



農薬混合標準液52 (関東化学)  
 農薬混合標準液62 (関東化学)  
 農薬混合標準液64 (関東化学)  
 農薬混合標準液66 (関東化学)  
 トリアジフラム標準品 (和光純薬工業)  
 プロジアミン標準品 (関東化学)  
 メトコナゾール標準品 (シグマ・アルドリッチ)  
 フルオランテン-d10 (関東化学)  
 を使用した。

LC項目用の標準品として

農薬混合標準液3 (関東化学)  
 農薬混合標準液24 (関東化学)  
 農薬混合標準液55 (関東化学)  
 農薬混合標準液58 (関東化学)  
 農薬混合標準液65 (関東化学)  
 イミベンコナゾール標準品 (和光純薬工業)  
 オキサジアルギル標準品 (和光純薬工業)  
 カルベンダジム標準品 (和光純薬工業)  
 クロラントリニプロール標準品 (和光純薬工業)  
 シアゾファミド標準品 (和光純薬工業)  
 シラフルオフェン標準品 (和光純薬工業)  
 チオジカルブ標準品 (和光純薬工業)  
 チオファネートメチル標準品 (和光純薬工業)  
 ネライストキシシユウ酸塩標準品 (和光純薬工業)  
 ハロスルフロメチル転移体標準品 (和光純薬工業)  
 ヒドロキイソキサゾール標準品 (和光純薬工業)  
 フルベンジアミド標準品 (和光純薬工業)  
 フルボキサム標準品 (林純薬)  
 ペンチオピラド標準品 (関東化学)  
 メタミドホス標準品 (和光純薬工業)  
 2-メチル-4-クロロフェノキシ酢酸ナトリウム  
 (MCPA)標準品 (和光純薬工業)  
 を使用した。

2.3.2 その他の試薬

メタノール 残留農薬・PCB用 (関東化学)  
 ジクロロメタン 残留農薬・PCB用 (関東化学)  
 硫酸ナトリウム 残留農薬・PCB用 (関東化学)  
 超純水 (和光純薬工業)

2.4 測定条件

GC項目の測定にはAgilent 7890A/7000を用いた。  
 GC-MS(scan)測定条件を表2に、GC-MS/MS(MRM)測定条件  
 を表3に示す。

LC項目の測定にはAgilent 1200/6410を用いた。  
 LC-MS/MSの条件を表4に示す。

表1 調査対象物質一覧

測定方法	項目	
GC-MS またはGC-MS/MS	CAT(シマジン)	
	イソプロチオラン	
	イプロジオン	
	エトフェンプロックス	
	エトリジアゾール	
	キャブタン	
	クロルピリホス	
	クロタロニル(TPN)	
	クロネブ	
	ジチオビル	
	ダイアジン	
	テルブカルブ(MBPMC)	
	トリアジフラム	
	トリクロビルトキシエチル	
	トリクロルホン(DEP)	
	トルクロホスメチル	
	トリフロキシストロビン	
	ナプロバミド	
	ビリダフェンチオン	
	ビリブチカルブ	
	フェニトロチオン(MEP)	
	フルジオキサニル	
	ブタミホス	
	フルトラニル	
	プロピコナゾール	
	プロピザミド	
	プロジアミン	
	ベルメトリン	
	ペンシクロン	
	ペンディメタリン	
	ペンフルラリン(ベスロジン)	
	マイクロブタニル	
	メタラキシル及びメタラキシルM	
	メトコナゾール	
	メフロニル	
	MCPAイソプロピルアミン塩及びMCPAナトリウム塩	
	アシュラム	
	アセタミプリド	
	アセフェート	※1
アゾキシストロビン		
イミダクロプリド		
イミベンコナゾール		
エトキシスルフロ		
オキサジアルギル		
オキサジクロメホン		
カフェンストロール	※2	
カフェンストロール脱カルバモイル体		
カルベンダジム		
クロチアニジン		
クロラントリニプロール		
シアゾファミド		
シクロスルファミロン		
シデュロン		
ジフェノコナゾール		
シプロコナゾール		
シメコナゾール		
シラフルオフェン		
チアメトキサム	※3	
チウラム(チラム)		
チオジカルブ		
チオファネートメチル	※5	
チフルザミド		
テトラコナゾール		
テフコナゾール		
テブフェノジド		
トリクロビル酸	※4	
トリフルミゾール	※7	
トリフルミゾール代謝物		
ネライストキシシユウ酸塩		
ハロスルフロメチル	※8	
ハロスルフロメチル転位体		
ヒドロキイソキサゾール		
フェリムゾン		
フラザスルフロ		
フルベンジアミド		
フルボキサム	※9	
ベノミル		
ベンスリド(SAP)	※10	
ベンスルタップ		
ペンチオピラド		
ボスカリド		
ホラムスルフロ		
メコプロップカリウム塩(MOPPカリウム塩)、メコプロップ ジメチルアミン塩(MOPPジメチルアミン塩)、メコプロップ Pイソプロピルアミン塩及びメコプロップPカリウム塩		
メソミル		
メタミドホス		
メトキシフェノジド		

※1 アセフェート=アセフェート濃度+メタミドホス濃度×1.3  
 ※2 カフェンストロール=カフェンストロール濃度+カフェンストロール脱カルバモイル体濃度×1.39  
 ※3 チアメトキサム=チアメトキサム+クロチアニジン濃度×1.17  
 ※5 チオファネートメチル=チオファネートメチル濃度+カルベンダジム濃度×1.79  
 ※6 トリクロビル=トリクロビル酸濃度+トリクロビルトキシエチル濃度(GC項目)×0.72  
 ※7 トリフルミゾール=トリフルミゾール濃度+トリフルミゾール代謝物濃度×1.17  
 ※8 ハロスルフロメチル=ハロスルフロメチル濃度+ハロスルフロメチル転位体濃度×1.33  
 ※9 ベノミル=カルベンダジム濃度×1.52  
 ※10 ベンスルタップ=ネライストキシシユウ酸塩濃度×1.8

表2 GC-MS測定の場合

使用カラム	Agilent HP-5MS 0.25mm × 30m × 0.25 μm	
昇温条件	50°C(0min) - 15°C/min - 105°C(0min) - 4°C/min - 205°C(0min) - 8°C/min - 280°C(0min)	
注入口温度	250°C	
インターフェース温度	250°C	
イオン源温度	220°C	
注入方法	1.5 min splitless	
注入量	2 μL	
キャリアガス	He	
フラグメントイオン(m/z)	T(m/z)	Q(m/z)
フルオランテン-d10 (I.S)	212	-
イソキサチオン	105	177
イソプロチオラン	118	189
イブプロジオン	314	316
エトフェンブロックス	163	183
エトリジアゾール(エクロメゾール)	211	183
キャプタン	79	149
クロルピリホス	197	199
クロロタロニル(TPN)	266	264
クロロネブ	191	193
ジチオピル	354	306
CAT(シマジン)	201	186
ダイアジノン	179	137
トリクロピルブトキシエチル 注2	212	210
トルクロホスメチル	265	125
ナプロバミド	72	128
ピリブチカルブ	165	108
フェニトロチオン(MEP)	277	260
ブタミホス	286	200
フラトラニル	173	145
プロピコナゾール 注1	173	259
プロピザミド	173	145
ペルメトリン 注3	183	163
ベンシクロン	125	180
ペンディメタリン	252	191
ベンフルラリン(ベスロジン)	292	276
メタラキシル及びメタラキシルM	160	206
メプロニル	119	269

表3 GC-MS/MS測定の場合

使用カラム	Agilent HP-5MS 0.25mm × 30m × 0.25 μm	
昇温条件	80°C(0min) - 15°C/min - 120°C(0min) - 10°C/min - 270°C(0min) - 15°C/min - 300°C(5min)	
注入口温度	250°C	
インターフェース温度	280°C	
イオン源温度	260°C	
注入方法	1min splitless	
注入量	2 μL	
キャリアガス	He	
MRM	T(m/z)	Q(m/z)
フルオランテン-d10 (I.S)	212 > 212	212 > 210
トリアジフラム	212.1 > 192.2	212.1 > 83.1
トリクロルホン	145 > 74.1	145 > 109
トリフロキシストロピン	186 > 145	190 > 130
フルジオキシニル	248 > 127	248 > 154
プロジアミン	279 > 205.1	279 > 203
マイクロブタニル	179 > 125	179 > 152
メトコナゾール	125 > 89	125 > 99

表4 LC-MS/MS測定の場合

使用カラム	Inertsil ODS-4 (2.1 x 100mm x 3 μm)	
移動相	A : 0.1% ギ酸 + 10mmolギ酸アンモニウム B : アセトニトリル B = 10%(0min) - 100%(30min)	
流速	0.2mL/min	
注入量	50 μL	
MRM(EI+)	T(m/z)	Q(m/z)
アシュラム	231 > 156	231 > 92
アセタミプリド	223 > 126	223 > 56
アセフェート	184 > 143	184 > 95
アゾキシストロピン	404 > 372	404 > 344
イミダクロプリド	256 > 209	256 > 175
イミベンコナゾール	271.9 > 170.9	271.9 > 128.9
エトキシスルフロニ	399 > 261	399 > 218
オキサジアルギル	341	-
オキサジクロメホン	376 > 190	376 > 161
カフェンストロール	351 > 100	351 > 72
カルベンダジム	192 > 160	192 > 132
クロチアニジン	250 > 169	250 > 132
クロラントリニブロール	484.2 > 452.9	484.2 > 285.9
シアゾファミド	325.1 > 107.7	325.1 > 260.7
シデュロン	233 > 94	233 > 137
ジフェノコナゾール	406 > 251	406 > 188
シプロコナゾール	292 > 70	292 > 125
シメコナゾール	294 > 70	294 > 73
シラフルオフェン	410.7 > 124.6	410.7 > 170.9
チアメキサム	292 > 211	292 > 181
チウラム	241 > 88	241 > 120
チオジカルブ	355 > 88	355 > 108
チオファネートメチル	343 > 151	343 > 311
テトラコナゾール	372 > 159	372 > 70
テブコナゾール	308 > 70	308 > 125
トリフルミゾール	346 > 278	346 > 73
トリフルミゾール代謝物	295 > 215	295 > 176
ネライストキシシユウ酸塩	150 > 61	150 > 105
ハロスルフロニメチル	435 > 182	435 > 403
ハロスルフロニメチル転位体	328 > 296	328 > 197
ヒドロキシイソキサゾール	100	-
フェリムゾン	255.3 > 91.0	255.3 > 132.0
フラザスルフロニ	408 > 182	408 > 301
フルベンジアミド	408.0 > 274.0	-
フルボキサム	461.8 > 444.9	483.0 > 482.7
ベンチオピラド	360.4 > 276.0	360.4 > 177.0
ホラムスルフロニ	453.5 > 181.9	453.5 > 256.4
メソミル	163 > 88	163 > 106
メタミドホス	142 > 94	142 > 125
メトキシフェノジド	369.5 > 149.0	369.5 > 312.9
MRM(EI-)	T(m/z)	Q(m/z)
2-メチル-4-クロロフェノキシ酢酸ナトリウム(MCPA)	199 > 141	-
カフェンストロールカルバモイル体	250 > 186	250 > 131
シクロスルファミロン	420 > 265	420 > 78
チフルザミド	527 > 166	527 > 125
テブフェノジド	351 > 149	351 > 105
トリクロピル酸	254 > 196	254 > 218
ボスカリド	341 > 112	-
メコプロップ(MCPP)	213 > 141	213 > 105

## 2.5 分析方法

GC項目は、まず試料水をガラス繊維ろ紙でろ過したものを固相カートリッジ Inertsep RP-1 に 500mL 通水し、窒素を固相に 40分間吹付けて乾燥させ、ジクロロメタン 5mL で溶出した。これを 0.5mL に定容し、フルオランテン-d10 を 50ng 添加したものを分析試料とし、GC-MS(scan)測定および GC-MS/MS(MRM)測定を行った。定量下限値は全項目について 0.1μg/L とした。

LC測定項目については試料をシリンジフィルター

(ADVANTEC製 DISMIC-25CS Cellulose Acetate 0.2 $\mu$ m)でろ過後、ろ液をLC-MS/MSで測定した。定量下限値は全項目について0.5 $\mu$ g/Lとした。

## 文献

- 1)環境庁水質保全局水質管理課，ゴルフ場で使用される農薬による水質汚濁の防止に係る暫定指導指針
- 2)福岡県ゴルフ場農薬適正使用指導要綱

## 3 調査結果

調査の結果，MCPA，フラトラニル，カルベンダジム，チオファネートメチル，ペノミル，フルベンジアミドがそれぞれ1地点において定量下限値を上回った。濃度を表5に示す。福岡県ゴルフ場農薬適正使用指導要綱<sup>2)</sup>で定められた指導基準値を超過した項目はなかった。

表5：検出された化合物

	濃度( $\mu$ g/L)	地点	調査月
MCPA	1.5	浜田	5
フルトラニル	1.2	休也	9
カルベンダジム	1.4	浜田	5
チオファネートメチル	2.6 ※1	浜田	5
ペノミル	2.2 ※2	浜田	5
フルベンジアミド	3.5	壱岐	8

※1：チオファネートメチル濃度+カルベンダジム濃度 $\times$ 1.79

※2：カルベンダジム濃度 $\times$ 1.52