

## 上水試験方法（2001年度版）に対応した アセフェート、メタミドホスの分析

HPLC Analysis of Acephate, Methamidophos According to JWVA\* Method  
\*(Japan Water Works Association)

現在、生活の中でほとんどの人が水道を利用している状態ですが、その水道の安全性、おいしい水の確保のため、その中に含まれる各種成分の測定の必要性が益々重要になってきています。

2001年度に改正された上水試験方法では新たに種々の測定項目が追加されました。<sup>1)</sup>その追加項目のうち、アセフェートとメタミドホスの測定についてご紹介します。

アセフェートは有機リン系の殺虫剤で、セロリや大根などの野菜や、ゴルフ場などの芝生において害虫の防除の目的で使用されます。またメタミドホスも同様に有機

リン系の殺虫剤で、キャベツやトマト、ピーマンなどに害虫駆除などの用途で使用される農薬です。

ここでは、上水試験方法2001年度版に準拠した分析条件により、アセフェート、メタミドホスの分析を行った例をご紹介します。また、あわせて定量下限値付近での再現性試験結果や、試料中の有機溶媒がピーク形状に与える影響についても示します。

(A. Takada)

### 標準試料の分析

Analysis of Standard Solution

標準試料溶液は、上水試験方法2001年度版に従い、市販のアセフェート標準品およびメタミドホス標準品をメタノールに溶解して各100mg/Lに調製しました。<sup>1)</sup>

検出は吸光度検出器SPD-10Avpおよびフォトダイオードアレイ検出器SPD-M10Avpの両方で行いました。

Table 1には分析条件を、Fig.1にはSPD-10Avpによるアセフェートおよびメタミドホス混合標準溶液のクロマトグラム例を、Fig.2および3にはメタミドホスおよびアセフェートのスペクトル例を示しました。

Table 1 分析条件  
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack VP-ODS (150mmL.×4.6 mmI.D.)
Mobile Phase	: Water/Acetonitrile (95/5, vol/vol)
Flow Rate	: 1.0mL/min
Injection Volume	: 10μL
Detection	: SPD-10Avp (220nm) SPD-M10Avp (190-300nm)
Conc. of Each Component	: 100mg/L

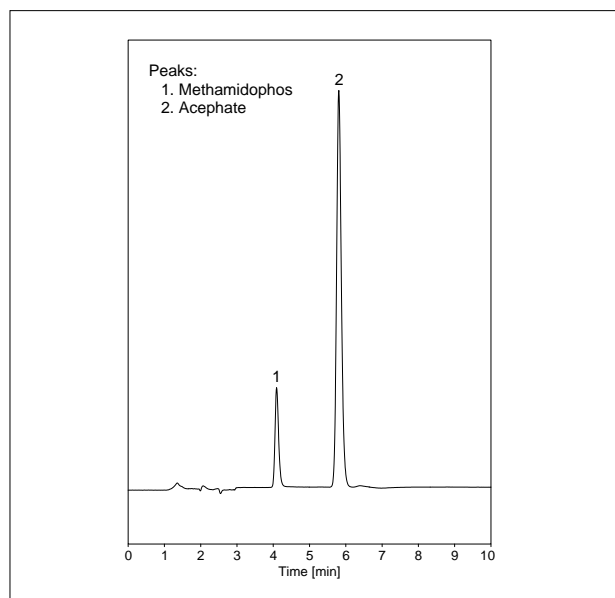


Fig.1 アセフェートおよびメタミドホス標準品のクロマトグラム  
Chromatogram of Acephate and Methamidophos Standard Mixture.

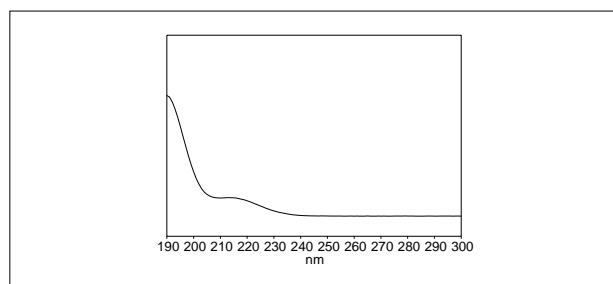


Fig.2 メタミドホス標準品のスペクトル  
UV spectrum of Methamidophos

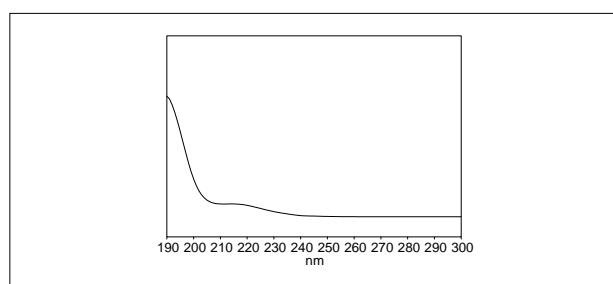


Fig.3 アセフェート標準品のスペクトル  
UV spectrum of Acephate

## 定量下限値付近での繰り返し再現性

### Repeatability

上水試験方法に記載されている定量下限値はそれぞれ、アセフェートは1 $\mu$ g/L、メタミドホスは2 $\mu$ g/Lであり、この付近の繰り返し再現性は%RSDで約20%となっています。実際には前処理によって500倍に濃縮されますので、アセフェートにおいては500 $\mu$ g/L、メタミドホスにおい

ては1000 $\mu$ g/LがHPLC分析による定量下限値になると考えられます。

この濃度に調製したアセフェート、メタミドホス混合標準溶液を5回繰り返し測定した場合における面積値の%RSDをTable 2に示します。

Table 2 繰り返し再現性  
Repeatability

	Methamidophos		Acephate	
	Retention time[min]	Peak area	Retention time[min]	Peak area
1	4.094	423	5.817	1144
2	4.099	403	5.817	1176
3	4.098	444	5.822	1304
4	4.099	422	5.824	1261
5	4.104	409	5.824	1201
Average	4.099	420	5.821	1217
Standard deviation	0.0038	15.7	0.0036	64.6
RSD [%]	0.09	3.74	0.06	5.30

## 溶媒効果

### Effect of Sample Solvent

実試料の測定の場合、前処理として固相カラムに吸着後、メタノールで溶出する過し、窒素ガスを吹き付けてメタノールを揮散させ、濃縮します。<sup>1)</sup>このとき、試料溶液中にメタノールがどれだけ残存しているかによって、測定ピーク形状に影響が出ることがあります。

試料溶媒がピーク形状に与える影響（溶媒効果）を調べるため、以下の3種類の試料溶媒を用いてアセフェート、メタミドホスの2成分を各100mg/Lとなるように調製しました。

1. 水100%に溶解した場合
2. 水/メタノール(50/50)に溶解した場合
3. メタノール100%に溶解した場合

これらの試料を20 $\mu$ L注入し、そのピーク形状を調べました。

Fig.4より溶媒中にメタノールの割合が増えるほど、ピークはリーディングになる傾向があることがわかりました。この場合、メタノールが移動相(水/アセトニトリル 95/5)よりも溶出力の強い溶媒であるため、成分の一部を速く移動させてしまったために、リーディング現象が見られたものと考えられます。このためできる限り、メタノールを揮散させたほうが、分離に関しては望ましいと言えます。

参考文献

- 1) 「上水試験方法2001年版」日本水道協会(2001)

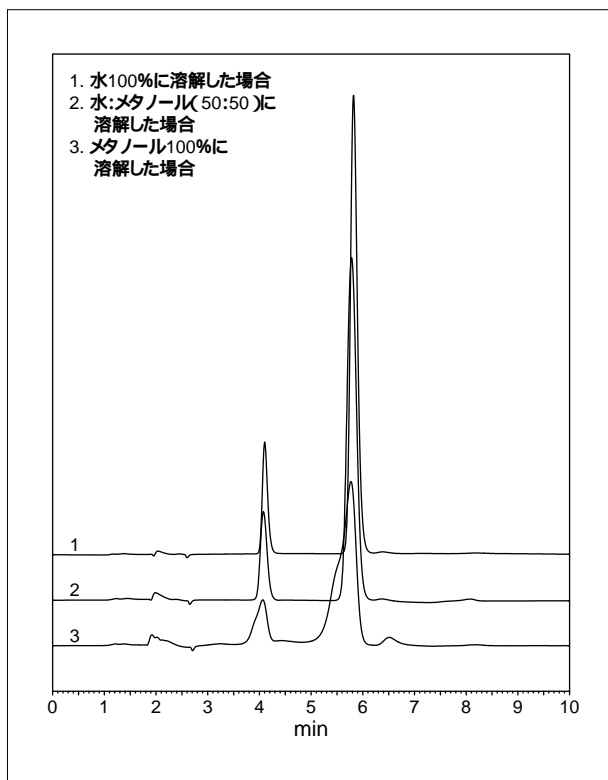


Fig.4 溶媒効果  
Effect of sample solvent

初版発行：2002年2月

**島津製作所** 分析計測事業部  
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)  
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>  
会員制Webの閲覧だけでなくいろいろな情報サービスが受けられます。