

アセフェートの簡易分析について

— Simple Analysis of Acephate —

久保 正弘
Masahiro KUBO

はじめに

アセフェートはオルトランという商品名で販売されている殺虫剤である。環境庁から出されている「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について」の中では、この農薬の指針値は示されていないが、県内のゴルフ場では使用実績があることから、毎年、検査項目に入れて調査を行っている。

アセフェートは非常に水に溶け易いため、他の多くの農薬のように、ジクロロメタンなどによる一斉抽出ができないために、前報¹⁾で報告したように、脱水しながら抽出するという方法を取る必要がある。しかし、この方法は、回収率は非常によいが操作が煩雑で時間がかかるという問題点がある。そこで、多数の検体を同時に、しかも簡単に抽出し、GC分析する方法を検討したので報告する。

分析方法

1. 試薬：酢酸エチル、無水硫酸ナトリウム、アセトン（和光純薬工業㈱ 残留農薬試験用）

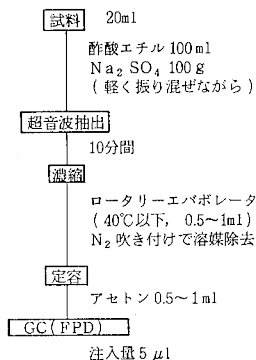


図1 分析フローシート

2. 標準品：和光純薬工業㈱ 農薬標準品

3. 器具および装置

- 1) ロータリーエバポレータ（柴田製RE 111）
- 2) 超音波洗浄器（国際電気製UT50AX）
- 3) ガスクロマトグラフ（島津製GC-4 CM）

- 4-1 分析フロー

図1のとおりである。

- 4-2 ガスクロマトグラフ条件

装置：島津GC-4 CM

カラム：Ultra Bond 20M（80~100 mesh）
3 mmφ×1 m

カラム温度：180 °C

注入口温度：230 °C

検出器温度：250 °C

キャリアガス：N₂ 40ml/min

検出器：FPD（Pフィルター）

Air：1.0 kg/cm²

H₂：1.4 kg/cm²

Sensitivity：10²

Range：64

結果及び考察

1. 添加回収

ため池水にアセフェートのアセトン溶液を、試料濃度として0.005 mg/L、0.01 mg/Lとなるように添加し、各濃度について、図1に示したフローに従って4回分析を行った。結果は表1に示すとおり、前報と同様に良好な回収率が得られた。

表1 添加回収結果

| 添加濃度 (mg/L) | 回収率 (%) | 変動係数 (%) |
|-------------|----------|----------|
| 0.005 | 93 (n=4) | 3.1 |
| 0.01 | 91 (n=4) | 1.6 |

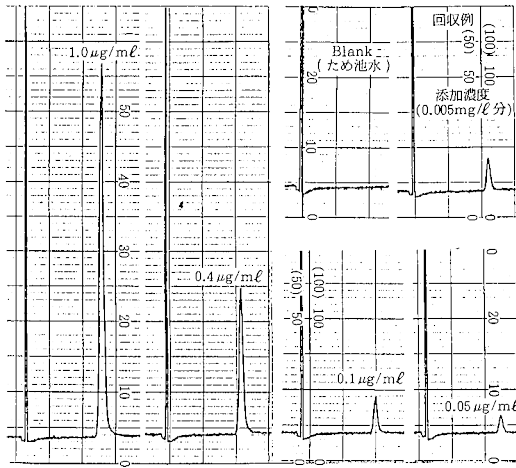


図2 標準及び試料のクロマトグラム

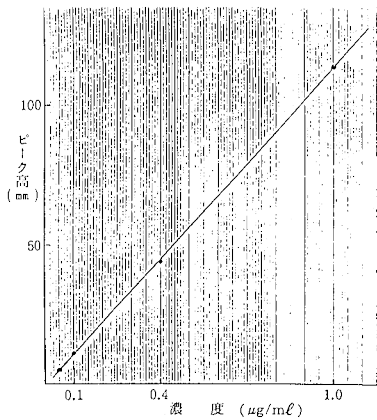


図3 検量線

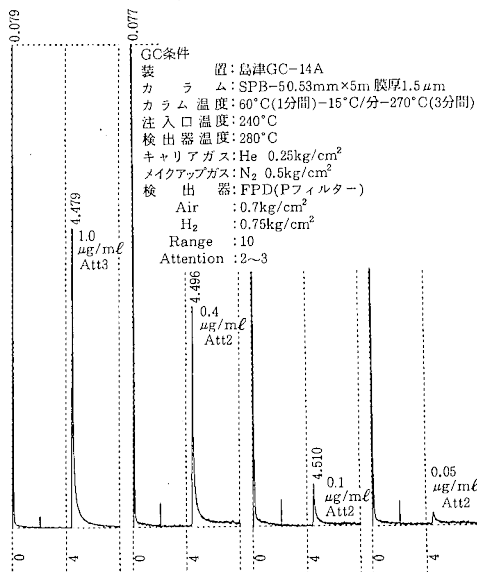


図4 キャピラリーカラムでのクロマトグラム

この時のクロマトグラム及び検量線を図2、図3に示す。図2及び図3より、GC注入濃度で0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 程度までは安定した再現性が得られることから、試料量20 mL でも0.5 mL まで濃縮すれば、試料濃度としては、0.002 mg/L 程度までは十分に検出可能であることが分かった。

2. GC分析カラム

アセフェートは、キャピラリーカラム (SPB-1 またはSPB-5) の15~30mのものを使用すると、1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 以下の濃度だとピークが出ないあるいはブロードなピークとなる。そこで、キャピラリーカラムを5m程度の短いもの²⁾にして検討を行ったが、1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 程度だと、長いものよりはシャープなピークが得られるが、0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 程度の濃度になると非常にピークの出方が悪くなり (図4)、低濃度域での分析には不向きであると判断し、前報と同じUltra Bond 20Mを充填したパックドカラムを使用することとした。パックドカラムの利点としては、図2、図3に示したとおり、0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 程度まで直線性得られること、汚れに強いこと、さらに、定温分析で、分析対象としているアセフェート以外のピークが、汚れのひどい試料の場合でもほとんど出ないことなどから、アセフェートの保持時間を過ぎると次の試料を注入することが可能であり、大幅にGC分析時間を節約できることなどが上げられる。

まとめ

アセフェートは物質の性質上、他の農薬とは別系統で分析せざる得ない農薬であることから、抽出操作等の簡単な方法が望ましい。今回検討したアセフェートの分析法は、原理的には、前報と同じであり、脱水抽出、パックドカラムGC分析というフローであるが、抽出操作は図1に示したように非常に簡単であり、検出限界も0.002 mg/L (前報0.001 mg/L)が得られ、十分に実用に耐えるものと思われ、検体数の多いルーチン業務に有用な方法ではないかと考えている。

文 献

- 1) 藤田久雄, 増井武彦: 香川県公害研究センター所報, 14, 101 (1990).
- 2) 剣持堅志, 鷹野 洋, 末石照香, 他: 第25回水質汚濁学会講演集, 508 (1991).