

高速液体クロマトグラフィーによるゴルフ場使用農薬の 分析—吸収スペクトルと保持時間

中山 和好, 小室 芳洵

Studies on Analytical Method of Pesticides for Golf Links by High-Performance Liquid Chromatography —UV Spectra and Retention Time of Pesticides

Kazuyoshi NAKAYAMA and Yoshinobu KOMURO

I はじめに

厚生省による「ゴルフ場使用農薬に係わる水道水の安
対策について」^{1,2,3,4,5)}という通知により、30種の農薬を対
象として規制している。これら農薬の測定方法は、5種
の農薬については高速液体クロマトグラフィー (HPLC)
が採用されており、残りはガスクロマトグラフィー質
量分析法 (GC-MS) などとなっている。しかし、こ
れらの残りの物質も、濃度によるがHPLCで測定出来
るものもあり、また、5成分を測定する時に存在した場
合不明ピークとして出現する可能性もある。今回、30種
の農薬についてHPLCにおける挙動として、吸収スペク
トルと保持時間の一例について調べたので報告する。

II 実験方法

1. 試薬

農薬標準品はジューエルサイエンス社製を、アセトニ
トリルは和光純薬社特級を使用した。

2. 装置

1) 高速液体クロマトグラフ

ポンプ：日本分光880-PU

UV検出器：日本分光875-UV

インテグレーター：ヒューレットパッカード3390A

カラムオープン：日本分光865-CO

(HPLC条件)

分離カラム：昭和電工製 Shodex RSpak D18-613
6mm ID-150mmL

移動相：アセトニトリル-水 1ml/min

試料注入量：1, 2ppm 溶液20μl

2) 日立分光光度計 200-20型 1cmセル

3. 実験

1) UV吸収スペクトル

農薬標準品をアセトニトリルに溶解し10ppmの溶液
に調整し、分光光度計にて370~200nmの吸収スペク
トルを観察した。

2) 保持時間

移動相としてアセトニトリル：水=60：40と50：50の
2種を調整し各農薬を注入し保持時間を求めた。UV検
出器の吸収波長は1)の吸収スペクトルより各農薬の最
適波長を設定した。

III 結果

1. 吸収スペクトル

結果を図-1に示す。370~200nmの間で、30種の内、
トリクロロホンのみ吸収を示さなかった。残りの物質は、
吸光度の大小はあるが吸収を示した。その中で、クロロ
タロニルが最大の吸収を示し、これのみ吸収スペクトル
は5ppm溶液で測定した。

2. 保持時間

測定に用いた吸収波長は、以下の通りである。

210nm：イソフェンホス、ダイアジノン、フェニトロ
チオン、イプロジオン、キャプタン、トリクロ
ホスメチル、フルトラニル、ブタミホス、プロ
ピザミド、ベンスリド、ピリダフェンチオン、
エトリジアゾール、クロロネブ、メプロニル、テ
ルブカルブ、ベンフルラリン、メチルダイムロン

220nm：チウラム、シマジン、ナプロパミド

230nm：クロルピリホス、クロロタロニル、メコプロップ

240nm：ペンディメタリン、ペンシクロン

260nm：イソキサチオン

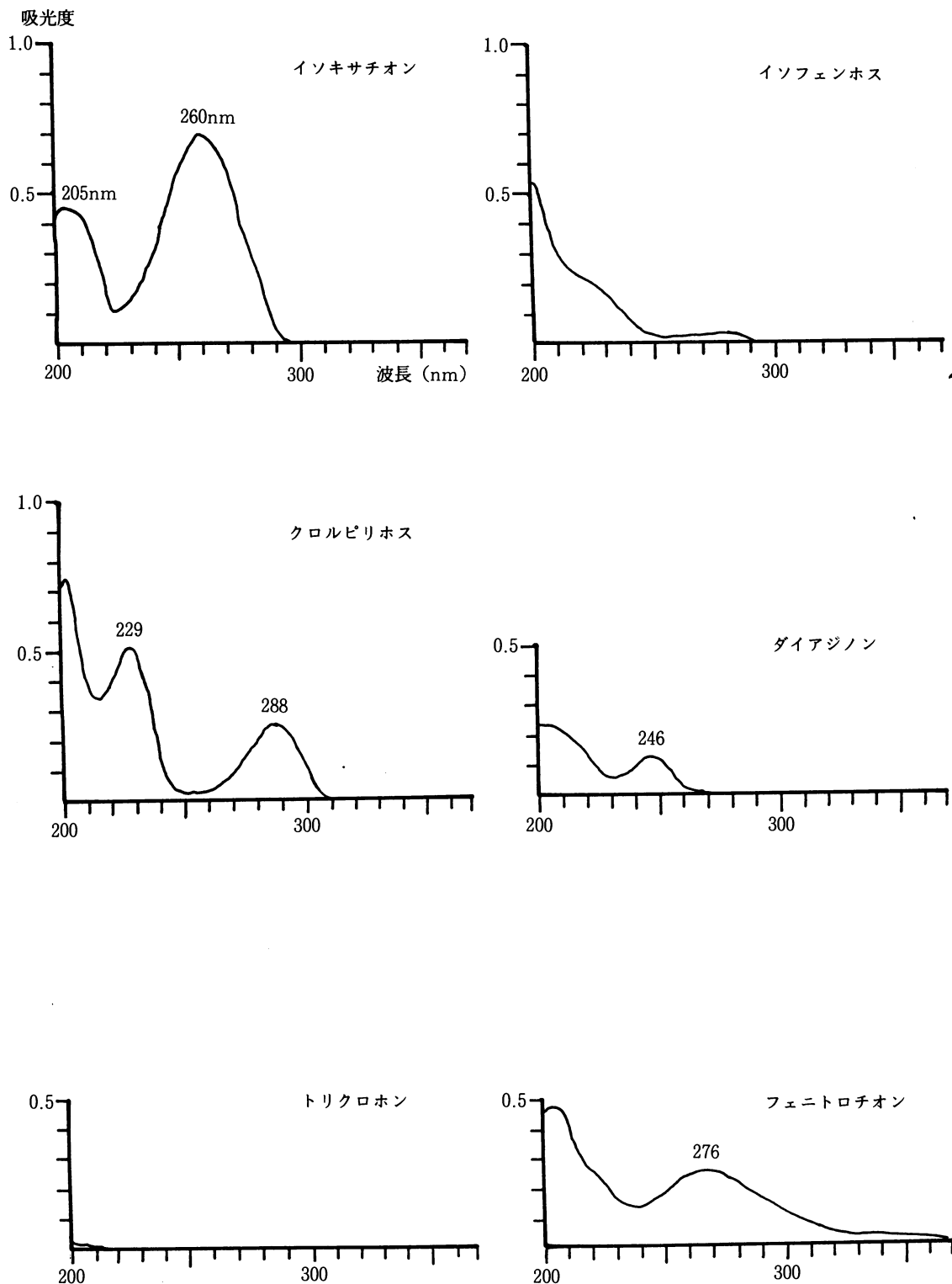
270nm：アシュラム

300nm：イソプラチオラン

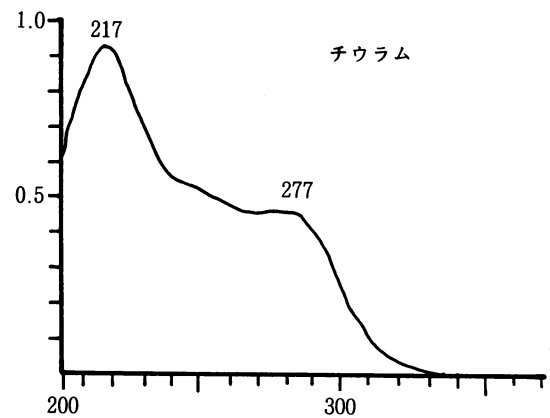
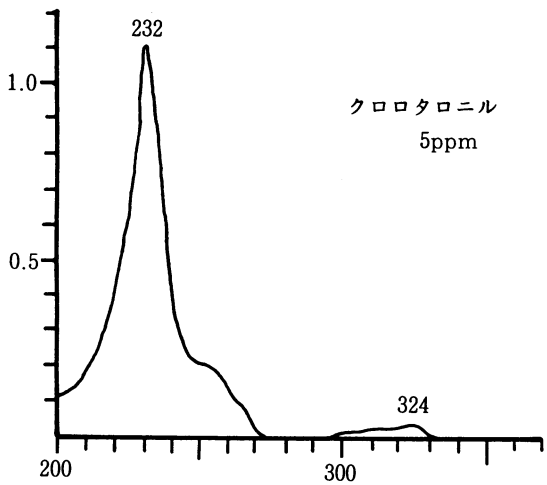
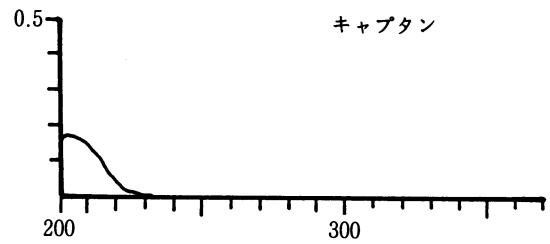
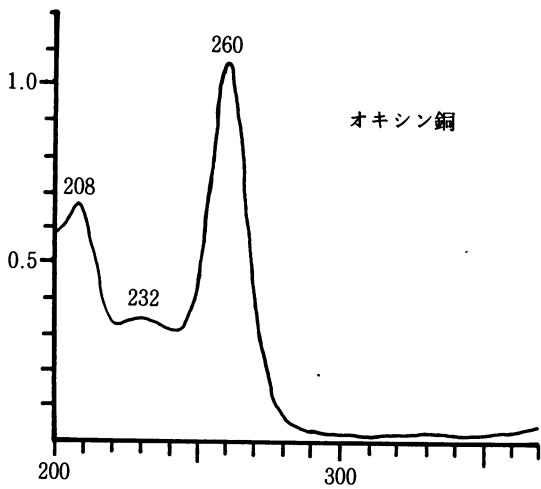
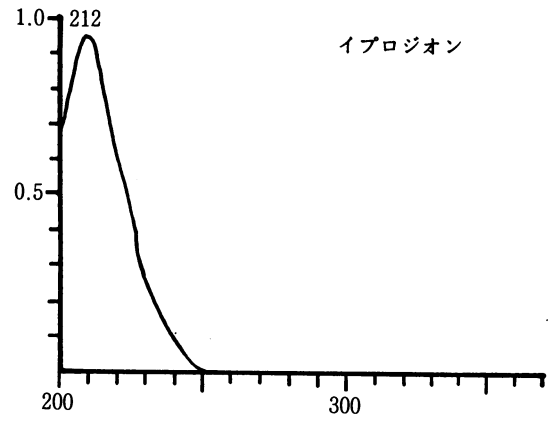
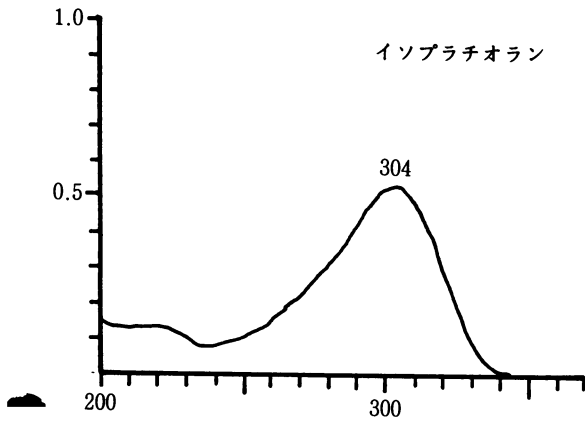
千葉県衛生研究所

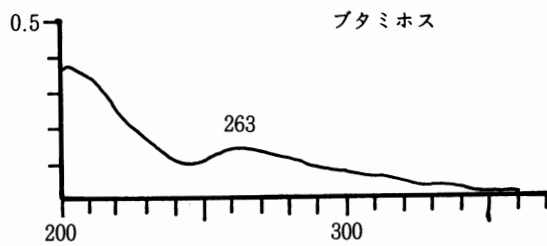
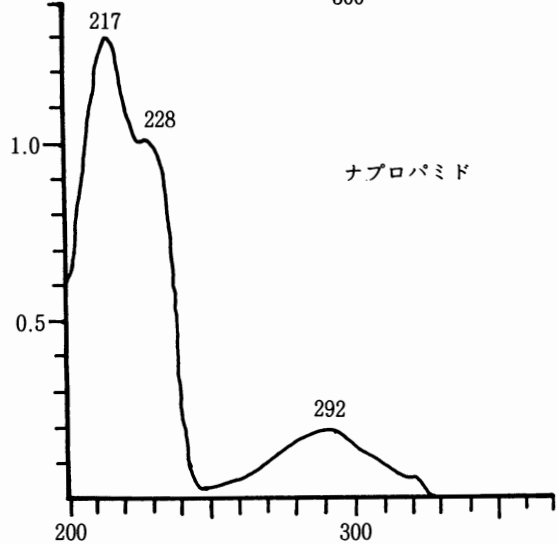
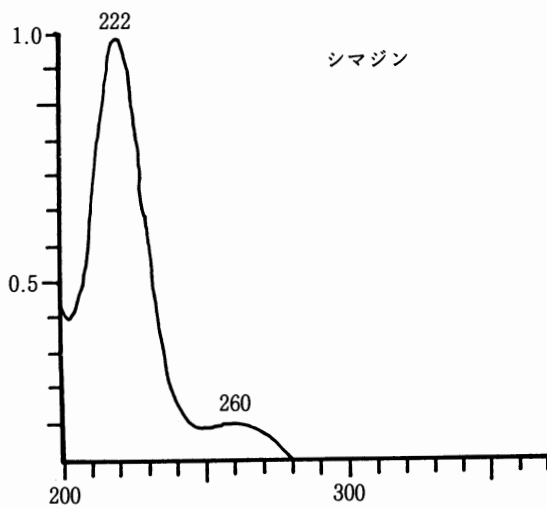
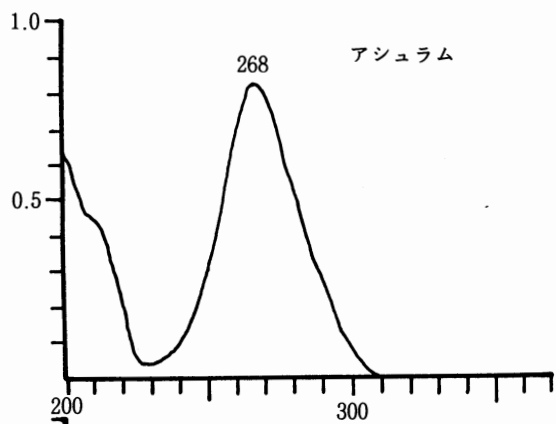
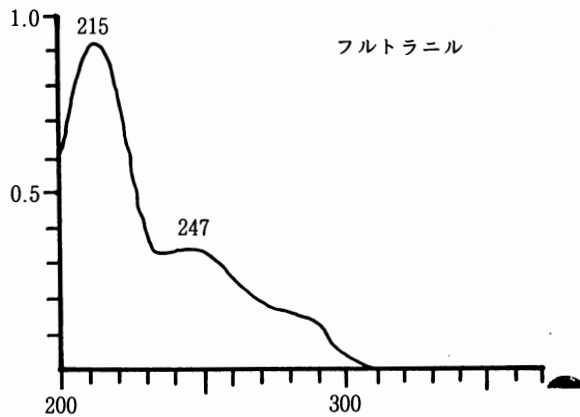
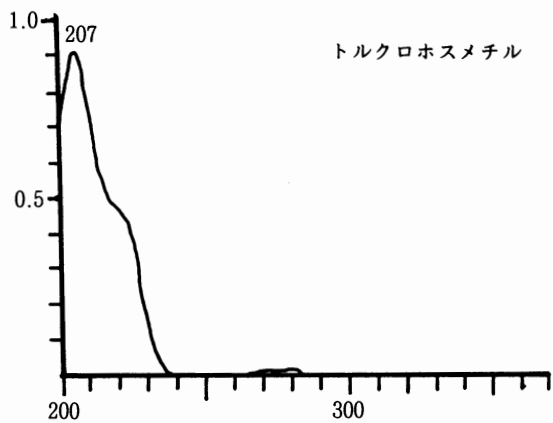
(1992年12月20日受理)

図-1 吸収スペクトル

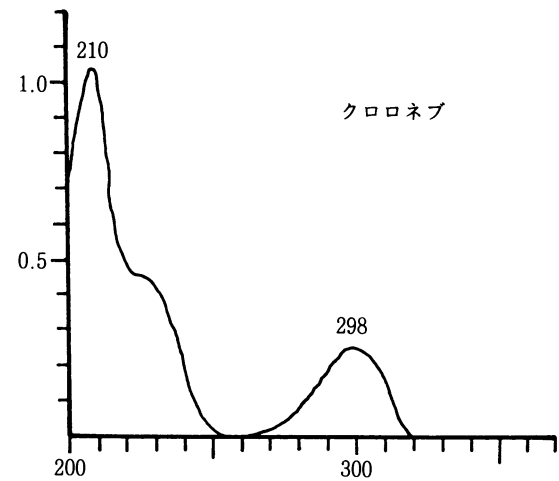
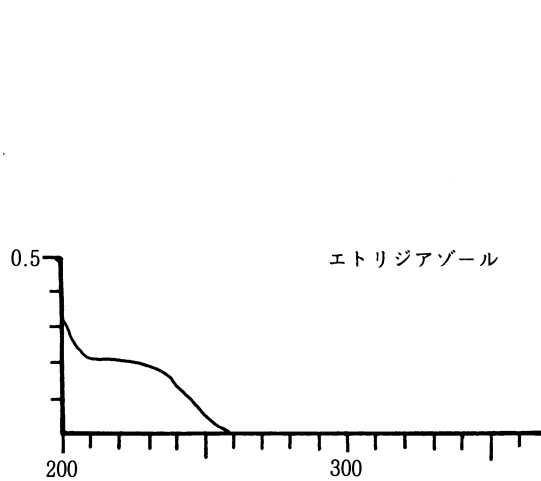
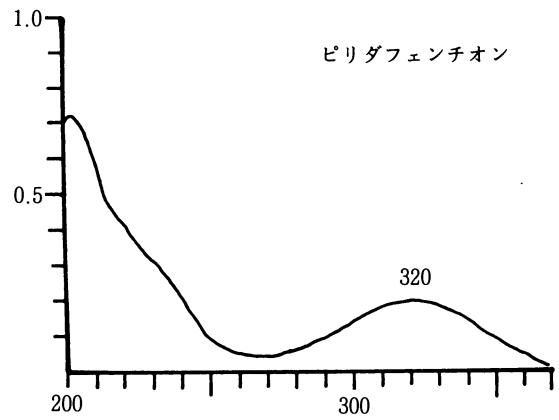
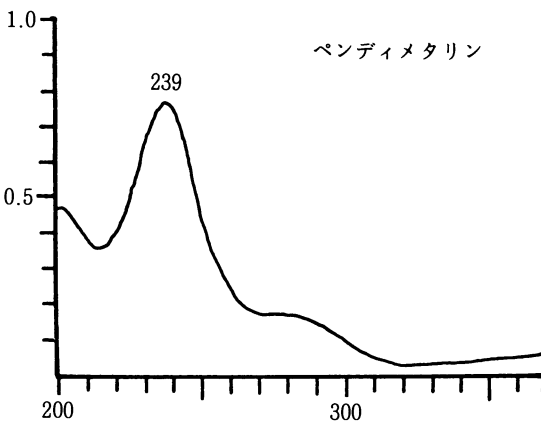
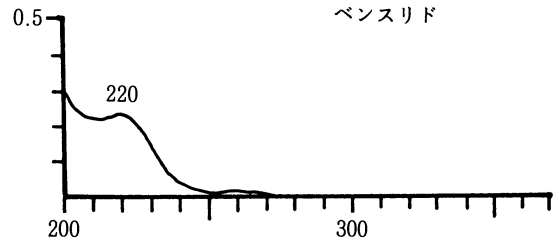
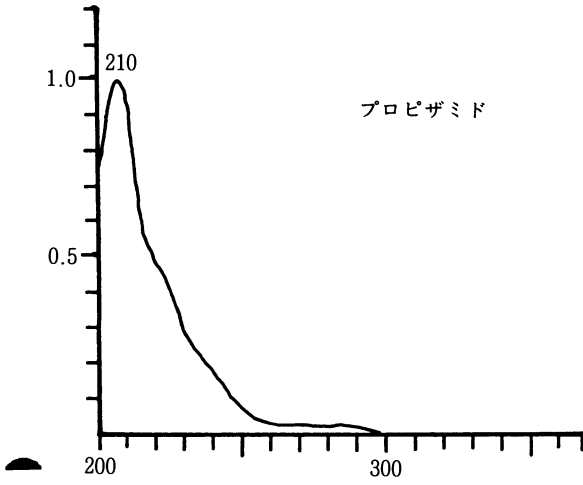


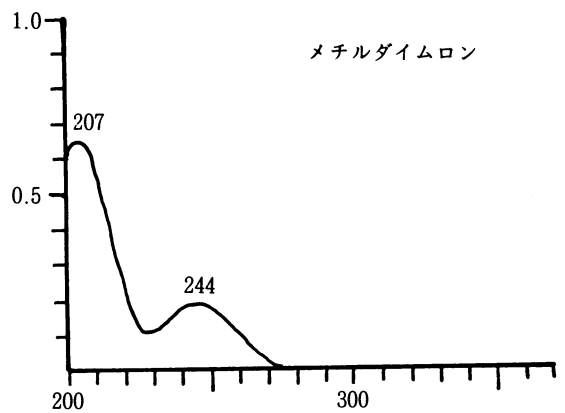
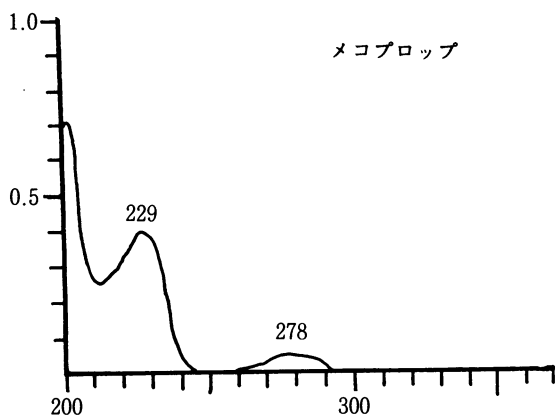
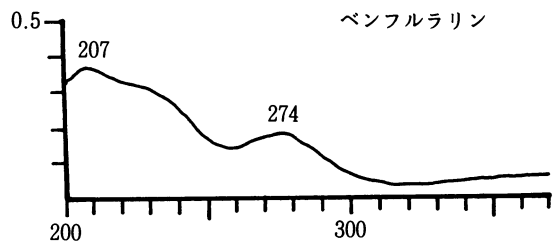
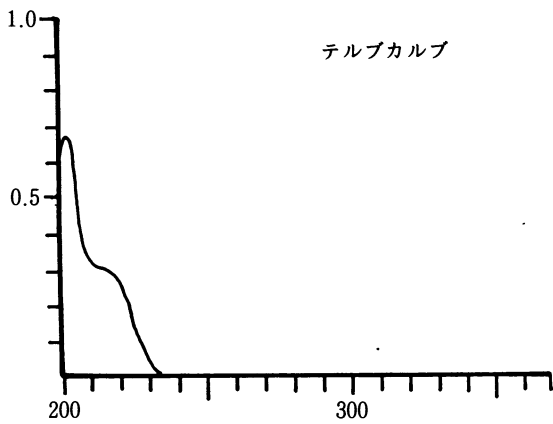
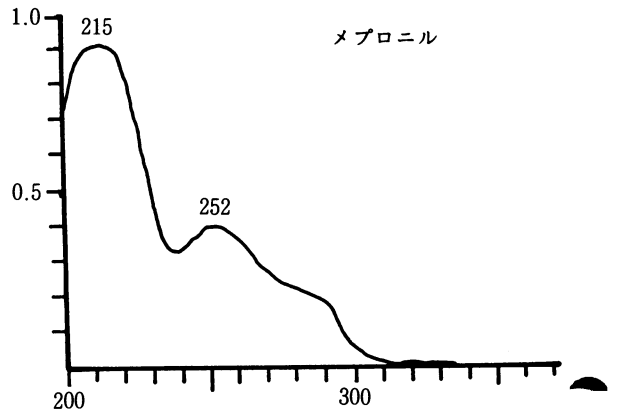
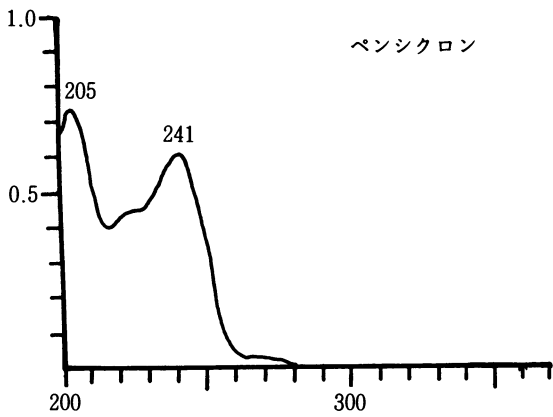
高速液体クロマトグラフィーによるゴルフ場使用農薬の分析—吸収スペクトルと保持時間





高速液体クロマトグラフィーによるゴルフ場使用農薬の分析—吸収スペクトルと保持時間





30種の内、オキシ銅は今回の条件で、ピークが見られなかった。オキシ銅を測定する場合は、移動相のpHが問題であり、前回の検討⁶⁾ではpHが低くないとピークが検出されなかった。1)で紫外部に吸収を示さなかったトリクロロホンを除いた28種の保持時間を図-2に示した。アセトニトリル50:50の場合、すべて農薬が30分以内で、60:40の場合は12分以内で溶離した。いずれも、

非常に保持時間の近接しているものも多く、また、保持時間が同じというものもあった。図中に示した番号は、50:50の溶離順に記したものであるが、60:40を比較すると溶離順が逆転する物質がかなりあり、用いるカラム、移動相条件などにより容易に、溶離順が変化する事が予想される。

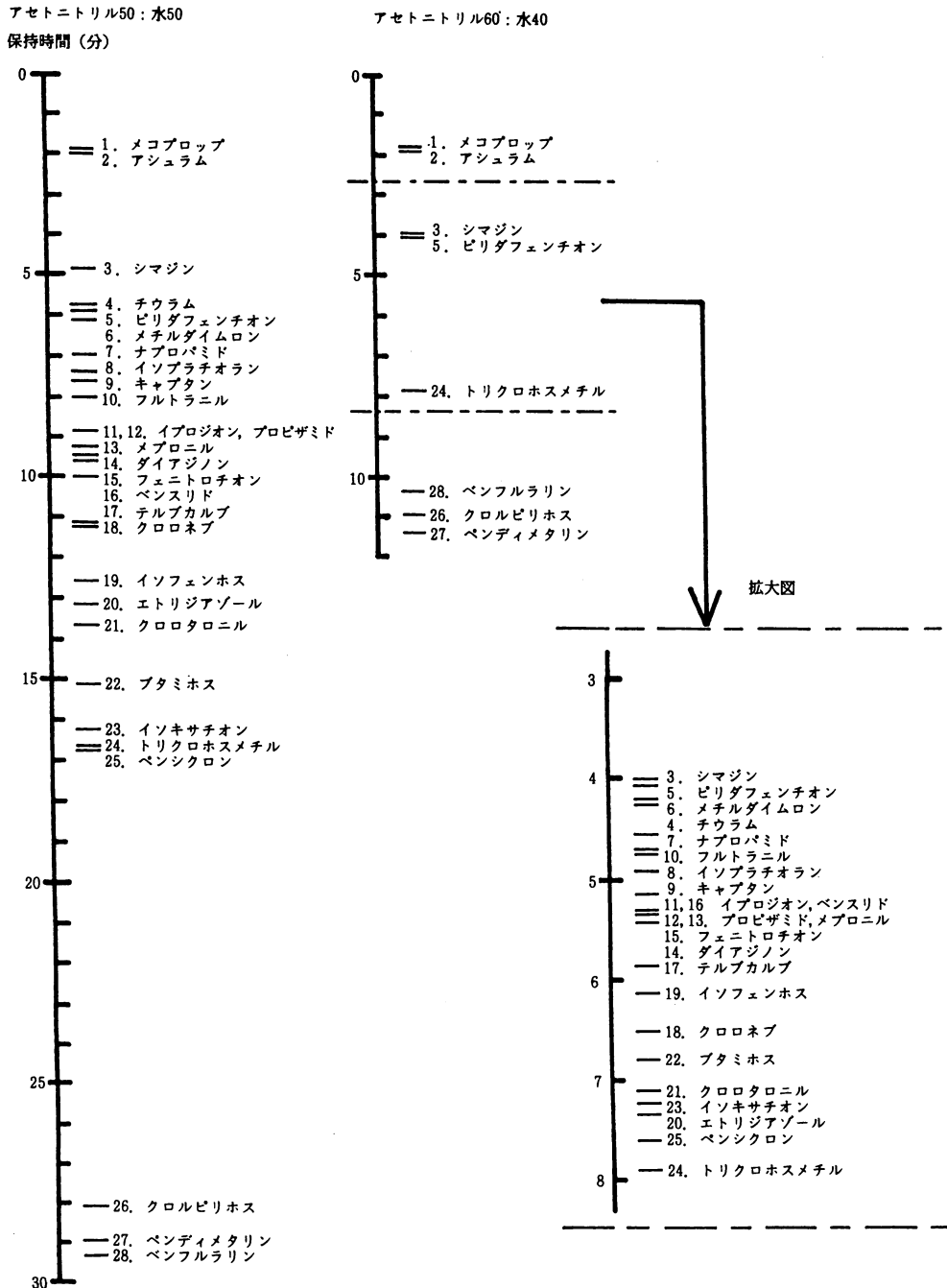


図-2 保持時間

VI まとめ

通知におけるゴルフ場使用農薬のHPLCの基礎的な資料として、紫外部の吸収スペクトルと移動相にアセトニトリル-水系を用いた時の保持時間を測定した。その結果28種がHPLCの測定に関わる事がわかった。(アシラムは移動相のpHを下げる事で測定可能)。現在、5農薬についてHPLC測定となっているが、これ以外の農薬が使用されている時、測定条件によってはピークとなって現れる可能性があり、考慮しておく必要がある。

V 文献

- 1) 厚生省通知 衛水152号(平成2年5月31日) ゴルフ場使用農薬に係わる水道水の安全対策について
- 2) 厚生省通知 衛水153号(平成2年5月31日) ゴルフ場使用農薬に係わる検査方法について
- 3) 厚生省通知 衛水37号(平成3年2月28日) ゴルフ場使用農薬に係わる検査方法について
- 4) 厚生省通知 衛水192号(平成3年7月30日) ゴルフ場使用農薬に係わる水道水の安全対策について
- 5) 厚生省通知 衛水193号(平成3年7月30日) ゴルフ場使用農薬に係わる検査方法について
- 6) 中山和好, 小室芳洵(1991): ゴルフ場使用農薬の分析法の検討, 千葉衛研報告, 第15号, 59-61