ゴルフ場農薬多成分同時分析の検討(第3報)

環境科学部

はじめに

既報^{1),2)}ではゴルフ場で使用される農薬の液体 クロマトグラフタンデム型質量分析計(LC/MS/MS) による多成分同時分析を検討してきた。今回,検 討結果をもとに実試料を用いて妨害の有無の確認, MQL(分析方法の定量下限値),回収率の算出を行い, 分析法の適用性の確認を行った。なお,既報での 対象成分のうちテルブカルブ,ベンスリドは平成 25 年度に指針値が削除されている。³⁾

方 法

1 操作方法および測定方法

実試料として市内のゴルフ場8ヵ所の排出水を 等量混合した試料を調製し,既報²⁾で検討した方 法で分析した。

2 MQL の算出

前述の試料に各 100ppb の濃度の混合標準溶液を添加し、試料中の濃度を 0.5ppb と 2.5ppb とした試料を 7 試料ずつ調製した。標準溶液を添加しない試料 7 試料とともにそれぞれ抽出等の前処理を行い、MQL 算出のための分析用試料とした。

MQL は「要調査項目等調査マニュアル」⁴⁾の方法 に従って、分析値から得られた試料濃度の標準偏 差の10倍として算出した。

結 果

1 MQL 算出試料の検討

標準溶液を添加しない試料からは、いずれの成分もピークが検出されないか、MQL 算出に支障のない濃度であり、また、妨害となるピークも確認されなかった。

このため、MQL は添加濃度 0.5ppb とした試料での結果から算出した。ただし、同試料での回収率の平均が $70\%\sim120\%$ の範囲外であった成分については添加濃度 2.5ppb とした試料での結果から算出した。

2 MQL と回収率

MQL と回収率を表 1, 2 に示す。MQL はいずれも指針値の 10 分の 1 以下を満足していた。回収率はチフルザミド(122%),ピリブチカルブ(66%)以外は $70\%\sim120\%$ の範囲内であった。

文献

- 森本章嗣 他:ゴルフ場農薬 44 成分同時分析の検討,広島市衛生研究所年報,31,44~49(2012)
- 2) 環境科学部:ゴルフ場農薬多成分同時分析の 検討(第2報),広島市衛生研究所年報,32, 79~83(2013)
- 3) 環境省: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,(平成25 年6月18日)
- 4) 環境省:要調査項目等調査マニュアル(水質, 底質,水生生物),6~12(平成20年3月)

表 1 分析方法の定量下限値 (positive モード)

| 成分名 | 添加濃度 | 回収率 | MQL | 指針値 |
|-----------------|-------|-----|---------|-------|
| | (ppb) | (%) | (ppb) | (ppm) |
| アセタミプリド | 0.5 | 92 | 0.5882 | 1.8 |
| アゾキシストロビン | 0.5 | 113 | 0.5183 | 4. 7 |
| イソキサチオン | 0.5 | 89 | 0.5189 | 0.08 |
| イソプロチオラン | 0.5 | 98 | 0.3516 | 2.6 |
| イプロジオン | 2. 5 | 90 | 4. 1638 | 3 |
| イミダクロプリド | 2. 5 | 112 | 2.4717 | 1.5 |
| エトキシスルフロン | 0.5 | 95 | 0.3908 | 1 |
| オキサジクロメホン | 0.5 | 100 | 0.5726 | 0.24 |
| カフェンストロール | 0.5 | 105 | 0.7832 | 0.07 |
| クロチアニジン | 2.5 | 113 | 2.3224 | 2.5 |
| シデュロン | 0.5 | 106 | 0.7190 | 3 |
| ジフェノコナゾール | 0.5 | 93 | 0.8530 | 0.25 |
| シプロコナゾール | 0.5 | 98 | 0.3520 | 0.3 |
| シマジン | 0.5 | 97 | 0.4049 | 0.03 |
| シメコナゾール | 0.5 | 98 | 0.5155 | 0.22 |
| ダイアジノン | 0.5 | 72 | 1.0486 | 0.05 |
| チアメトキサム | 2.5 | 112 | 2. 2386 | 0.47 |
| チフルザミド | 2.5 | 122 | 2. 1726 | 0.37 |
| テトラコナゾール | 0.5 | 95 | 0.6661 | 0.1 |
| テブコナゾール | 0.5 | 100 | 0.4352 | 0.77 |
| テブフェノジド | 2.5 | 108 | 3.7407 | 0.42 |
| テルブカルブ | 2.5 | 103 | 1.7892 | (0.2) |
| トリフルミゾール | 2.5 | 91 | 2.0513 | 0.5 |
| トリフルミゾール 代謝物 | 0.5 | 80 | 0. 5792 | 0.5 |
| ピリブチカルブ | 2. 5 | 66 | 4.7206 | 0.23 |
| フェニトロチオン | 0.5 | 110 | 0.5771 | 0.03 |
| ブタミホス | 0.5 | 93 | 0.3640 | 0.2 |
| フルトラニル | 0.5 | 95 | 0.4465 | 2.3 |
| プロピコナゾール | 0.5 | 98 | 0.5570 | 0.5 |
| プロピザミド | 0.5 | 88 | 0.4312 | 0.5 |
| ペンシクロン | 0.5 | 102 | 0.4613 | 1.4 |
| ペンディメタリン | 0.5 | 90 | 0.7878 | 3. 1 |
| ボスカリド | 0.5 | 102 | 0.6181 | 1. 1 |
| メタラキシル | 0.5 | 102 | 0.4806 | 0.58 |
| メプロニル | 0.5 | 90 | 0. 2771 | 1 |

注:指針値は平成25年度末時点での値である。 テルブカルブの指針値は削除前の値である。

表 2 分析方法の定量下限値 (negative モード)

| 成分名 | - 添加 濃度 | 回収率 | MQL | 指針値 |
|----------|---------------|-----|---------|-------|
| | (ppb) | (%) | (ppb) | (ppm) |
| カフェンストロー | 0.5 | 99 | 0. 3347 | 0. 07 |
| ル代謝産物 | | | | |
| シクロスルファ | 0.5 | 110 | 0. 2828 | 0.8 |
| ムロン | | | | |
| ジチオピル | 2.5 | 111 | 2.3808 | 0.095 |
| トリクロピル | 0.5 | 111 | 0.5565 | 0.06 |
| ハロスルフロン | 0.5 | 102 | 0. 5571 | 2.6 |
| メチル | | | | |
| フラザスルフロン | 0.5 | 72 | 0.6691 | 0.3 |
| ベンスリド | 0.5 | 108 | 0.5561 | (1) |
| メコプロップ | 0.5 | 101 | 0.3548 | 0.47 |

注:指針値は平成25年度末時点での値である。ベンスリドの指針値は削除前の値である。