

水質汚濁に係る農薬の登録保留基準として 環境大臣の定める基準の設定に関する資料

(農薬取締法第 3 条第 1 項第 4 号から第 7 号までに掲げる場合に該当
するかどうかの基準を定める等の件第 4 号の環境大臣の定める基準)

分析法案

エチプロール

平成 1 6 年 1 1 月 2 9 日

環境省 環境管理局 水環境部 土壌環境課 農薬環境管理室

(139) エチプロール試験法

ア 装置 紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

イ 試薬試液

アセトニトリル アセトニトリル(特級)

塩化ナトリウム 塩化ナトリウム(特級)

酢酸 酢酸(特級)

酢酸エチル 酢酸エチル(特級)

ヘキサン ヘキサン(特級)

液相分離ろ紙 液相分離ろ紙(化学分析用ろ紙をシリコン処理したもの)

固相抽出カラム 内径15mm、長さ65mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用C₁₈シリカゲル(シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたもの)1000mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

エチプロール標準品 本品は、エチプロール99%以上を含み、分解点は164.5である。

ウ 試験溶液の調製

A法 溶媒抽出法

試料100mlを300mlの分液漏斗に量り取り、塩化ナトリウム10g及び酢酸エチル及びヘキサンの混液(1:1)50mlを加え、振とう機を用いて5分間激しく振とうし、暫時放置した後、有機溶媒層を分取する。残った水層についても、同混液50mlを加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全有機溶媒層を液相分離ろ紙を用いて300mlのナス型フラスコ中にろ過する。酢酸エチル及びヘキサンの混液(1:1)20mlで紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40以下で溶媒を留去する。この残留物にアセトニトリル及び蒸留水の混液(1:1)を加えて溶かし、2mlとして試験溶液とする。

B法 固相抽出法

試料100mlを、あらかじめアセトニトリル5ml、次いで蒸留水5mlを流し入れ洗浄した固相抽出カラムに毎分10~20mlの流速で流し入れ、次いで蒸留水10mlを流し、流出液を捨てた後、約1分間の通気又は遠心分離を行い水分を除去する。アセトニトリル及び蒸留水の混液(6:4)15mlで展開し、溶出液を50mlのナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40以下で溶媒を留去する。この残留物にアセトニトリル及び蒸留水の混液(1:1)を加えて溶かし、2mlとして試験溶液とする。

エ 高速液体クロマトグラフの操作条件

充てん剤 シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを用いる。

分離管 内径2~6mm、長さ15~30cmのステンレス管を用いる。

分離管槽温度 40

溶離液 蒸留水、アセトニトリル及び酢酸の混液(550:450:2)を用い、エチプロールが8~14分で流出するように流速を調整する。

検出器 波長275nmで測定する。

感度 エチプロールの2ngが十分確認できるように感度を調整する。

オ 検量線の作成

エチプロール標準品の500mg/lアセトニトリル溶液を調製し、この溶液をアセトニトリル及び蒸留水の混液(1:1)で希釈して、エチプロール0.05~1mg/l溶液を数点調製し、それぞれを40μlずつ高速液体クロマトグラフに注入し、縦軸にピーク高又はピーク面積、横軸に重量を取ってエチプロールの検量線を作成する。

カ 定量試験

試験溶液から40μlを取り、高速液体クロマトグラフに注入し、オの検量線によりエチプロールの重量を求め、これに基づき、試料中のエチプロールの濃度を算出する。