

VIII 調査報告・資料

52農薬の一斉分析における固相抽出剤の検討

鈴木 雄二，木口 倫，和田 佳久，斉藤 勝美

要旨

農薬一斉分析での最適な固相抽出剤の検討を行うために、精製水と河川水を用いて、カートリッジタイプのPS-2とSPE-GLF、ディスクタイプのSDB-XC及びジクロロメタンによる溶媒抽出法により、水質に基準値・指針値が設定されている農薬と秋田県内で多量に使用されている農薬52物質の添加回収試験を行い、抽出効率や操作性について検討した。

この結果、精製水を用いた試験では、カートリッジタイプのPS-2とSPE-GLFは充填材質が異なるものの回収率や変動係数において類似した傾向を示し、材質による抽出効率の相違はみられなかった。精製水と河川水による添加回収試験結果に基づいて各抽出法の抽出効率を比較すると、PS-2>溶媒抽出>SDB-XCの順に良好と考えられ、PS-2は一部の農薬を除くと溶媒抽出法に変わる分析法として適用が可能と考えられた。ディスクタイプのSDB-XCは、再現性が悪く分析条件の検討などの課題を残した。操作性に関しては、精製水を用いた試験では各固相抽出法とも溶媒抽出法に比べて操作時間の短縮と操作の簡略化を図られたが、SS成分の多い河川水ではSS対策が必要になり操作時間の短縮や操作の簡略化はあまり期待できなかった。

1.はじめに

環境基準・排水基準項目の農薬分析には固相抽出法、ゴルフ場農薬等の多成分分析ではジクロロメタンによる溶媒抽出法をこれまで用いてきた。抽出溶媒として用いてきたジクロロメタンは平成5年3月に環境基準項目に追加指定され、また平成5年12月に水質汚濁防止の規制項目となったことから、ゴルフ場農薬等の多成分分析においても溶媒抽出法から固相抽出法への転換が必要となった。

固相抽出法による農薬の多成分分析においては、これまで河川水や水道水での分析において多くの報告例があり、固相抽出剤の捕集材質や充填タイプにより抽出（捕集）効率や操作性に違いがみられると言われている¹⁻⁴⁾。そこで、ゴルフ場農薬の他、これまで固相抽出法で行っていた環境基準・排水基準項目の農薬や秋田県において多量に使用されている農薬など52農薬について、最適な固相抽出剤を検討するために、精製水と河川水において添加回収試験を行い、固相抽出剤の抽出効率と操作性について検討するとともに、ジクロロメタンを用いたこれまでの溶媒抽出法とも比較検討したので、その結果について報告する。

2.実験方法

2.1 対象農薬

試験の対象とした農薬は、環境基準項目、要監視項目、ゴルフ場農薬等の水質に基準値・指針値が設けられている農薬と秋田県内で多量に使用されている農薬の52農薬（表-1）とした。

2.2 検討固相抽出剤

農薬分析の固相抽出剤には、シリカゲル粒子にオクタデシル基を結合させた ODS 系の充填剤とスチレンジビニルベンゼン共重合体粒子やポリメタクリレートゲルを充填したポリマー系の充填剤が一般に使用されているが、ODS 系は対象とする一部の農薬が十分回収されないことから^{1)・2)}、検討対象とした固相抽出剤はポリマー系の Sep-Pak Plus PS-2 カートリッジ (waters 製)、Excelpak SPE-GLF カートリッジ (横河アナリティカルシステムズ 製)、Empore SDB-XC デスク (3M 社製) とした。表-2 に固相剤の材質と規格を示した。

2.3 試薬

対象とした52農薬の標準品は、和光純薬工業（株）、ジエールサイエンス（株）、林純薬工業（株）で市販している標準品を用いた。内部標準物質は、スペルコ製 Acenaphthene-d10, Phenanthrene-d10, Chrysene-d12, Perylene-d12 の 500mg/ml 混合溶液（アセトンベース）を用いた。ジクロロメタン、アセトニトリル、メタノール、アセトン及び無水硫酸ナトリウムは、関東化学残留農薬試験用、塩化ナトリウムは、関東化学特級を使用した。また、精製水は Milli-Q SP により調製した。

2.4 装置及び条件

固相抽出装置は、カートリッジタイプでは Ismatec sa 製ペリスタルテックポンプを使用した加圧型装置、ディスクタイプではシバタ科学製アスピレータ及びフィルターサバーを使用した。

表－１ 試験の対象とした農薬と GC/MS 分析モニターイオン

用途	農薬名	規制等	モニターイオン		用途	農薬名	規制等	モニターイオン	
殺菌剤	Echlomezole	D	211	183	除草剤	Napropamid	D	72	128
	Chloroneb	D	191	193		Pretilachlor	C	238	162
	Pencycuron	CD	125	180		Oxadiazon	E	258	175
	Iprobenfos(IBP)	B	91	204		Isoxathion	BD	105	177
	Tolclofos-methyl	CD	265	125		Chlornitrofen(CNP)	B	319	317
	Probenazole	C	130	103		Chlomethoxynil	E	266	313
	Fthalide	C	243	272		Bifenox	E	341	310
	Captan	D	79	149		Mefenacet	C	192	120
	Flutolanil	CD	173	145		Bensulide	CD	—	—
	Tricyclazole	C	189	162	殺虫剤	Dichlorvos(DDVP)	B	109	185
	Isoprothiolane	BD	118	162		Trichlorfon(DEP)	CD	109	79
	Mepronil	CD	119	269		Fenobucarb(BPMC)	B	121	77
	Edifenphos(EDDP)	C	109	173		Propoxur(PHC)	E	110	152
	Iprodione	CD	314	316		Carbofuran	E	164	149
除草剤	Molinate	C	126	187		Diazinon	BD	179	137
	Benfluralin	D	292	264		Dichlofenthion(ECP)	C	279	223
	Simazine(CAT)	AD	201	186		Carbaryl(NAC)	C	144	115
	Propyzamide	BD	173	175		Fenitrothion(MEP)	BD	125	109
	Chlorothalonil(TPN)	BD	264	266		Malathion	C	173	125
	Terbucarb(MBPMC)	D	205	220		Chlorpyrifos	CD	97	197
	Bromobutide	C	119	232		Isofenphos	D	58	213
	Simetryn	C	213	170		Buprofezin	C	105	172
	Esprocarb	C	222	162		Pyridaphenthion	CD	340	199
	Thiobencarb	A	100	257		EPN	B	157	169
	Pendimethalin	CD	252	191	IS1	Acenaphthene-d10		162	164
	Methyldymron	D	107	119	IS2	Phenanthrene-d10		188	160
	Butachlor	E	176	146	IS3	Chrysene-d12		240	120
	Butamifos	CD	286	200					

A：環境基準項目 B：要監視項目 C：公共水域指針農薬 D：ゴルフ場指針農薬

E：規制なし

表－２ 試験に使用した固相抽出剤

	Sep-Pak PS-2	Excelpak SPE-GLF *	Empore SDB-XC
材質	ポリスチレンジビニルベンゼン	ポリメタクリレート	ポリスチレンジビニルベンゼン
充填量・サイズ	265mg	500mg	47mm
抽出タイプ	カートリッジ	カートリッジ	ディスク

* 精製水のみ試験

表-3 GC/MSの測定条件

GC/MS	GC-17A / QP5000Ver 2
カラム	DB-5ms (j&W), 30mm × 0.25mm × 0.25 μm
キャリアガス	He
ヘッド圧	52.8 kPa
オープン温度	60°C, 2.3min-(20°C/min)-130°C-(5°C/min)-205°C, 10min-(5°C/min)-290°C, 1min
インジェクション	PTV (Programed Temperature Vaporizer) Sample Time 2.3min, 1 μl Auto Sampler(AOC-17)
インジェクション温度	50°C, 0.20min-(100°C/min)-270°C, 46.40min
インターフェイス温度	250°C
イオン化電圧	EI 70 eV

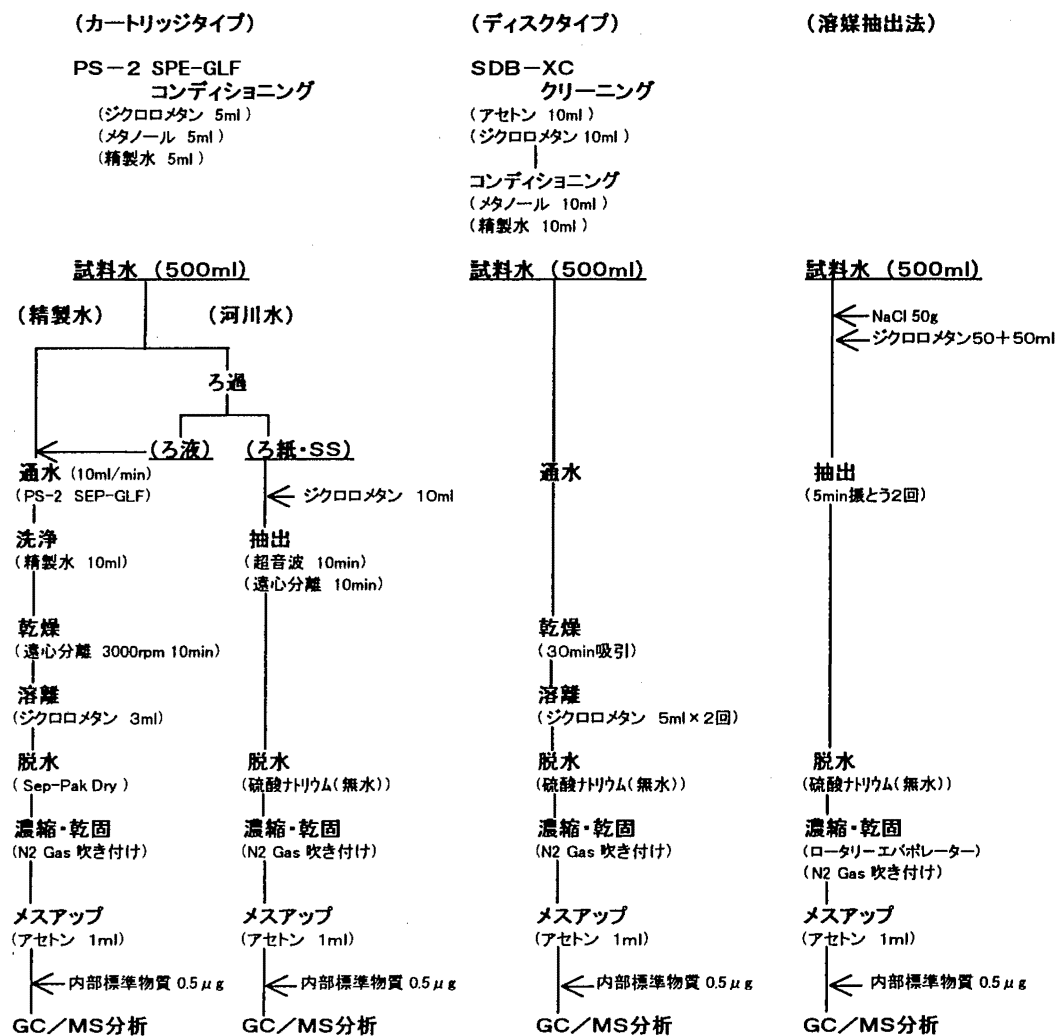


図-1 分析 方 法

ガスクロマトグラフは、島津製作所製GC-17A、質量分析計は、島津製作所製QP-5000Ver2を使用した。

GC/MS 測定では、表-3の測定条件で農薬標準混合液と内部標準物質をSCANモードで測定し、その結果からSIM測定条件を求め、定量はSIM測定を行い、Acenaphthen-d10, Chrysene-d12, Phenanthrene-d10を内部標準物質とした内部標準法を用いて行った。対象とした農薬と内部標準物質のモニターイオンは表-1とした。

2.5 添加回収試験

精製水と河川水 (pH 6.8, SS 20mg/L, COD 8.8mg/L) 500ml に、農薬の標準混合液を5 μ g添加した試験水を調製し、対象とした固相抽出剤 (SPE-GLFは精製水のみ) の他、ジクロロメタンによる溶媒抽出法について3回の繰り返し分析を行った。

分析方法を図-1に示した。前処理操作は抽出媒体によりそれぞれ異なっており、カートリッジタイプの固相抽出法や溶媒抽出法では上水試験法⁵⁾に準じ、デスクタ

イプの抽出法では栗山等の方法⁴⁾に準じて操作を行った。使用した河川水の水質は、SS濃度が高く、カートリッジタイプの固相抽出法では目詰まりが予想されたので試料水をろ過し、ろ液とろ紙を別々に分析した合計値を測定値とした。

3.結果

3.1 GC/MS測定

内部標準物質(5ng)を添加した52種類の農薬標準混合液(10ng)をSCANモードでGC/MS測定したときのTICクロマトグラムを図-3に示した。SCAN測定ではChlorothalonilとPhenanthrene-d10, IsofenphosとMethyldymron, FlutolanilとTricyclazole及びIsoprothiolaneとPretilachlorのピークが重なっていたが、SIM測定ではモニターイオンが異なるため定量することができた。また、測定では、PTV方式の注入装置を使用して注入口の初期温度を低くしたことから、熱分解性のあるTrichlorfonやPropoxurも定量することが

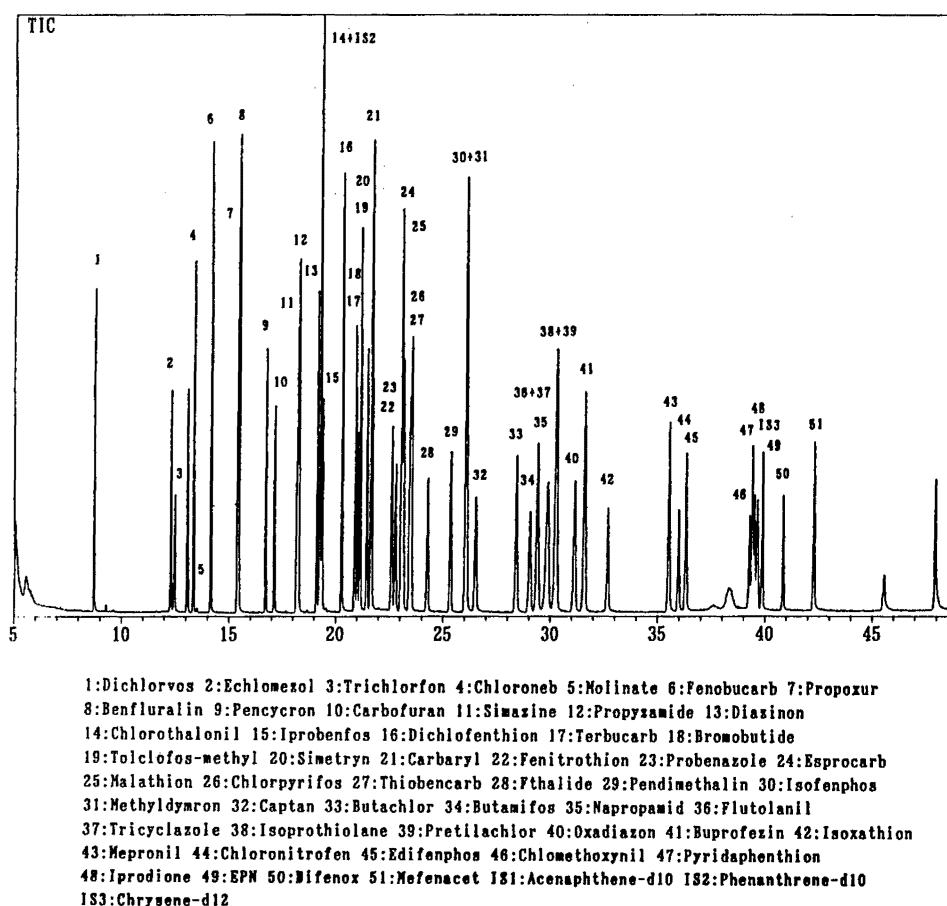


図-2 標準品のトータルイオンクロマトグラム

表-4 精製水と河川水による試験結果

No	農薬名	PS-2				SPE-GLF		SDB-XC				溶媒抽出			
		(精製水)		(河川水)		(精製水)		(精製水)		(河川水)		(精製水)		(河川水)	
		回収率%	cv(%)	回収率%	cv(%)	回収率%	cv(%)	回収率%	cv(%)	回収率%	cv(%)	回収率%	cv(%)	回収率%	cv(%)
1	Dichlorvos	107	2.3	111	0.6	109	0.2	89	10	80	17	106	1.1	111	4.5
2	Echloomezole	88	2.6	92	5.2	89	3.7	79	9.9	79	16	99	3.1	107	4.2
3	Trichlorfon	80	3.8	58	3.4	70	1.4	55	8.5	48	13	47	0.1	8	9.0
4	Chloroneb	73	3.3	72	3.4	71	3.0	70	8.8	56	15	86	2.7	84	2.6
5	Molinate	103	2.3	97	0.9	101	1.3	87	9.0	72	16	108	2.2	100	2.2
6	Fenobucarb	103	2.7	56	5.4	101	1.3	84	8.1	42	15	49	15	4	0.1
7	Propoxur	108	2.4	24	20	107	0.7	89	8.1	25	10	28	17	4	0.1
8	Benfluralin	74	1.4	74	5.3	74	8.7	80	9.0	60	9.4	67	12	54	8.4
9	Pencycuron	104	2.9	99	2.0	99	4.2	94	9.3	94	13	97	4.9	72	9.5
10	Carbofuran	118	2.6	16	8.7	119	1.0	93	8.6	18	3.8	16	16	13	0.1
11	Simazine	95	1.6	98	1.4	94	0.6	82	9.5	78	16	91	0.6	93	2.9
12	Propyzamide	120	4.7	141	1.1	122	1.7	93	9.7	106	15	120	2.5	113	5.5
13	Diazinon	95	1.4	101	3.4	92	2.6	85	10	87	14	102	1.6	111	2.9
14	Chlorothalonil	97	4.3	87	1.9	92	3.2	87	7.8	70	7.1	112	4.6	90	1.1
15	Iprobenfos	110	2.7	117	1.8	108	1.7	88	9.9	99	15	110	2.4	115	3.0
16	Dichlofenthion	76	1.7	82	2.7	75	5.4	80	9.4	75	14	101	0.9	98	2.6
17	Terbucarb	78	3.1	74	2.4	73	1.6	77	9.3	64	18	75	2.4	47	9.3
18	Bromobutide	111	3.0	111	0.6	108	1.7	90	9.6	92	14	111	2.8	110	3.0
19	Tolclofos-methyl	80	1.9	85	3.6	79	3.4	79	9.7	75	15	102	1.3	96	2.3
20	Simetryn	93	1.5	90	1.4	89	0.5	85	8.3	79	18	85	1.4	87	2.4
21	Carbaryl	110	3.3	10	2.0	110	0.6	92	8.1	4	1.0	11	11	10	1.5
22	Fenitrothion	110	3.9	111	6.1	112	2.6	97	8.4	95	14	118	2.0	110	4.9
23	Probenazole	102	2.6	102	2.4	99	0.9	85	9.3	101	16	107	1.7	106	4.7
24	Esprocarb	73	2.0	78	2.3	70	2.4	79	9.5	76	16	85	3.8	85	3.2
25	Malathion	114	2.7	114	2.2	118	1.8	95	10	96	14	115	2.0	121	3.9
26	Chlorpyrifos	92	3.8	98	3.4	89	4.3	87	9.9	103	14	117	3.4	109	4.4
27	Thiobencarb	86	1.5	87	2.9	83	1.5	87	10	92	15	99	3.7	100	3.2
28	Fthalide	94	4.6	94	1.6	90	2.1	82	9.6	78	14	105	5.8	93	2.5
29	Pendimethalin	81	1.7	86	4.9	83	4.1	83	7.2	73	11	90	3.1	79	1.4
30	Isofenphos	99	3.1	104	5.0	96	2.9	88	9.6	112	14	111	1.5	114	3.9
31	Methyldymron	97	0.9	63	11	80	2.2	86	11	55	12	108	4.0	74	0.9
32	Captan	101	3.4	91	2.2	99	1.3	84	9.5	68	12	101	1.8	63	2.3
33	Butachlor	90	1.5	95	3.6	88	2.8	84	9.3	89	14	114	2.1	106	4.4
34	Butamifos	96	1.6	96	7.9	97	4.1	88	8.0	104	14	103	0.6	102	5.4
35	Napropamid	113	3.2	111	0.9	107	2.4	91	11	92	16	114	5.1	109	5.1
36	Tricyclazole	116	1.3	127	3.4	111	2.4	91	11	106	18	117	3.0	119	5.1
37	Flutolanil	122	4.0	114	2.1	122	2.1	97	11	116	17	129	1.0	126	4.3
38	Pretilachlor	120	2.8	91	4.6	115	2.9	88	12	84	16	129	4.3	104	4.1
39	Isoprothiolane	97	0.6	114	2.1	97	3.2	100	11	111	17	106	1.1	126	5.3
40	Oxadiazon	87	0.9	84	4.5	79	3.5	83	11	95	16	105	3.4	109	6.6
41	Buprofezin	100	0.6	93	5.3	90	4.0	93	11	103	17	112	3.2	118	5.0
42	Isoxathion	104	1.0	102	4.0	104	4.6	96	9.9	97	18	118	1.5	117	6.2
43	Mepronil	123	1.6	119	0.7	123	1.8	98	10	105	16	87	3.2	126	3.3
44	Chlornitrofen	90	2.2	92	8.7	93	4.5	89	8.2	82	12	103	2.6	91	3.1
45	Edifenphos	117	1.7	116	5.2	116	2.1	99	11	108	16	118	3.2	113	3.6
46	Chlormethoxynil	94	2.2	88	7.8	98	4.2	89	6.7	82	14	103	0.5	81	1.6
47	Pyridaphenthion	108	1.8	100	6.5	111	2.4	91	8.4	102	14	122	3.3	114	2.3
48	Iprodione	106	2.1	94	2.0	103	1.6	87	9.8	75	15	91	3.1	71	5.7
49	EPN	101	2.0	100	5.5	104	4.2	96	9.5	95	15	112	2.2	99	2.9
50	Bifenox	91	1.8	82	7.8	92	4.2	88	7.3	77	14	96	1.3	70	2.6
51	Mefenacet	112	2.5	111	2.2	114	1.7	90	9.7	102	15	128	2.7	120	3.1

できた。しかし、Bensulide は、カラムでの分離が確認できず、SCAN モードでは検出することが出来なかった。このため、Bensulide に対する SIM 測定の設定ができず、定量は行わなかった。

3.2 添加回収試験

各抽出法による精製水と河川水の試験結果を表-4 に示した。

PS-2 は、精製水の試験では測定したすべての農薬に対し、70%以上の回収率が得られた。河川水の試験では、Trichlorfon 等の6農薬で回収率が大きく低下し、回収率は70%に達しなかった。変動係数は、精製水の試験では各農薬とも4.7%以下であった。河川水の試験では、回収率の悪い2農薬(Propoxur、Methyldymron)で10%を超したが、これらを除くと8.7%以下であった。

SPE-GLF は、PS-2 と同様に測定したすべての農薬で

70%以上の回収率が得られた。変動係数は、Benfluralin で 8.7%と大きめであったが、これを除くと 5.4%以下であった。

SDB-XC は、精製水の試験では Trichlorfon を除き 70%以上の回収率が得られた。しかし、河川水の試験では、回収率が農薬の種類により大きく異なり、Trichlorfon 等の 10 農薬では回収率が 70%に達しなかった。変動係数は、精製水の試験では 12%以下、河川水の試験では 18%以下とどちらも大きく、河川水の試験では大部分の農薬で 10%を超した。

溶媒抽出法は、精製水の試験では農薬の種類により回収率が大きく異なり、回収率が 70%に達しなかった農薬は Trichlorfon 等の 6 農薬で、一部の農薬についてはほとんど回収できなかった。河川水による試験では、一部の農薬で回収率が精製水の場合と比べて低下したが、大部分の農薬で大きな変化はみられなかった。回収率が 70%に達しなかった農薬は、精製水の試験でみられた Trichlorfon 等の 6 農薬の他、Terbucarb, Captan の 2 農薬であった。変動係数は、精製水の試験において回収率の悪い 5 農薬で 10%を超したが、これらを除くと 5.8%以下であった。河川水の試験ではすべての農薬で 9.5%以下であった。

4 考察

4.1 抽出効率の検討

精製水の試験では、カートリッジタイプの PS-2 はスチレンジビニルベンゼン共重合体粒子、SPE-GLF はポリメタクリレートゲルと充填材質は異なっているが、測定した 51 農薬の全てにおいて 70%以上の回収率が得られ、個々の農薬においてもほぼ同じ回収率であること、変動係数においても大きな相違がみられないことから、捕集材質による相違はないと考えられる。ディスクタイプの SDB-XC は、Trichlorfon を除くすべての農薬で 70%以上の回収率が得られ、固相抽出剤の適用が可能と考えられる農薬数では PS-2 や SPE-GLF と大差がない。しかし、水に対する溶解度が 120g/L⁶⁾と大きく、オクタノール分配係数が小さい Trichlorfon で回収率が悪いこと、各農薬の回収率が PS-2 や SPE-GLF に比べ低いことから、個々の農薬に対する抽出効率では PS-2 や SPE-GLF に劣るものと考えられる。変動係数では、PS-2 と SPE-GLF は全ての農薬において 10%以下であるが、SDB-XC は変動係数が 10%を超す農薬が多く、再現性の面でも PS-2 と SPE-GLF に劣ると考えられる。SDB-XC は捕集材質がスチレンジビニルベンゼン共重合体粒子で PS-2 と同じ材質を使用しているが、充填タイプが異なることから抽出形態や前処理方法も異なり、抽出効率や再現性に差が生じたものと考えられる。

各国相抽出法とジクロロメタンによる溶媒抽出法を比較すると、カートリッジタイプの PS-2 と SPE-GLF は溶

媒抽出法（回収率の悪い農薬を除く）に比べ回収率が大部分の農薬で低い傾向にあるものの、回収率 70%以上の農薬数が多く、総合的にみて溶媒抽出法より優れていると考えられる。また、PS-2 と SPE-GLF の変動係数は、溶媒抽出法の変動係数（回収率の悪い農薬を除く）とほぼ同じ範囲にあり、再現性においても溶媒抽出法に比べて劣るものではない。ディスクタイプの SDB-XC は、PS-2 と SPE-GLF と同様に、溶媒抽出法に比べて回収率 70%以上の農薬の数が多いものの、回収率はかなり低く（溶媒抽出法での悪い農薬を除く）、変動係数も大きいことから、総合的にみて溶媒抽出より劣ると考えられる。

河川水による試験では、PS-2 と SDB-XC は農薬の種類により回収率に大きな差がみられ、回収率が特定の農薬で大きく低下していることから、PS-2 と SDB-XC の回収率の傾向は類似していると考えられる。しかし、回収率 70%以上の農薬数は PS-2 が 45、SDB-XC が 41 農薬であることから、抽出剤の適用が可能と考えられる農薬数では SDB-XC がわずかに劣る。また、SDB-XC は PS-2 に比べて、大部分の農薬（回収率の悪い農薬を除く）において回収率は低下する傾向がみられることから、個々の農薬に対する抽出効率でも PS-2 に劣るとものと考えられる。PS-2 は各農薬（回収率の悪い農薬を除く）で、精製水とほぼ同じ回収率を SS の多い河川水でも得ているが、SDB-XC は多くの農薬で回収率に増減がみられることから、PS-2 に比べ河川水中の SS やマトリックスにより影響を受けるものと考えられる。再現性については、PS-2 は回収率の悪い一部の農薬を除くと変動係数が 10%以下と良好であったが、SDB-XC は各農薬において変動係数が大きく、精製水の試験と同様に PS-2 よりも再現性に劣ると考えられる。

各固相抽出法とジクロロメタンによる溶媒抽出法を比較すると、回収率が 70%以上の農薬数は溶媒抽出法とほぼ同じであるが、各農薬の回収率の面では PS-2 は溶媒抽出法（回収率の悪い農薬を除く）と大きな相違がみられず、溶媒抽出法に比べて劣るものではないと考えられる。しかし、SDB-XC は多くの農薬で回収率が低いことから、個々の農薬に対する抽出効率の面では溶媒抽出法に劣るものと考えられる。再現性では、PS-2 は回収率の悪い一部の農薬を除くと変動係数が溶媒抽出法とほぼ同じ範囲にあることから溶媒抽出法に劣るものではないと考えられる。しかし、SDB-XC は変動係数が大きく、精製水の試験と同様に再現性の面でも劣ると考えられる。

4.2 操作性の検討

固相抽出法の操作性を抽出時間、使用溶媒量、操作の簡略化の観点から溶媒抽出法を基準として検討した。抽出時間に関しては、精製水の試験では、ディスクタイプの SDB-XC はカートリッジタイプの PS-2 や SPE-GLF に比

べて捕集剤の乾燥に長時間を要したが、通水や溶離操作を短時間で行うことができ、抽出に要する時間を最も短縮することができる。PS-2 と SPE-GLF は、抽出時間に対して通水時間の占めるウェイトが大きく、試験では 500ml を 10ml/min の通水速度で操作を行ったことから比較的長時間かかり、溶媒抽出法に比べて抽出時間の短縮はあまり期待できない。しかし、通水量を適切に選定することによって通水時間の短縮が可能であり、通水を行っている間には特に操作がないことから、この時間を効率的に使用できるものと考えられる。河川水の試験では、SS による目づまりのため、ディスクタイプの SDB-XC のにおいても通水に長時間を要し、PS-2 においてはろ過処理を行ったことから、溶媒抽出法と比較し抽出時間の短縮はできない。しかし、SDB-XC はディスクタイプのため、ろ過助剤の使用やろ過操作と通水操作を同時に行うことが可能であり、抽出時間の短縮が可能になると考えられる。

使用溶媒量では、固相抽出法は規制溶媒をディスクのクリーニング、カートリッジのコンデショニングと農薬の溶離操作に使用するのみで、その使用量は、PS-2、SPE-GLF 及び SDB-XC と溶媒抽出法に比較して大幅に削減できる。

固相抽出法の前処理は、クリーニングとコンデショニング、通水及び溶離の操作で、溶媒抽出法の操作に比べ簡単である。特に、カートリッジタイプの PS-2 や SPE-GLF は、コンデショニング、溶離等の操作が簡単でしかも安定した再現性が得られる。しかし、SDB-XC は、ディスクタイプの抽出形態のため通水速度が速く、少量の溶媒を用いて減圧状態で溶離操作を行うことから、カートリッジタイプの PS-2 や SPE-GLF に比べて操作に熟練を要するものと考えられる。また、固相抽出は、精製水の前処理では操作性が良かったが、SS 濃度の高い試料では通水操作においてろ過処理やろ過助剤の使用等の SS 対策が必要で、操作が煩雑となり簡略化はあまり期待できないものと考えられる。

5. まとめ

52 農薬一斉分析における最適な固相抽出剤を検討するため、カートリッジタイプの PS-2 と SPE-GLF、ディスクタイプの SDB-XC 及びジクロロメタンによる溶媒抽出法による添加回収試験を行い、抽出効率や操作性について検討した。その結果は、以下のとおりであった。

1 精製水を用いた試験では、PS-2 と SPE-GLF は充填材質の異なるが回収率や変動係数において類似した傾向を示し、材質による抽出効率の相違はみられなかった。

2 ディスクタイプの SDB-XC は、精製水と河川水の試験で再現性が悪く分析条件の検討などの課題を残し

た。

3 精製水と河川水による試験結果に基づいて各抽出法の抽出効率を比較すれば、PS-2 > 溶媒抽出 > SDB-XC の順に良好と考えられ、PS-2 は一部の農薬を除くと溶媒抽出法に変わる分析法として使用が可能と考えられた。

4 各固相抽出法は、溶媒抽出法に比べて使用溶媒量を大きく削減できた。また、各固相抽出法は、精製水を用いた試験では溶媒抽出法に比べて操作時間の短縮や操作の簡略化が図られたが、SS 成分の多い河川水では SS 対策が必要になり操作時間の短縮や操作の簡略化はあまり期待できなかった。

参考文献

- 1) 森口泰男, 塩出貞光, 竹中勝信, 福島実, 藤田忠雄, 山口之彦: C18 結合型シリカゲルを用いた固相抽出法による農薬の分析に対する一考察, 水道協会雑誌, 63, 39-48, (1994)
- 2) 山口之彦, 福島実: キャピラリー GC・MS を用いた河川水中の農薬の一斉分析について, 大阪市立環境科学研究所報告, 57, 85-94, (1995)
- 3) 三戸部英子, 土田由里子, 田辺顕子, 村山等, 坂井正昭: 固相抽出-GC/MS 法による水中農薬の一斉分析について, 新潟県衛生公害研究所年報, 10, 85-90, (1994)
- 4) 栗山清治, 柏原督弘: ディスク型固相抽出の農薬分析への応用, 環境化学, 5, 807-819, (1995)
- 5) 日本水道協会: 上水試験方法 (1993 年版), 日本水道協会, pp325-332, (1995)
- 6) 上杉康彦, 上路雅子, 腰岡政二: 第 3 版 (1997) 最新の農薬データブック, ソフトサイエンス社 pp409, (1997)