

Application News

No.L454B

高速液体クロマトグラフィー
High Performance Liquid Chromatography

水質汚濁に係る環境基準に基づく チウラムの分析

Analysis of Thiuram Based on Environmental Quality Standards for Water Pollution

チウラムはチオカーバメイト系の農薬で、殺菌剤や忌避剤等に使用されています。また、工業用途ではゴム製造においてゴムに弾力を加えるための加硫促進剤として用います。

環境基本法（平成5年法律第91号）第16条による公用水域の水質汚濁に係る環境上の条件につき人の健康を保護し及び生活環境を保全するうえで維持することが望ましい基準において、チウラムは0.006 mg/L以下とされています（平成25年環境省告示30号・別表1）。ここでは、平成25年環境省告示30号・付表4を参考にチウラムの分析例をご紹介します。

A. Uchida

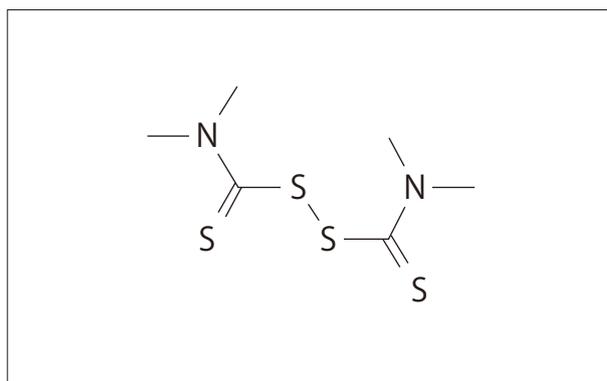


Fig.1 チウラムの構造
Structure of Thiuram

■標準試料の分析

Analysis of Standard Solution

Fig. 1 にチウラムの構造を示します。Fig. 2 にアセトニトリルを溶媒としたチウラム標準溶液 1 mg/L および 0.1 mg/L を 20 μ L 注入した結果を示します。これは、平成25年環境省告示30号・付表4に規定された検量線の上限（1 mg/L）及び下限（0.1 mg/L）濃度に相当します。

また、チウラムの環境基準値は0.006 mg/Lですが、規定の前処理後では、溶媒抽出で200倍濃縮、固相抽出で500倍濃縮されます。標準溶液の0.1 mg/Lは、濃縮前の濃度に換算すると溶媒抽出では0.0005 mg/L、固相抽出では0.0002 mg/Lに相当します。それぞれ、基準値の1/12, 1/30相当し、良好に分析可能です。Table 1 に分析条件を示します。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack VP-ODS (150 mm L. x 4.6 mm I.D., 5 μ m)
Mobile Phase	: A) 50 mmol/L Phosphate (potassium) Buffer (pH 3.0) B) Acetonitrile A/B=45/55 (v/v)
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Column Temp.	: 40 $^{\circ}$ C
Detection	: SPD-20AV at 272 nm (Standard cell)
Injection Vol.	: 20 μ L

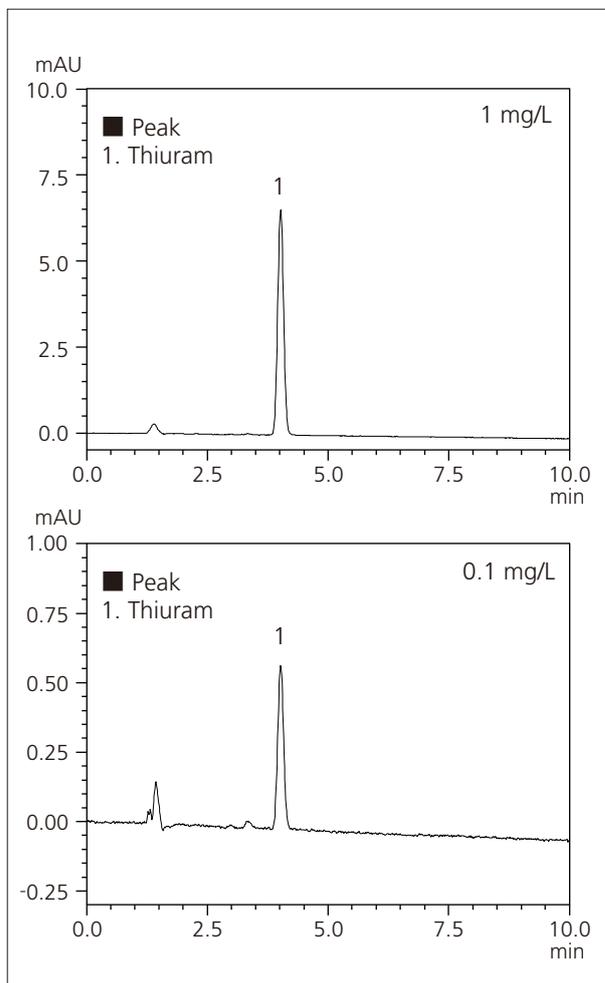


Fig.2 チウラムのクロマトグラム (上段: 1 mg/L, 下段: 0.1 mg/L)
Chromatograms of Thiuram (Upper: 1 mg/L, Lower: 0.1 mg/L)

■ 検量線の直線性

Linearity of Calibration Curve

Fig. 3 に、平成 25 年環境省告示 30 号・付表 4 に規定された検量線の範囲に基づき、チウラム標準溶液 0.1 ~ 1 mg/L の範囲で検量線を作成した結果を示します。検量点は、0.1, 0.25, 0.5, 0.75, 1 mg/L の 5 点としました。寄与率 (R^2) は 0.9998 と良好な直線性が得られました。

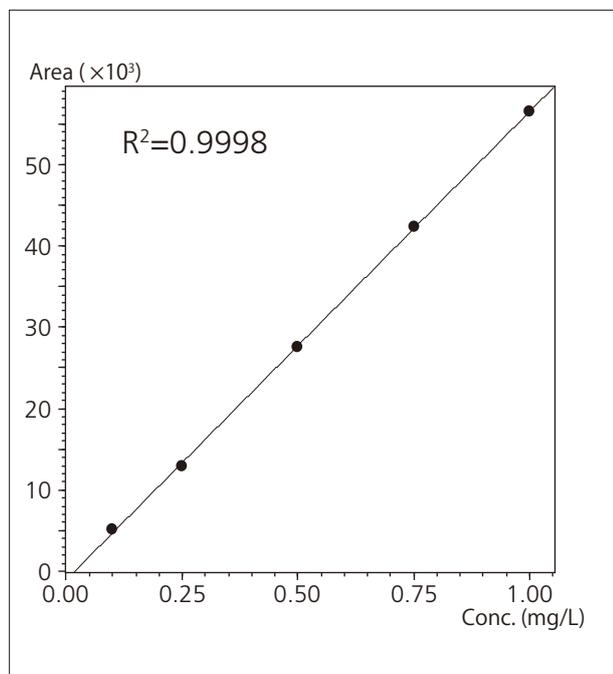


Fig. 3 検量線
Calibration Curve

■ 再現性

Repeatability

検量線の下限值の 1/10 に相当するチウラム標準溶液 0.01 mg/L で、6 回繰り返し分析における保持時間とピーク面積の相対標準偏差 (% RSD) を Table 2 に示します。また、クロマトグラムを Fig. 4 に示します。基準値の 1/100 以下相当の低濃度での分析でも、保持時間、ピーク面積ともに良好な再現性が得られました。

Table 2 保持時間およびピーク面積の再現性
Repeatability of Retention Time and Peak Area

	Retention Time	Peak Area
1st	4.031	444
2nd	4.021	447
3rd	4.022	440
4th	4.035	448
5th	4.018	444
6th	4.018	444
Ave.	4.024	444.5
%RSD	0.173	0.66

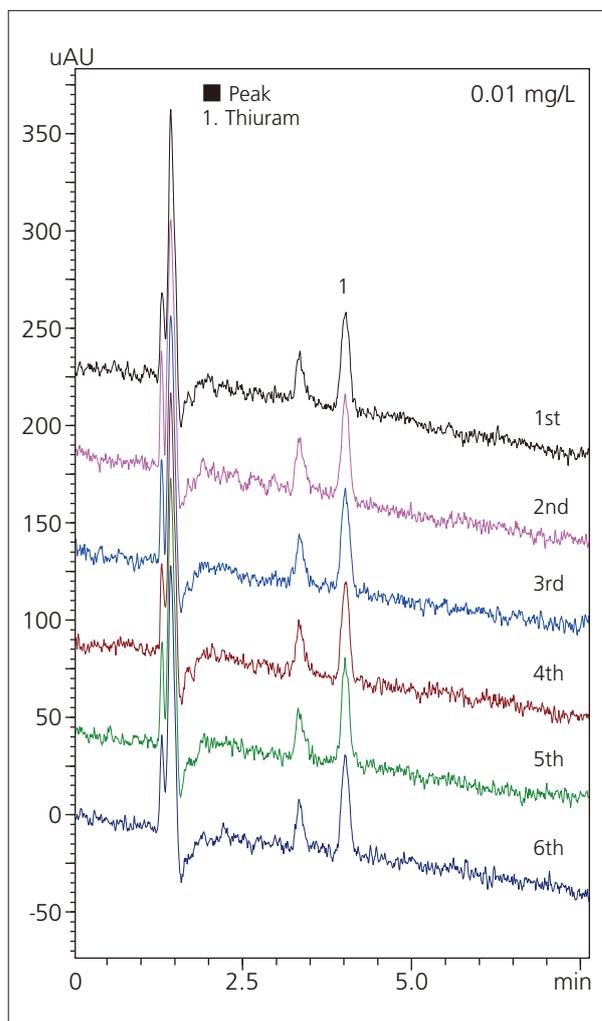


Fig. 4 チウラム 0.01 mg/L のクロマトグラム (6 回繰り返し分析)
Chromatograms of Thiuram 0.01 mg/L (N=6)

株式会社 島津製作所

分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

B 改訂版発行：2014年12月
A 改訂版発行：2014年 6月
初版発行：2014年 2月
島津コールセンター ☎ 0120-131691
(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>

会員制情報サービス「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。