69.5	87.5	92.0
methiocarb	99.3	89.0	81.0	78.0	82.5
methiocarb sulfoxide	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
methiocarb sulfone	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
acephate	66.3	80.3	85.3	63.0	69.0
imazalil	28.8	41.5	27.5	67.5	75.0
carbofuran	100.8	90.3	89.5	88.0	94.0
dimethoate	94.8	94.8	85.8	81.0	89.0

#### 4 参考文献

- 1) 平成16年8月6日 厚生労働省医薬食品安全局 食品安全部基準審査課, 食品中に残留する農薬等のポジティブリスト制に係る分析法(案)の検討について
- 2) 秋山由美、矢野美穂、三橋隆夫、武田信幸、辻正彦: 固相抽出法を用いた農産物中残留農薬のGC/MSによる多成分一斉分析, 食衛誌, 37 (6), 351-362 (1996)
- 3) 山口之彦: 農作物中の農薬分析におけるLC/MS/MSの応用
- 4) 小谷野貴文、伴埜行則、筒井達也、橋本貴弘、羽室夫美子、米田昌裕、川勝剛志、稲田眞之助、森田正和: LC/MS/MSによる農産物中残留農薬の一斉分析法, 京都市衛公研年報, 68, 90-100 (2002)

## 2 芹川ダムの生態系を利用した水質改善 (淡水赤潮対策)

坂田隆一

### 要 旨

平成15年度の沈降量調査の結果、芹川ダム流入部 (二又-5、本川-24) 地点における窒素、リンの沈降量が多いことがわかった。<sup>2)</sup> このことは、芹川ダム流入部 (二又-5、本川-24) において生物生産が盛んであり、芹川ダムの栄養塩の供給源となっていることを示していた。

前年度の調査結果を踏まえ、本年度は、ダム流入部二又-5地点の底泥からの栄養塩の溶出試験を実施し、アンモニア、燐酸の溶出速度及び脱窒の速度を求めることができた。

### 1 はじめに

芹川ダムは、大分県政史上2番目の河川総合開発事業の一環として、戦後における国土復興計画に伴う電力事情の緩和、洪水被害の軽減および、農業用水確保による食料増産を目的とした多目的ダムとして1953年に着工し、1956年3月に完成した。完成から約30年経過した1987年頃からアオコと同時に異臭味の発生が見られるようになり、1987年~1995年にかけて企業局の依頼を受け、富栄養化の進行と異臭味発生機構の解明<sup>1)</sup>を目的とした調査を実施した。

富栄養化の原因物質である栄養塩 (N, P) の湖内での循環量を明らかにし、生態系利用による水質改善対策の基礎研究を行うことを目的とする。

### 2 調査方法

#### (1) 試験方法

チャンバー (100cm×100cm×15cm) による溶出試験 (図1)

#### (2) 調査地点

二又-5

#### (3) 調査期間

2005年2月21日~3月14日

#### (4) 分析項目

NH<sub>4</sub>-N、NO<sub>2</sub>-N、NO<sub>3</sub>-N、PO<sub>4</sub>-P、T-N、T-P、TOC

### 3 結 果

#### (1) 燐酸イオン

図2にチャンバー内の燐酸濃度と溶存酸素濃度の経時変化を示す。

#### (2) アンモニアイオン

図3にチャンバー内のアンモニア態窒素の経時変化を示す。

#### (3) 硝酸イオン

図4にチャンバー内の硝酸態窒素の経時変化を示す。

#### (4) 結果の概要

チャンバーによる底泥の溶出実験の結果は表1のとおりで、富栄養湖では一般的な値であった。

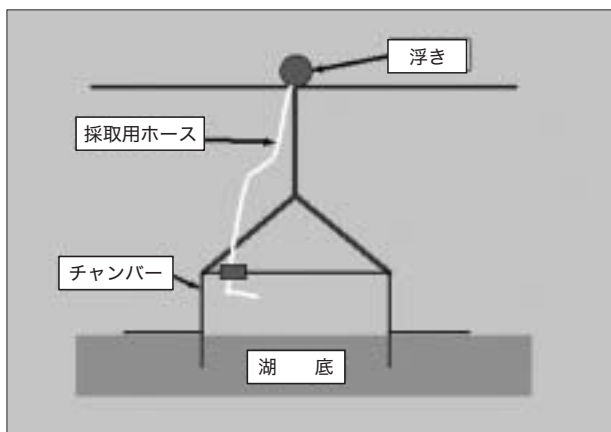


図1 ステンレスチャンバーの構造

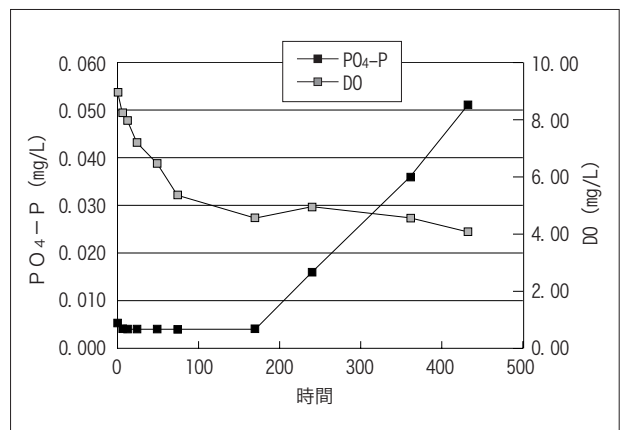


図2 チャンバー内の溶存態燐濃度と溶存酸素濃度の経時変化

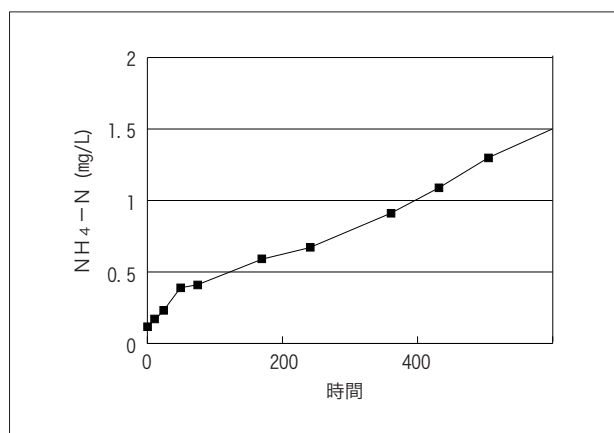


図3 チャンバー内のNH<sub>4</sub>-Nの経時変化

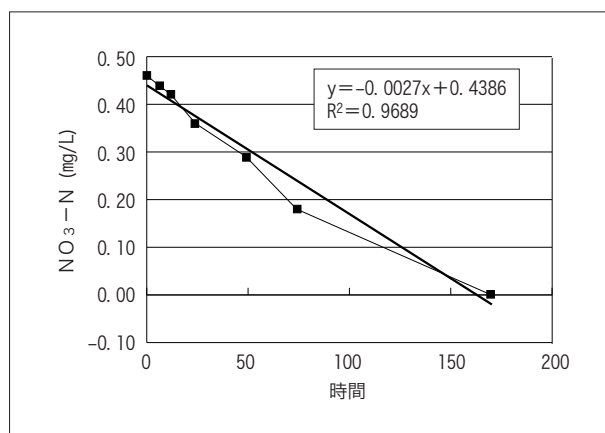


図4 チャンバー内の硝酸態窒素の経時変化

表1 チャンバーによる底泥の溶出速度

単位; mg/m<sup>2</sup>, day

項目	芹川 (二又-5)	琵琶湖南湖	諏訪湖	池田湖
アンモニア態窒素	9.6 (7.6 ~ 14)	2 ~ 65	19 ~ 238	6 ~ 23.1
リン酸態リン	0.64	0.4 ~ 41	0 ~ 36.6	0.1 ~ 2.1
脱窒	13	2 ~ 45	-	-

#### 4 生態系利用による水質汚濁対策への課題

- (1) 湖底泥から溶出する栄養塩を捕捉する生物をアオコから湖上植物へ変更することによる水質の改善 (湖上農業-北川ダムの筏栽培など)
- (2) 湖底泥の好気性化による底生動物群集発生 (育成) による水質改善
- (3) (1)、(2)の組み合わせによる漁場の創生による水質改善

今後、(1)~(3)の課題実現のための基礎調査を行うこととしている。

#### 5 参考文献

- 1) 大分県衛生環境研究センター年報23号 (1995) 資料 芹川ダム水質調査 (1987 ~ 1995)
- 2) 大分県衛生環境研究センター年報31号 (2004)