

環境基準に準拠したHPLCによるチウラムの分析

Analysis of Thiuram by HPLC based on the environmental quality standard

チウラムは、殺虫剤や殺細菌剤として使用されるチオカルバメート系農薬の1種です。環境基本法に基づく水質汚濁に係る人の健康の保護に関する環境基準の項目の1つとして指定されており、公共用水域では0.006 mg/L以下の基準値が設けられています。また、環境省告示30号(平成25年3月)付表4では、測定方法として、HPLC(UV検出)法が採用されています。本報では、告示法を参考とした分析条件でのチウラムの分析例を紹介します。

分析カラムには、TSKgel ODS-100V 3 μ m (4.6 mm I.D. x 25 cm)を使用しました。告示法ではリン酸緩衝液/アセトニトリル=45/55の移動相が用いられていますが、環境試料中の夾雑成分との分離を改善する目的で、リン酸緩衝液/アセトニトリル=55/45の比率の移動相を用いました。図1に、標準試料のクロマトグラムを示します。告示法に従い、0.1~1.0 mg/Lの濃度範囲において検量線を作成した結果、図2に示す良好な直線性が得られました。

また、告示法では、前処理法として、固相抽出を用いた500倍濃縮法、及び、溶媒抽出を用いた200倍濃縮法が採用されています。環境基準値の1/10濃度である0.0006 mg/Lは、注入試料中では、固相抽出法を用いた場合0.3 mg/L、溶媒抽出法を用いた場合0.12 mg/Lにそれぞれ相当します。

チウラムが含まれていないことが確認されている排水を、告示法に従って固相抽出法による前処理濃縮を行った試料のクロマトグラム図4に示します。排水試料のクロマトグラムでは、多数の夾雑成分由来のピークが確認されますが、本分析条件を用いることにより、チウラムのピークと他のピークが良好に分離できることが確認できました。

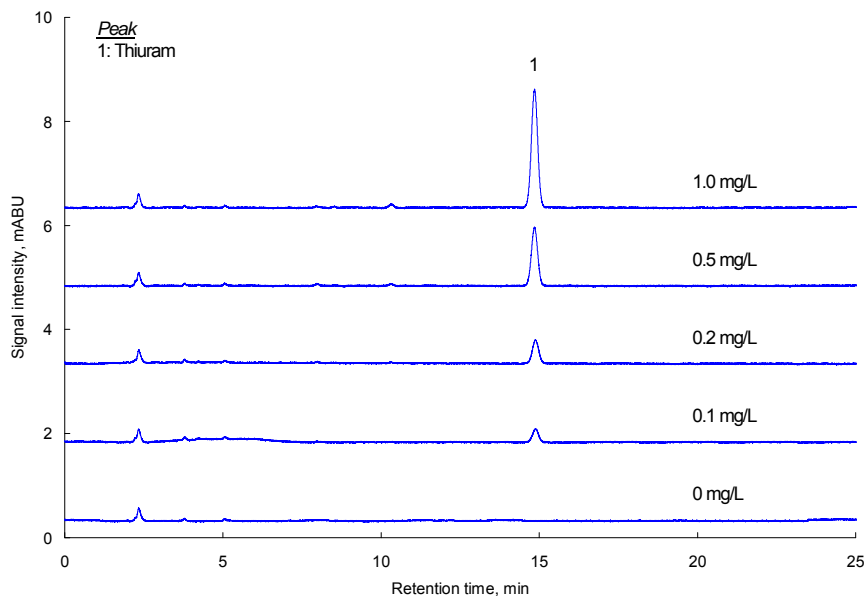


図1 標準物質のクロマトグラム

表1 分析条件

Column :	TSKgel ODS-100V 3 μm (4.6 mmI.D. x 25 cm)
Eluent :	50 mmol/L phosphate buffer (potassium, pH3.0) / acetonitrile = 55/45
Flow rate :	1.0 mL/min
Column temp. :	25 °C
Detection :	UV 272 nm
Injection vol. :	10 μL

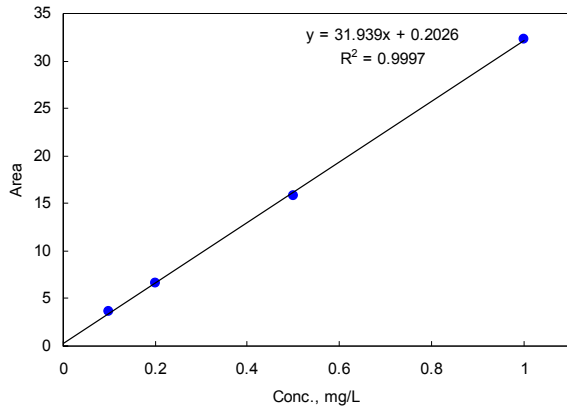


図2 検量線

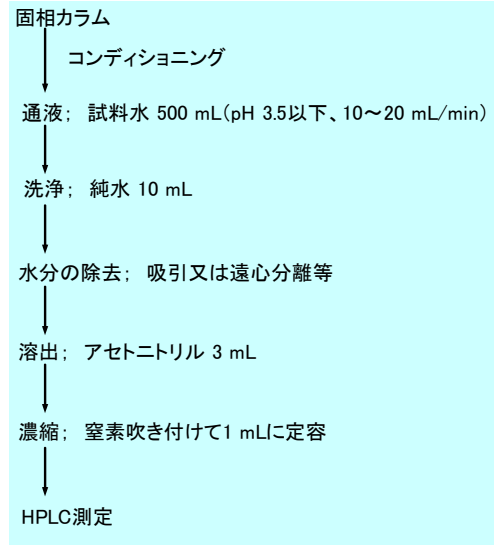


図2 前処理の手順

(環境省告示 30号(平成 25年 3月)付表 4 参照)

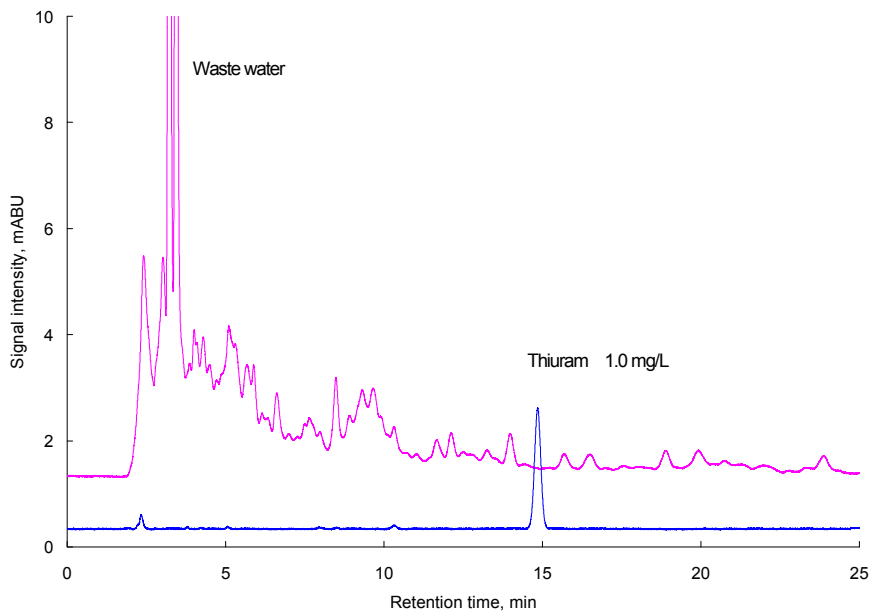


図4 排水の前処理試料のクロマトグラム