

地下水中のリン系農薬の分析

— その1 アセフェートの分析 —

早川 祥美 西尾香奈子 浦嶋 幸雄 前田 博之
菊地由生子

要 旨

水に対する溶解度が非常に高く、溶媒抽出が困難な地下水中のアセフェートについて、分析方法の検討を行った。

試料にジクロロメタンを加えて振とう後、水層が消失するまで無水硫酸ナトリウムを加えて完全に脱水を行い、ジクロロメタン層にアセフェートを移行させた。ついで、ジクロロメタン層を分取し、濃縮乾固後、アセトンに溶解して試験溶液とし、ガスクロマトグラフを用いて定量を行った。

その結果、検量線の直線性、再現性、添加回収率ともに良好であったことから、地下水中のアセフェートの定量に充分適用できた。

1. 緒 言

アセフェートは有機リン系の浸透移行性殺虫剤で、アオムシ、コナガ、ヨトウムシ、アブラムシなどの吸汁性、喰害性害虫の駆除に用いられるが、1) 魚毒性がA類と最も低いこと、2) 殺虫効果の持続性が高いこと、3) 取扱いが簡易であることなどの特性があることから、営農用をはじめ、ゴルフ場や家庭菜園など広範囲に使用されている。このため、地下水等への汚染が懸念されている。

しかし、アセフェートは水に対する溶解度が非常に高いため、森本^らの報告にもあるように、溶媒による直接抽出が困難であり、水中の微量分析は、ほとんど報告されていない。

一方、食品中のアセフェートの分析としては、無水硫酸ナトリウムで脱水しながら酢酸エチルで抽出する方法²⁾が用いられていることから、これを地下水中のアセフェートの抽出に適用することを検討したところ、良好な結果が得られたので報告する。

2. 実験方法

2-1 試 薬 類

(1) 標 準 品

アセフェートとジクロロポス、ダイアジノン、馬拉チオン、パラチオン、フェントロチオン、ジメトエート、フェントエート、フェンチオン標準品は和光純薬工業製残留農薬試験用標準品を用いた。

(2) その他の試薬

アセトン、ジクロロメタン、酢酸エチル、n-ヘキサンおよび無水硫酸ナトリウムは残留農薬試験用を用いた。

(3) 標 準 液

アセフェートおよび他の標準品は、アセトンで溶解、希釈して標準液とした。

2-2 試験溶液の調製

試料100mlを500ml分液ロートに採取し、ジクロロメタンを正確に200ml加える。30分間振とう混合後、無水硫酸ナトリウムを約30g程度ずつ分液ロートに直接加えて軽く振りまぜる。この操作を、水層が消失し、ジクロロメタン層が上層になるまで繰り返して、完全に脱水する。なお、脱水には約400g程度の無水硫酸ナトリウムを要する。

ついで、脱水されたジクロロメタン抽出液を、無水硫酸ナトリウムをのせたNo. 5Aのろ紙でろ過する。ろ液のうち100mlを分取し、クーデルナ・ダニッシュ濃縮器で減圧下約3mlまで濃縮する。この濃縮液に、窒素ガスを吹きつけて乾固させ、残渣をアセトンを加えて溶解し、全量を1mlにしたものを試験溶液とした。この試験溶液中のアセフェートを、ガスクロマトグラフを用いて定量した。

2-3 ガスクロマトグラフの条件

測定条件は表1に示した。

表1 ガスクロマトグラフの条件

ガスクロマトグラフ	島津GC-15A
	FPD(P)検出器付き
カラム	PEG-20M(ガスクロ工業製) (25m×0.35mm d. 膜厚0.5μm)
カラム温度	60°C (2 min) - 230°C (17 5°C/min)
試料注入口温度	260°C
検出器温度	280°C
キャリアーガス	He: 1.5kg/cm ²
メイクアップガス	N ₂ : 50ml/min
注入方法	スプリットレス
パージ開始時間	2 min
注入量	2 μl
インテグレーター	島津C-R4A

3. 結果および考察

3-1 検量線および定量下限

ピーク面積法により求めたアセフェートの検量線は、0.2ng~6.0ngまではほぼ原点を通る直線を示した(図1)。なお、本法による定量下限は試料濃度として2μg/lであった。

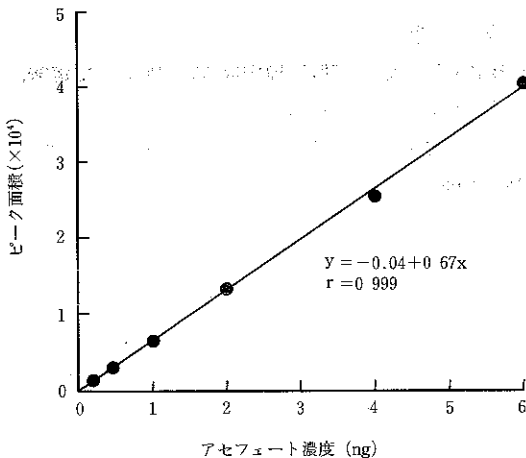


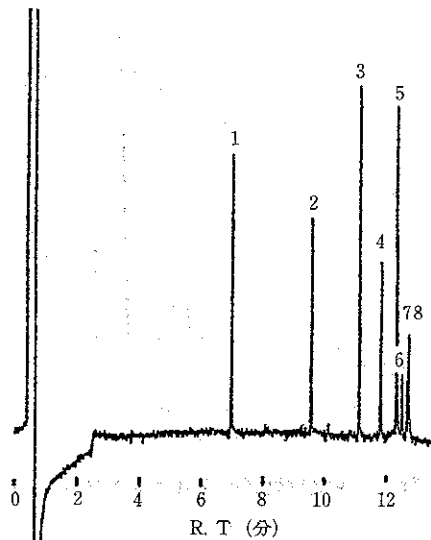
図1 検量線

3-2 繰り返し精度

アセフェート2ngを5回繰り返して注入し、得られたピーク面積の変動係数(C.V.%)は、7.6%と良好な結果を示した。

3-3 他の農薬との分離

アセフェートとジクロロボス、ダイアジノン、マラチオン、パラチオン、フェニトロチオン、ジメトエート、フェントエート、フェンチオンの8種の農薬を混



1 ジクロロボス	0.1ng	2 ダイアジノン	0.1ng
3 アセフェート	0.5ng	4 マラチオン	0.3ng
5 パラチオン	0.3ng	6 フェニトロチオン	0.3ng
		7 ジメトエート	0.2ng
		8 フェンチオン	0.3ng

図2 リン系農薬混合液のクロマトグラム

合した標準液のガスクロマトグラムから、アセフェートと他の農薬との分離が良好であることが確認できた(図2)。

3-4 抽出溶媒の検討

イオン交換水100mlにアセフェートを2μg添加し、2-2の試験溶液の調製方法に従い、抽出溶媒としてジクロロメタン、酢酸エチルおよびn-ヘキサンを使用し、それぞれの溶媒によるアセフェートの回収率の比較を行った。

回収率は、ジクロロメタンで99.5%、酢酸エチルで87.0%であり、n-ヘキサンでは全く回収されなかった。そこで、最も回収率の高かったジクロロメタンを抽出溶媒として使用することとした(表2)。

表2 抽出溶媒の比較

使用溶媒	添加量(μg)	回収量(μg)	回収率(%)
ジクロロメタン	2.0	1.99	99.5
酢酸エチル	2.0	1.74	87.0
n-ヘキサン	2.0	0	0

3-5 添加回収実験

地下水5検体にアセフェートを5および50μg/lと

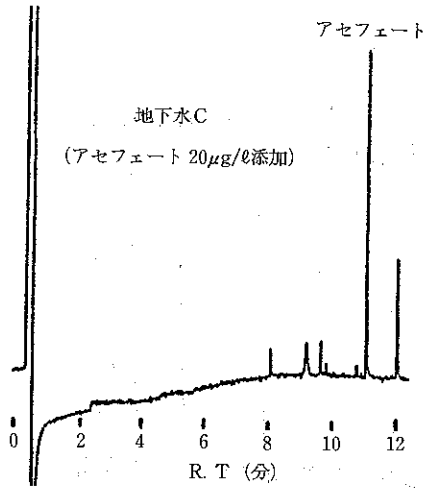


図3 添加実試料のクロマトグラム

なるように添加し、2-2の方法によって分析した結果、アセフェートの分離は良好であった(図3)。

また、回収率は79.6~103.8%と良好な結果が得られた(表3)。

4. 結 語

試料にジクロロメタンを加えて振とう後、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、ジクロロメタン層にアセフェートを移行させることにより、良好な回収率でアセフェートを分析できた。しかも本法は、操作が簡便であることから、地下水中のアセフェートの定量に適用できると考える。

表3 アセフェート添加回収結果

試料	添加量(µg/l)	回収量(µg/l)	回収率(%)
地下水A	0	n.d	—
	5	4.54	90.8
	50	43.9	87.8
地下水B	0	n.d	—
	5	5.01	100.2
	50	50.1	100.2
地下水C	0	n.d	—
	5	4.31	86.2
	50	45.8	91.6
地下水D	0	n.d	—
	5	5.19	103.8
	50	45.4	90.8
地下水E	0	n.d	—
	5	4.35	87.0
	50	39.8	79.6

5. 文 献

- 1) 森本美鈴, 他: 水質汚濁研究, 13, 311-319, 1990.
- 2) 厚生省生活衛生局食品化学課: 厚生省食品化学レポートシリーズNo.40 残留農薬分析法 Draft, 108-112, 1985.

Analysis of Organophosphorus Pesticides in Groundwater — Analysis of Acephate (Part 1) —

Yoshimi Hayakawa, Kanako Nishio, Yukio Urashima,
Hiroyuki Maeda and Yuko Kikuchi

ABSTRACT

Examination was conducted on a method to analyze acephate in groundwater. Acephate is highly soluble in water and cannot be easily extracted by solvent.

After shaking a sample with dichloromethane, dehydration was carried out completely by adding sodium sulfate anhydride until the water layer disappeared. Then the dichloromethane layer containing acephate was evaporated to dryness and then dissolved in acetone. Acephate in this sample solution was determined by using gas-chromatography.

The linearity of the calculation curve, reproducibility and the recovery were satisfactory. This method is suitable for the determination of acephate in groundwater.