

[技術資料]

大気試料における農薬成分 (Dichlorvos) の分析方法の検討

Analytic methods for dichlorvos in atmospheric dispersion by gas chromatography

長谷川 隆* 並木 章* 伊藤 恵治*

Takashi HASEGAWA, Akira NAMIKI and Keiji ITOH

1. はじめに

有機リン系殺虫剤 Dichlorvos (2, 2-dichlorovinyl-dimethyl-phosphate) (以下DDVPと略す) は、農薬成分として広く使用されている。DDVPを分析する方法として、有機溶剤に吸収させて捕集し、パックドカラムで分析する方法が行われているが、低濃度分析及び捕集効率あまり良いとはいえず、新たに、著者らは簡便で低濃度の大気試料におけるDDVPの分析方法を検討し、良好な結果を得たので報告する。本分析方法は、大気試料DDVPを、Sep-Pak C18カートリッジで常温吸着捕集した後酢酸エチルで抽出し、窒素リン検出器を備えたガスクロマトグラフで定量するものである。

2. 実験及び装置

2.1 試薬

DDVP：呉羽化学工業株式会社製 (純度 99.2%)
2,6-キシリジン：関東化学工業株式会社製特級
酢酸エチル：関東化学工業株式会社製残留農薬試験用

2.2 装置

2.2.1 試料捕集管

試料捕集管として、Waters製Sep-Pak C18カートリッジ (容量 0.85 ml, 吸着剤重量 360 mg, ポリエチレン製) を使用した。なお、試料捕集にさきだち、試料捕集管を酢酸エチル 4 ml で洗浄した後、2時間程度減圧乾燥し、さらに窒素ガスを流しながら十分乾燥さ

せ、密栓してデシケータで保管した。
試料捕集管の形状を、図-1に示す。

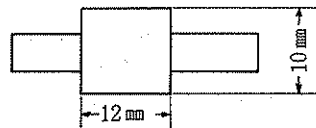


図-1 試料捕集管

2.2.2 分析装置

ガスクロマトグラフ分析装置は、ヒューレットパカード製 HP 5890 II を使用した。

3. 分析操作

容量 10 ml のガラスシリンジに酢酸エチル 4 ml を取り、DDVP を捕集した試料捕集管に接続して、容量 10 ml の共栓付遠沈管に穏やかに溶出させる。溶出液に内部標準物質として 2, 6-キシリジン 2 μ g を添加し、窒素ガスを吹き付け、1 ml まで濃縮した後窒素リン検出器の備えたガスクロマトグラフで溶出液 1 μ l をマイクロシリンジを用いて注入し、キャピラリーカラムで DDVP を分離定量した。

溶出操作を、図-2に示す。

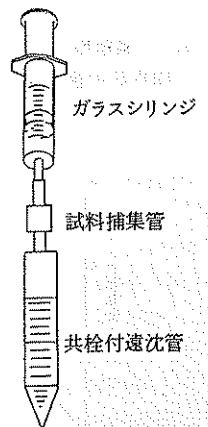


図-2 溶出操作

* (財) 日本環境衛生センター東日本支局環境科学部
Department of Environmental Science, East Branch,
Japan Environmental Sanitation Center

4. ガスクロマトグラフ分析条件

ガスクロマトグラフ分析条件を、表-1に示す。

表-1 ガスクロマトグラフ分析条件

項目	分析条件
装置	ヒューレットパッカード製 HP 5890 II
カラム	HP-1 25 m×0.2 mm 膜厚0.11 μm 石英ガラス製
カラム温度	50℃(1分)~100℃(15℃/分昇温)~150℃(5℃/分昇温)
試料導入口温度	230℃
検出器温度	230℃
導入方式	スプリットレス
キャリアガス	窒素 (62.5 kPa)
検出器	窒素リン検出器 (NPD)

5. 試料採取方法

試料捕集管にポンプ・流量計を接続し、毎分1 lの吸引速度で約5 l大気を採取する。試料を採取した試料捕集管は、両端をテフロン栓で密栓し、デンケーター中に入れて冷暗所で保管する。試料採取方法を、図-3に示す。

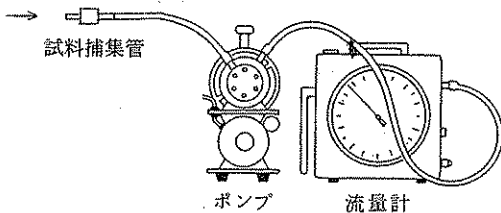


図-3 試料採取方法

6. 検討結果

6.1 検量線

DDVPの検量線を、図-4に示す。

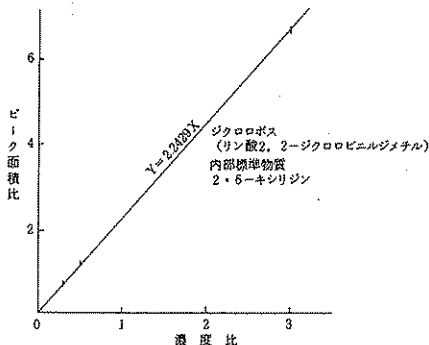


図-4 DDVPの検量線

DDVPの標準溶液の分析例を、図-5に示す。

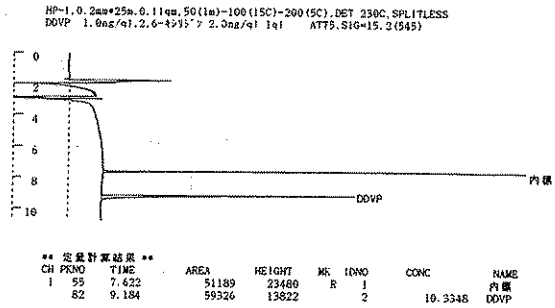


図-5 DDVPの標準溶液の分析例

6.2 ブランク

試料捕集管のブランクについて、3.分析操作の分析手順に従ってガスクロマトグラフ分析を行ったところ、図-6に示すようにDDVPの保持時間にピークは検出されなかった。

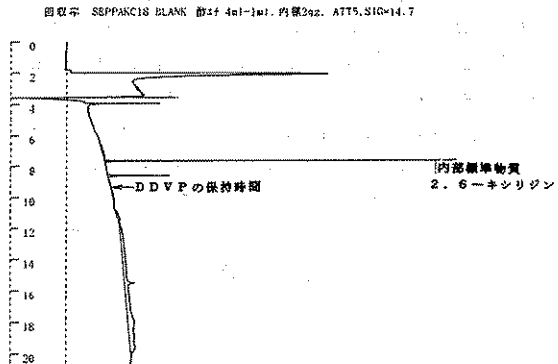


図-6 試料捕集管のブランク

6.3 DDVPの検出下限

本分析方法におけるDDVPの検出下限は、試料捕集管のブランク及びガスクロマトグラフの性能から、大気1 l当り13 ngであった。

6.4 DDVPの添加回収率

試料捕集管に5 μgのDDVPを添加し、清浄空気5 lを通気させ、所定の方法で分析した。

DDVPの添加回収結果を、表-2に示す。

DDVPの添加回収率は、94%以上であり本法におけるDDVPの保持容量及び回収は良好であった。

表-2 DDVP の添加回収結果

回数	添加量(μg)	回収量(μg)	回収率(%)
1	5.0	4.7	94
2	5.0	4.8	96
3	5.0	4.7	94
4	5.0	4.8	96
5	5.0	4.8	96

6. 5 DDVP の保存性

試料捕集管に 5 μg の DDVP を添加し、清浄空気 5 l を通気させ、冷暗所で 1 日・2 日・3 日・6 日間保存した。この試料捕集管を所定の方法で分析した。

DDVP の保存性試験結果を、表-3 に示す。

DDVP は、6 日後でも 92% 保持されており、本法における保存性は十分であった。

表-3 DDVP の保存性試験結果

経過日数	添加量(μg)	回収量(μg)	回収率(%)
1 日後	5.0	4.8	96
2 日後	5.0	4.8	96
3 日後	5.0	4.6	92
6 日後	5.0	4.6	92

7. 応用分析

室内に DDVP を含んだ蒸散剤を放置し、室内空気中の DDVP 濃度を測定した。その結果、最低 4 ppb ~ 最高 359 ppb の DDVP を、検出した。

室内の DDVP 濃度が 0.2 ppb 以上存在すれば、分析が可能であった。応用分析例を、図-7 ~ 図-8 に示す。

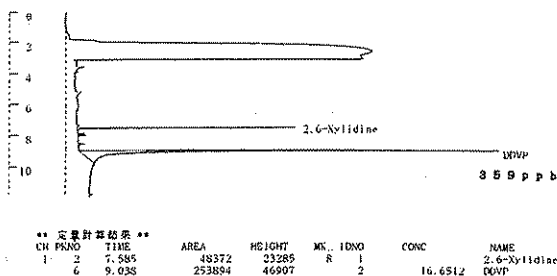


図-7 応用分析例

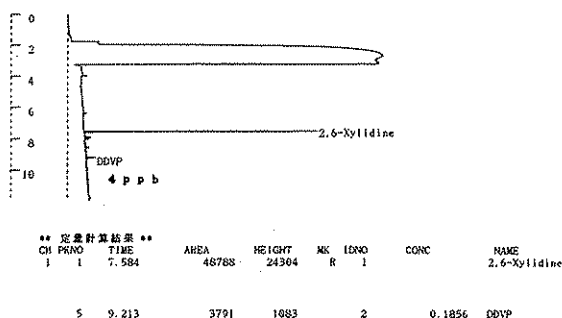


図-8 応用分析例

8. 参考文献

- 1) 富沢長次郎・上路雅子：最新 農薬データブック，ソフトサイエンス社（1982）
- 2) 環境庁環境保健部保健調査室：化学物質分析法開発調査報告書（1991）