

土壤・飲料水中の除草剤について

衛生化学室 田頭政直

県内延耕地面積中、約77.5%はサトウキビ、パイン畑であり⁽¹⁾、これに使用される除草剤も相当な量になるものと考えられるが、サトウキビ畑地帯に設置される事の多い簡易水道水源の汚染の恐れも大きいと思われる。その汚染状況を調査する為に現在常用されている除草剤5-ブロム-3セコンダリーブチル-6-メチルウラシル（以下ブロマシルと略）、3-(3,4-ジクロルフェニル)-1,1-ジメチル尿素（以下DCMUと略）について、分析方法を検討し一応の成果を得たので是により簡易水道及びその周辺土壤について調査を行った。

以下その概要を報告する。

実験方法

1. 試薬

残留農薬用試薬（和光純薬製）を使用しDCMUは第一農薬より分譲品をブロマシルは市販農薬製剤より抽出、メタノール水で再結晶したものを標準として使用した。

2. 土壤残留除草剤調査用試料

市販のブロマシル、DCMU製剤より水和剤を作り3m²平方の耕起整地した畑に散布2時間後に第一回のサンプリングを行った。サンプリングの方法は平均的に13地点を定め毎回同一地点より深さ約10cmに全量500gを採土し風乾、シ分、混合して試料とした。

3. 試験溶液の調製

3-1. 飲料水

検水1ℓに無水硫酸ナトリウムを2%の割合に加えジクロルメタン100mℓで2回抽出、各々1分

間振とう、ジクロルメタン層を分取、無水硫酸ナトリウム乾燥後、エバポレーターで溶媒留去しアセトンで5mℓに定容しECD試料とした。

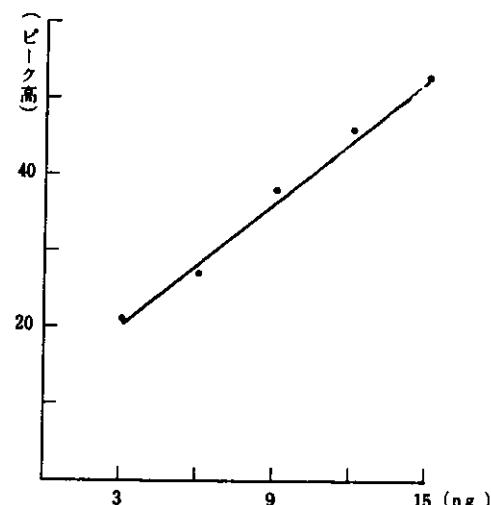
3-2. 土 壤

土壤20gにセライト5gを混和し乳ばち中ですりまぜピーカーに移し水を加えてスラリー状とし径55mmのブフナー漏斗に移しNo.2口紙を用いて約250mℓの水で15分以上の時間をかけて吸引口過した。口液はジクロルメタン50mℓを用い飲料水と同様に処理した。

4. 定量方法

4-1. ブロマシル

図1. ブロマシルの検量線



前項3により得られたアセトン液5μℓを下記条件のECDに注入しそのピーク高を別に作製した検量線（第1図）により定量した。

機種：柳本G-800, ECD, カラム充てん剤：2%DEGS, 0.5%H₃PO₄, カラム

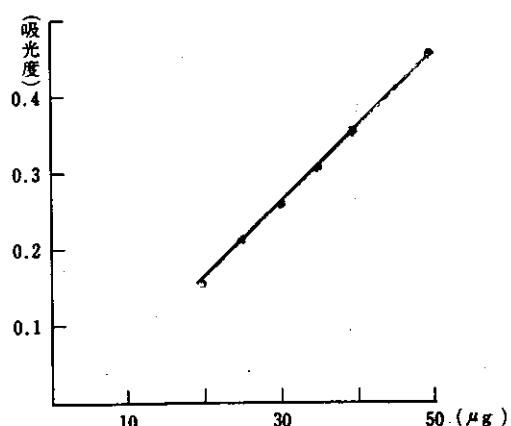
長: 150cm。カラム温度: 190°C。ATT:

1/16。SEN: 1。キャリヤーガス:

N₂: 1 kg

4-2. DCMU

図2. DCMUの検量線



プロマシル定量後のアセトン液を減圧濃縮し20×20cmの薄層板(ワコーゲルB-5, 250μ厚)上に移しヘキサン、アセトン(3+1)で10cm展開した。これに2537Åの光をあて標準液と同位置に生ずるスポットを試料かきとり溶出器(東洋科学産業製)でかきとりアセトニトリルで溶出5mlに定容した。同時に1,000ppm標準液を0, 15, 30, 50μlスポット展開抽出し標準0のものを対称液として日立EPU2A型分光光電度計を用い、240, 250, 260mμの吸光度を測定して下記の式により得た値で検量線を作製し定量した。(第2図)

$$I = I_A - (I_B + I_C) / 2$$

$$I_A : 250\text{m}\mu \quad I_B = 240\text{m}\mu \quad I_C = 260\text{m}\mu$$

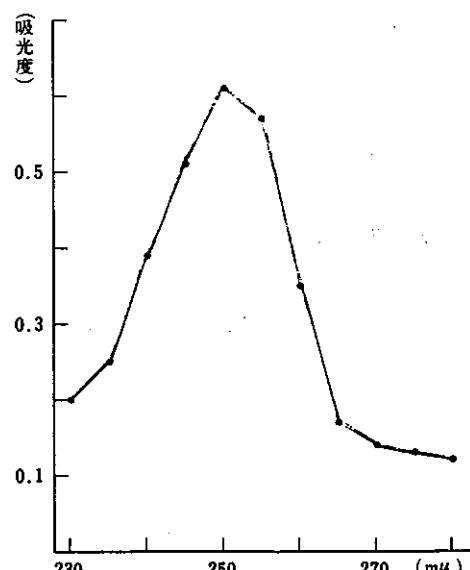
実験結果 及び 考察

土壤よりの農薬抽出は一般にアセトン等の有機溶剤が使用されるが多量の着色物が同時に抽出され、後の精製が困難である。本法によれば抽出される

着色物は少なく今回の調査において妨害は認められなかった。わずかに認められる黄色着色物もTLCにおいて原点と一部テーリングするが溶媒先端に二分されるのでRfが0.3と0.4の位置にあるDCMU、プロマシルの測定を妨害しなかった。

プロマシルはECDにより容易にかつ高感度に検出されたがDCMUはECDより検出されないので操作が繁雑で感度も低くなるがTLCを用いて分離後、第3図に示すように250mμに極大吸収を有するUVスペクトルを用いて測定した。薄層上よりのDCMUの回収率のバラツキとUV測定時の妨害物が懸念されたが標準と検体を同一薄層上で展開しUVは三点測定する事で定量出来た。

図3. DCMUのUVスペクトル

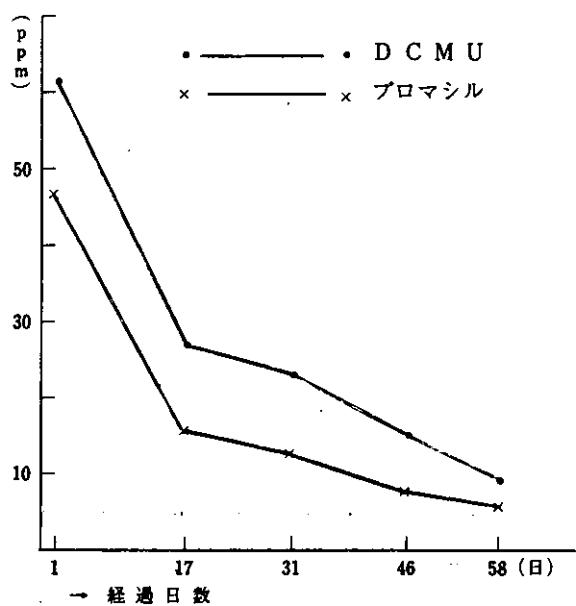


プロマシルの飲料水及び土壤よりの回収率はそれぞれ85~95%、82~90%、DCMUの土壤からの回収率70~80%であった。回収実験には国頭レキ層、泥灰岩、サンゴ石灰岩よりなる畑土を使用した。

紫外線照射による薄層上スポットの検出限度はプロマシル、DCMUとも約3~5 μgで試料として検水2l、土壤20gを使用すると検出限度はお

約0.002 ppm、土壤約0.25 ppmとなる。プロマシルはECDによる検出感度を1 ngとすると水0.0005 ppm、土壤0.05 ppmが定量限界となる。

第4図 土壌中除草剤の減少状況



除草剤散布後、約2週間おきに測定した土壤中の除草剤の減少状況は第4図に示すように最初の2週間で急減しているが、これはこの間2回大雨があり流失したのではないかと思われる。2回目から5回目までの約40日間でプロマシルで約1/2、DCMUで約1/3に減少している。調査期間も短かく一ヵ所だけの実験で断定は出来ないが土壤中のプロマシル、DCMUは比較的早く減少消失するのではないかと推定される。

玉城、知念、糸満、今帰仁、本部、久志の簡易水道13カ所について、又その中6カ所の水源周辺のサトウキビ畑、ミカン畑の18地点の土壤について、除草剤の残留調査を行ったが検出されず汚染されていないものと思われる。土壤中から検出されなかったのは検出感度の低い事もあるが除草剤の使用時期が3、4月であり調査時点の11月には即に分解消失していたのではないかと思われる。

ま と め

1. 飲料水及び土壤中の除草剤の分析法を検討しプロマシルはECDによりDCMUは薄層とUV測定により定量した。
2. 畑に散布したプロマシルとDCMUの経日変化を調査したところ比較的早く土壤中より消失するものと思われた。
3. 簡易水道13件、土壤18カ所についてプロマシル、DCMUの残留調査を行ったが検出されず汚染されていないものと思われた。

文 献

- (1) 沖縄県企画調整部：沖縄県の経済概況（昭和50年度版）145 p。