

環境水中の農薬類分析方法の基礎的研究

渡辺正子 降矢るみ子* 味村 昭*

(*環境局広域監視課)

要 旨

「内分泌攪乱化学物質調査暫定マニュアル」に示されている農薬分析方法中の検量線の作成方法を検討し、目標検出下限値 $0.01 \mu\text{g}/\ell \sim 0.05 \mu\text{g}/\ell$ を精度良く測定することができた。

(1)環境ホルモンに含まれる農薬13物質の一斉分析方法について検討を行った。固相抽出カラムを用いた分析方法は、河川水への添加回収実験で良好な結果を得た。

(2)環境ホルモンのような極微量な分析では、検量線の作成方法を検討し、測定値の関係を十分に把握し、回帰直線または重み付けした回帰直線を用いると再現性が良く精度の高い結果が得られた。

(3)この方法を用いて多摩川の河川水を分析した結果いずれの農薬も検出されなかった。

キーワード：環境ホルモン、農薬、河川水、同時分析、検量線、定量下限値

1 はじめに

環境庁は1998年5月、「環境ホルモン戦略計画 SPEED'98」に内分泌攪乱の疑いのある化学物質（以下「環境ホルモン」と言う）として67物質をあげた。これに基づいて、東京都は公共用水域で1998～2000年まで毎年2回、調査を実施し、その結果3年間で水質から18物質、底質から17物質のあわせて20物質の環境ホルモンが検出された。検出物質の中には、ゴルフ場などで除草剤として使用されていたトリアジン系農薬のシマジンが含まれていた¹⁾。シマジンは水質汚濁農薬に指定され、河川等の水域への流入、飛散のおそれのある場所での使用が制限されているが、環境中から検出され、モニタリングが必要な物質である。環境ホルモン作用を持つ農薬は、シマジン以外にも67物質中に多くあり、環境中の濃度を把握するためには、多数の物質を同時に測定できる方法が必要である。これらの農薬の内マラチオン等13物質の農薬は、「内分泌攪乱化学物質調査暫定マニュアル」（IX－農薬類多成分分析法）に示されているようにGC-MSによって同時分析可能である。

しかし、検出感度が異なる複数の農薬を同時に分析する際には、検討すべき問題点が残されており、この

点について検討した結果を報告する。

2 実験方法

(1) 試薬および器具

アセトン、ジクロロメタン、メタノールは残留農薬試験用を用いた。ろ紙、硫酸ナトリウム（残留農薬試験用）を450℃で5時間加熱したものをを用いた。精製水はアドバンテック社製で逆浸透膜でろ過後、蒸留し、導電率は $0.05 \mu\text{s}/\text{cm}^2$ 以下のものを使用した。固相抽出カラムはSep-Pak Plus PS-2(充てん剤量250mg 略称PS-2) 日本ウォーターズ社製を用いた。抽出装置は日本ウォーターズ社製Sep-Pakコンセンレーターを用いた。

(2) 対象農薬

表-1に測定対象農薬について示した。

(3) 標準溶液

表-1の13種類の農薬100mg/ℓ アセトン溶液を作成し、標準原液とした。農薬の標準原液をジクロロメタンで希釈し、13種類の農薬を含む5mg/ℓ 混合標準溶液を作成した。3種類のD体の500mg/ℓ アセトン溶液を作成し、内標準物質の標準原液とした。内標準物質の標準原液をジクロロメタンで希釈して0.5mg/ℓ 内標準物質

溶液とした。5 mg/ℓ 混合農薬標準溶液をジクロロメタンで希釈して、内標準物質0.05mg/ℓを含む、0.01、0.02、0.05、0.1、0.2、0.5mg/ℓの6段階の混合農薬標準溶液を作成した。

表-1 測定対象農薬とモニターイオン

番号	農薬名	保持時間 RT	定量イオン T G	確認イオン Q1	分子量
1	トリフルラリン	12.0	306	335	335.3
2	アトラジン	14.1	200	215	215.7
3	シマジン	14.1	201	186	201.7
4	アラクロール	16.4	160	188	269.8
5	ピンクロゾリン	16.7	198	212	286.1
6	メトリブシシ	16.9	198	144	214.3
7	マラチオン	18.0	173	127	303.3
8	カルバリル	18.2	144	115	201.2
9	エチルパラチオン	18.9	291	109	291.3
10	ニトロフェン	23.0	283	202	284.1
11	ペルメトリン	29.2	183	163	391.3
12	シベルメトリン	32.5	163	181	416.3
13	フェンバレレート	35.0	125	167	419.9
内標準物質	RT	T G	Q1	分子量	
D体	フェナンスレンD ₁₀	13.6	188		188
	フルオランテンD ₁₀	19.2	212		212
	クリセンD ₁₂	26.5	240		240

(3) 分析フロー

分析フローを図-1に示す。水試料1ℓをガラス繊維ろ紙(GFB)でろ過後、残さはアセトンを5ml加え超音波で抽出した。抽出液とろ液を併せて試料とし、Sep-Pakコンセントレーターを用いて、固相抽出カラムに通水した。脱水後、ジクロロメタンで溶出させ、内標準物質を加え、GC-MS測定用の試料とした。

(4) GC-MS 測定条件と定量方法

ガスクロマトグラフ(GC)はヒューレット・パカード社製HP6800、質量分析計(MS)はHP5973を用いた。測定条件を表-2に示した。測定はSIM(選択イオンモニター)法で行い、モニターイオンを表-1の右欄に示す。農薬類の定量は、検量線(農薬と内標準物質の濃度

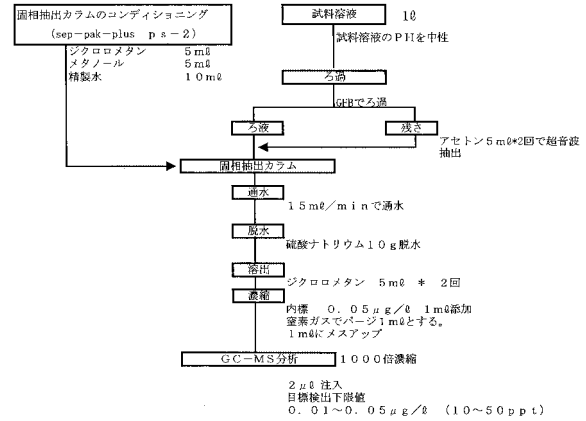


図-1 農薬の分析フロー

比を横軸に、農薬と内標準物質のピーク強度比を縦軸にとって作成する。)を用いて、内挿法で求める。定量下限値は、検出可能と推定される濃度の標準溶液を5回以上測定して、求めた標準偏差を10倍し、算出した。

表-2 GC-MSの分析条件

GC	条件	
ガスクロマトグラフ	条件	
カラム	J & W 1701 30m	カラム内径 0.25mm
	14% cyanopropyl-phenyl methylpolisiloxane	
	膜厚 0.25 μm	
注入口温度	250℃	
注入方法	スプリットレス:	パージ時間 1分
流速	1ml	コンスタントフローモード
注入口圧力	7.6 psi	
昇温条件	50℃(2分) - 20℃/分 - 200℃(5分) - 5℃/分 - 280℃(0分)	
分析時間	50.5分	
MS	条件	
質量分析計	条件	
イオン源温度	230℃	
トランスファーライ	280℃	

図-2に農薬0.5mg/ℓのクロマトグラムを示した。

①~⑬: 表-1の農薬に対応

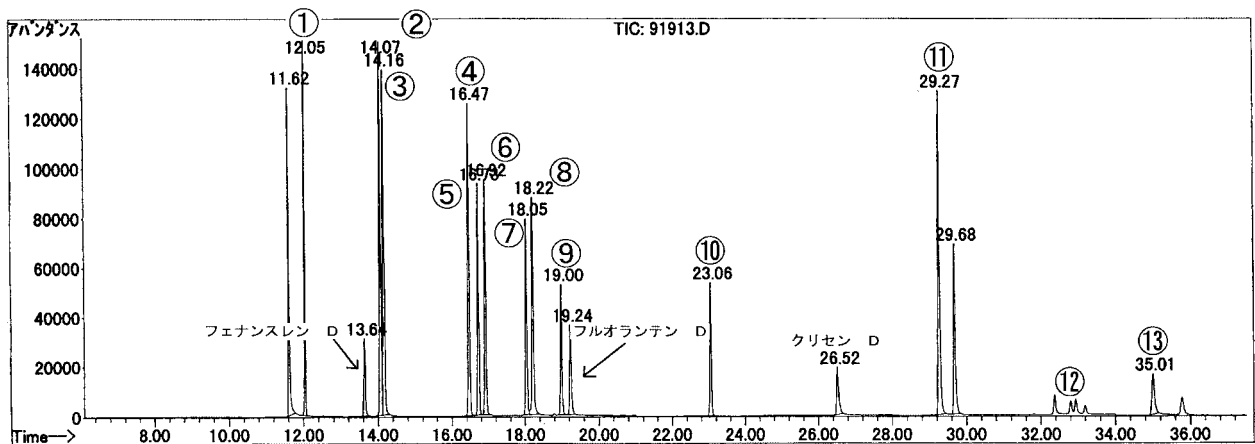


図-2 農薬のクロマトグラム

(5) 分析方法の検討項目

① 使用溶媒

IX-農薬類多成分分析法では、標準液はアセトンに溶解し、溶媒抽出法の抽出溶媒はジクロロメタンを使用している。そこで、アセトンの混合農薬標準液とジクロロメタンの混合農薬標準液のピーク強度、並びに両溶媒の抽出率を比較検討した。

② 河川水を用いた添加回収実験²⁾

河川水に、農薬混合液を添加し0.1 μg/ℓ と 1 μg/ℓ の試験液を調製して、PS-2を用いて通水し、農薬13物質の回収率を比較検討した。なお、河川水の水質は、PH8.3、SS含有量5.9mg/ℓ、電気伝導度14.3ms/cmであった。

③ 定量下限値の算出

「内分泌攪乱化学物質調査暫定マニュアル」(IX-農薬類多成分分析法)で示されている、各農薬の目標検出限界値0.01~0.05 μg/ℓ の測定と再現性について検討した。

④ 検量線の検証

標準溶液を用いて検量線を作成する時、一般的には、最小二乗法により回帰直線 (Y=AX+B) を作成する。微量分析では、切片(B)の大小により定量下限値近辺の測定値が異なってくることもある。そこで、定量下限値付近の測定値の再現性と精度を確保するために検量線の作成方法を検討した。

3 結果と考察

(1) 使用溶媒

アセトンの混合農薬標準液とジクロロメタンの混合農薬標準液のピーク強度に差があるか検討した。アセトン溶液の方が、ジクロロメタン溶液より10%程度高く検出した。しかし、アセトンによる固相抽出カラムからの抽出率は一定でないと報告されており²⁾、ジクロロメタンを用いた農薬の抽出率の方が平均して良好であった。そこで、抽出溶媒と標準液作成溶媒は、ジクロロメタンで統一することとした。

(2) 固相抽出カラムの回収率

結果を表-3に示す。1 μg/ℓ 濃度においては、83~110%と良好であったが、0.1 μg/ℓ については、63~172%とバラツキが大きかった。シペルメトリンを除いて、回収率は、0.1 μg/ℓ は 1 μg/ℓ に比べ低かった。

(3) 定量下限値

表-4は、各標準溶液と内標準物質フェナンスレンDの混合溶液の各濃度におけるピーク強度比の平均値、標準偏差、変動係数を示した。内標準物質の添加量は0.1 ngである。

内標準物質としてフェナンスレンD(保持時間Rt 13.6分)、フルオランテンD (Rt 19.2分)、クリセンD (Rt 26.5分)を添加している。13農薬は、保持時間のずれが少なく、ピークの強度の変動が小さいフェナンスレンDについてのピーク強度比を求めた。

暫定マニュアルでは、検出下限値は標準偏差(S)の3倍(3S)、定量下限値は、標準偏差の10倍(10S)としている。この方法を適用して13農薬の定量下限値を算出すると、1番のトリフルラリンから10番のニトロフェンまでの10Sは0.003~0.01mg/ℓ であり、ペルメトリン、シペルメトリン、フェンバレレートは0.04~0.05mg/ℓ となった。試料溶液は1000倍濃縮であり、1番のトリフルラリンから10番のニトロフェンまで定量下限値は、0.01 μg/ℓ とした。ペルメトリン、シペルメトリン、フェンバレレートは、0.05 μg/ℓ を定量下限値とした。

(4) 検量線の検証³⁾

暫定マニュアルでは、内標準法により検量線を作成する。ガスクロマトグラフ質量分析通則(JIS K-0123:1995)によると分析成分量と内標準物質の量の比(x)を横軸に、分析成分量と内標準物質のピーク強度比(y)を縦軸に取って検量線を作成すると記述されているが、線の引き方については特に触れていない。一般的には、最小二乗法により算出した回帰直線 (y=AX+B) を用いるが、定量下限値近辺では、切片Bの絶対値の大きい

表-3 河川水への添加回収実験結果

番号	農薬	農薬の回収率 (%)	
		0.1 μg/ℓ	1 μg/ℓ
1	トリフルラリン	68	83
2	アトラジン	80	84
3	シマジン	81	90
4	アラクロール	86	91
5	ピンクロソリン	81	86
6	メトリブシン	63	94
7	マラチオン	110	110
8	カルバリル	106	90
9	エチルパラチオン	73	95
10	ニトロフェン	68	95
11	ペルメトリン	76	96
12	シペルメトリン	172	101
13	フェンバレレート	69	92

表-4 標準溶液のピーク強度より求めた標準偏差と変動係数

(標準溶液/内標0.1ngのピーク強度比) 変動係数は(標準偏差/平均値) * 100
 内標 0.1ng 添加 (0.05mg/l*2μℓ)

GC-MSへの注入量		0.01mg/ℓ 溶液= 0.02ng			0.02mg/ℓ 溶液= 0.04ng			0.05mg/ℓ 溶液= 0.1ng		
番号	農薬	平均値	標準偏差	変動係数	平均値	標準偏差	変動係数	平均値	標準偏差	変動係数
1	トリフルラリン	0.0283	0.0016	5.5	0.0517	0.0012	2.3	0.1268	0.0039	3.1
2	アトラジン	0.0385	0.0015	4.0	0.0701	0.0034	4.8	0.1768	0.0062	3.5
3	シマジン	0.0305	0.0014	4.5	0.0571	0.0024	4.2	0.1523	0.0046	3.0
4	アラクロール	0.0269	0.0011	4.3	0.0532	0.0046	8.7	0.1394	0.0144	10.3
5	ピンクロゾリン	0.0190	0.0008	4.2	0.0203	0.0009	4.5	0.0937	0.0016	1.7
6	メトリブシン	0.0226	0.0018	7.9	0.0393	0.0021	5.3	0.0995	0.0060	6.0
7	マラチオン	0.0122	0.0006	5.1	0.0205	0.0011	5.4	0.0494	0.0035	7.1
8	カルバリル	0.0331	0.0013	3.9	0.0503	0.0047	9.4	0.1195	0.0102	8.5
9	エチルパラチオン	0.0072	0.0006	8.4	0.0125	0.0008	6.3	0.0303	0.0017	5.5
10	ニトロフェン	0.0092	0.0006	6.6	0.0166	0.0011	6.8	0.0397	0.0019	4.8
11	ペルメトリン	—	—	—	—	—	—	0.2126	0.0219	10.3
12	シペルメトリン	—	—	—	—	—	—	0.0104	0.0012	11.1
13	フェンバレート	—	—	—	—	—	—	0.0134	0.0011	8.5

GC-MSへの注入量		0.1mg/ℓ 溶液= 0.2ng			0.2mg/ℓ 溶液= 0.4ng			0.5mg/ℓ 溶液= 1ng		
番号	農薬	平均値	標準偏差	変動係数	平均値	標準偏差	変動係数	平均値	標準偏差	変動係数
1	トリフルラリン	0.2704	0.0097	3.6	0.6602	0.0217	3.3	2.5180	0.0436	1.7
2	アトラジン	0.3759	0.0154	4.1	0.8587	0.0261	3.0	2.5591	0.0287	1.1
3	シマジン	0.3368	0.0055	1.6	0.7909	0.0195	2.5	2.2288	0.0100	0.5
4	アラクロール	0.2706	0.0108	4.0	0.6255	0.0214	3.4	1.9101	0.0292	1.5
5	ピンクロゾリン	0.2073	0.0027	1.3	0.4770	0.0029	0.6	1.3628	0.0090	0.7
6	メトリブシン	0.2264	0.0166	7.4	0.6114	0.0433	7.1	2.4971	0.0904	3.6
7	マラチオン	0.1095	0.0100	9.2	0.2592	0.0057	2.2	1.1697	0.0402	3.4
8	カルバリル	0.2443	0.0276	11.3	0.5482	0.0518	9.4	1.9357	0.1102	5.7
9	エチルパラチオン	0.0664	0.0046	6.9	0.1651	0.0149	9.0	0.8231	0.0393	4.8
10	ニトロフェン	0.1010	0.0024	2.4	0.2136	0.0246	11.5	1.0797	0.0699	6.5
11	ペルメトリン	0.4314	0.0436	10.1	1.0241	0.0974	9.5	3.5083	0.1973	5.6
12	シペルメトリン	0.0197	0.0023	11.9	0.0409	0.0049	11.9	0.1559	0.0114	7.3
13	フェンバレート	0.0255	0.0020	7.8	0.0257	0.0021	8.3	0.2017	0.0188	9.3

注) 試料溶液は1000倍濃縮である。GC-MSへの注入容量は2μℓである。
 定量下限値は(0.02ng/2μℓ)*(1ml/1000ml)=0.01μg/ℓ 又は、(0.1ng/2μℓ)*(1ml/1000ml)=0.05μg/ℓ

場合は、測定値と理論値が大きく異なる。環境ホルモンの分析において、定量下限値付近で検出される事例が多く、検量線の作成は、測定誤差の大きな要因となる。

表-4の測定値を用いて、検量線の作成方法を検討した。結果を図-3に示す。①式は単回帰直線、②式は多項式 $y = AX^2 + BX + C$ 、③式は重み付け^{3,4,5)}を行った回帰直線を表す。

アトラジン、シマジン、アラクロール、ピンクロゾリンは3式が非常によく一致し、単回帰直線を用いた場合でも精度良く定量できた。

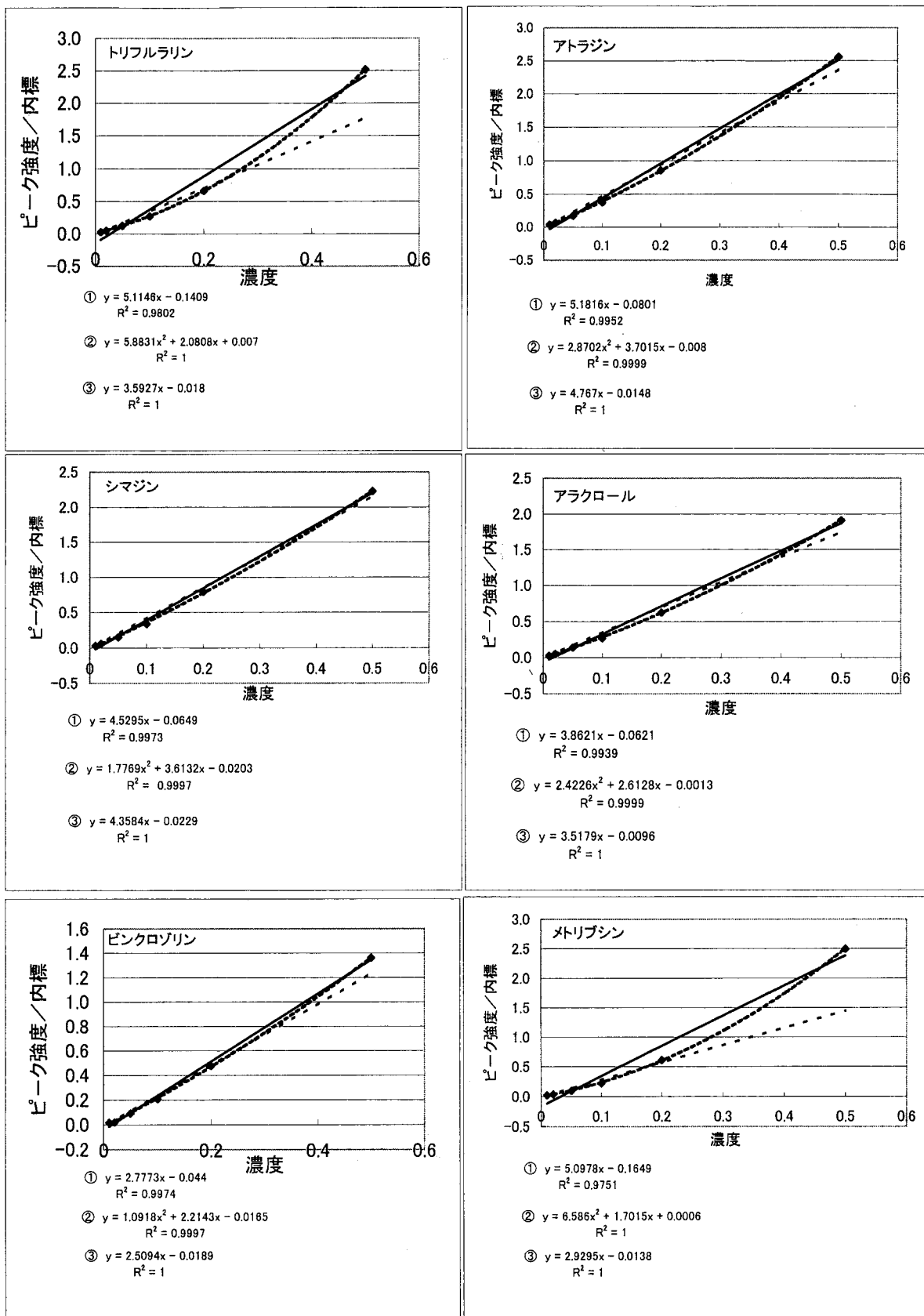
トリフルラリン、メトリブシン、マラチオン、カルバリル、エチルパラチオン、ニトロフェン、ペルメトリン、シペルメトリン、フェンバレートの単回帰直線の切片は負であり、定量下限値付近の値は大きく理論値とズレた。一方重み付けを行った回帰直線は、定

量下限値付近では非常に良い直線性を示した。多項式による曲線は、測定点をよく結び、測定値と理論値の差が少なく、かつ高濃度まで幅広く適用できた。環境ホルモンは定量下限値付近で検出される事例が多く、重み付け回帰直線を用いて定量した。

試料の定量に先立ち、検量線をグラフで示して、内容を吟味して定量下限値付近の測定値の実測値と理論値について検討し、ズレの少ない式を選び、定量することにした。

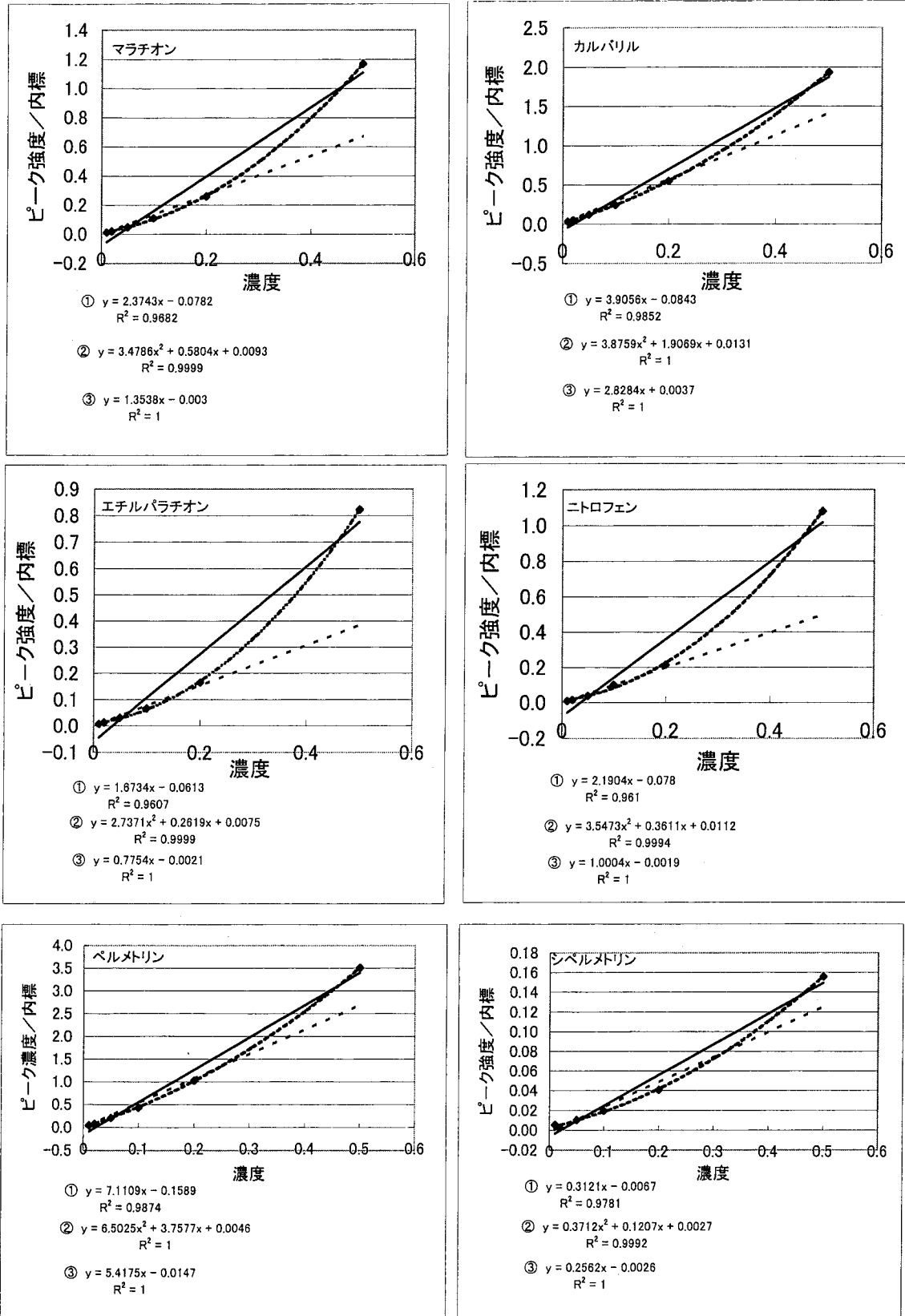
(5) 河川水の測定

多摩川丸子橋付近の河川水の農薬を上記の方法で定量し、表-5に測定結果を示す。農薬はその使用形態から、季節により環境水の汚染状況は異なると考えられる。2000年8月から2001年5月に渡り32回の測定を実施したが、0.01μg/ℓまたは0.05μg/ℓという低レベルで検出されなかった。



◆実測値 ——— 線形(単回帰) (式①) 多項式 (式②) - - - 線形(重み付き) (式③)

図-3(1) 検量線の比較



◆実測値 ——— 線形(単回帰) (式①) 多項式 (式②) - - - 線形(重み付き) (式③)

図-3(2) 検量線の比較

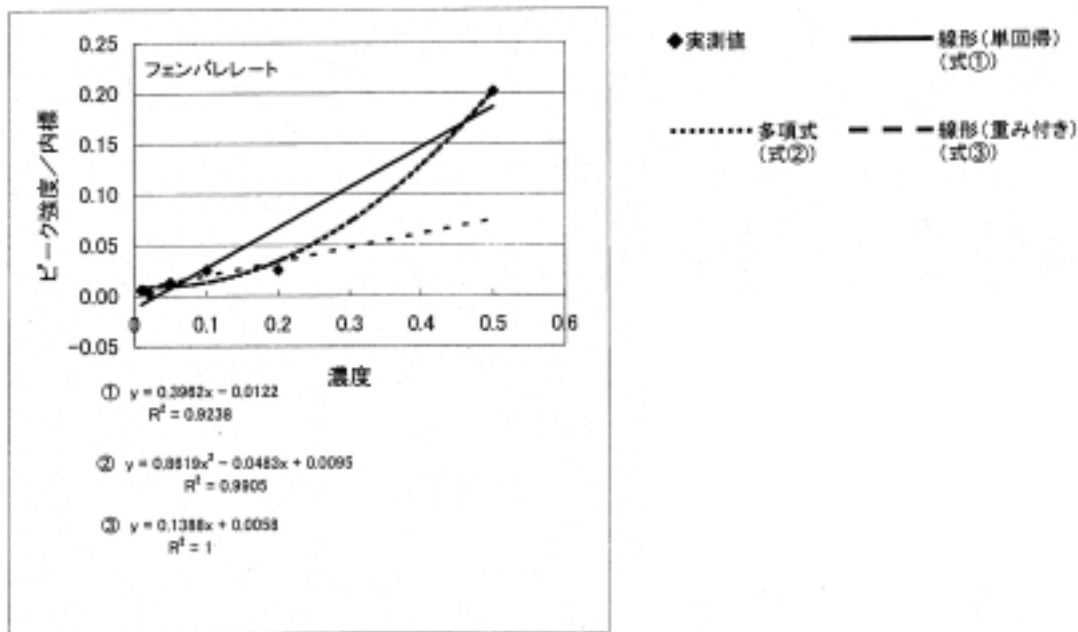


図-3(3) 検量線の比較

表-5 多摩川の水質

農薬	採水日時	単位	2000年										2001年						
			8月	9月	10月	11月7日	11月19日	11月25日	12月3日	12月9日	12月18日	12月24日	1月1日	1月8日	1月14日	1月21日	1月29日	2月4日	
トリフルラリン		μg/l	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
アトラジン		μg/l	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
シマジン		μg/l	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
アラクロール		μg/l	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
ピンクロゾリン		μg/l	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
メトキサレン		μg/l	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
マラチオン		μg/l	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
カルバリル		μg/l	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
エチルパラチオン		μg/l	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
ニトロフェン		μg/l	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
ベルメトリン		μg/l	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
シペルメトリン		μg/l	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
フェンバレート		μg/l	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
SS(浮遊物質量)		mg/l	1.2	230	24	2.7	2.8	2.0	0.4	1.5	1.2	1.3	2.1	5.4	0.8	0.7	2.6	1.4	

農薬	採水日時	単位	2001年																	
			2月9日	2月18日	2月25日	3月2日	3月11日	3月25日	4月1日	4月7日	4月15日	4月21日	4月30日	5月3日	5月9日	5月17日	5月24日	5月30日		
トリフルラリン		μg/l	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
アトラジン		μg/l	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
シマジン		μg/l	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
アラクロール		μg/l	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
ピンクロゾリン		μg/l	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
メトキサレン		μg/l	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
マラチオン		μg/l	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
カルバリル		μg/l	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
エチルパラチオン		μg/l	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
ニトロフェン		μg/l	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
ベルメトリン		μg/l	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
シペルメトリン		μg/l	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
フェンバレート		μg/l	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
SS(浮遊物質量)		mg/l	3.3	2.1	0.7	3.7		2.0	4.1	3.4	3.2	2.5	8.0	20	6.6	6.0	17	16		

5 まとめ

環境ホルモン作用を持つ農薬^{6,7)}13物質の一斉分析方法について検討を行った。固相カラムを用いた分析方法は、河川水の添加回収試験で良好な結果だった。

環境ホルモンのような極微量な分析では、検量線の作成方法を検討し、測定値の関係を十分に把握し、回

帰直線または重み付けした回帰直線を用いると、再現性が良く精度高い結果が得られた。この方法により13種類の農薬の一斉分析で、0.01 μg/l ~ 0.05 μg/l の定量下限値で分析ができた。又、多摩川の河川水を分析したが、いずれの農薬も定量下限値以下であった。

参考文献

- 1) 平成12年 東京都河川・内湾 の内分泌攪乱化学物質調査結果
- 2) 茨木剛：固相カートリッジ及びディスク固相を用いた農薬の分析 環境科学会誌 p196 1999
- 3) J. C. Miller/J. N. Miller：データのとりまとめ方（分析化学のための統計学） p124
- 4) 尾関 徹：検出限界と定量限界 ぶんせき2001 2 p56
- 5) 日置 昭治：分析値の不確かさとトレーサビティー ぶんせき2001 3 p114
- 6) 藤本千鶴：HPLCを用いる水中のn-メチルカルバメート系農薬及それらの代謝物の同時分析 季刊全国環境研究会誌vol.26 No. 2 2001 p117
- 7) 小沢秀明：カーバメート系農薬の分析方法の検討とその応用：第18回環境科学セミナー LC/MS講演会要旨集 p25

Simultaneous Determination of Pesticides in environmental water

Masako Watanabe. Rumiko Furuya. Akira Mimura

Summary

It is difficult to analysis pesticides as endocrine disruptors in environment water. Because, concentration of these substances is very low, official manual are not exit and it is known that there are few analytical technolgy. But, there are provisional manual concerning pesticides by environmental Agency. Therefore, we improved analytical technique.

(1)We had good results to use solid phase cartridge in measurements. It was tried to get complete recovery adding standard pesticides in river water.

(2)When concentration was calculated, it was used by recurrence straight line. But it was not gained good result. It was improved that I put weight recurrence straight line.

(3)It was measured in Tamagawa water quality and no pesticides were detected.

Keyword: Endocrine Disruptors, Pesticide, River water, Simiultaneous determination
Recurrence straight line, Limit of quantitation,