

塩基性農薬ジクワット・パラコート ～HPLC及びCE/MSを用いた分析例～

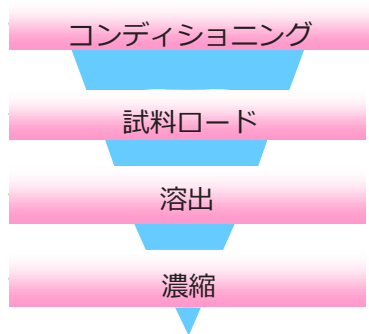
塩基性農薬であるジクワット・パラコートは、作物残留基準が指定されている農薬であります。ジクワットにおいては、H16年4月の水道法改正に伴い、水質管理目標設定項目に指定されている**101項目の農薬類の一つ**でもあり、検査方法として**固相抽出-HPLC法**が指定されています。

ジクワット・パラコートは、水溶性物質で光分解しやすく、かつ、ガラス等への吸着性が非常に高いため、前処理法やHPLC分析条件における移動相及び分離カラムの選定等が難しい農薬成分であります。

ここでは、弊社所有のHPLC及びCE/MS(キャピラリー電気泳動/質量分析計)を用いたジクワット・パラコートの分析例を紹介いたします。

ジクワット・パラコートの前処理法

コンディショニングした固相にジクワット・パラコートを吸着する。
次に抽出溶媒を流し、得られた試験液をHPLC試験液とする。



ジクワット・パラコートは、アルカリ条件下で不安定、**酸性条件下で安定**な物質です。前処理時には、試料pHに注意し、ガラス器具への吸着を防ぐ必要があります。弊社では、**逆相-陽イオン交換のミックスモード固相**である Oasis WCX 60MG/3cc (Waters製) を使用し、良好な結果が得られました。

HPLC分析

LC	Waters製 Alliance2695/2996PDA
移動相	リン酸13.5mL、1- N ナフタレン硫酸トリウム3.0g、ジエチルアミン10mLを精製水に溶かして1Lとしたもの
流速	0.75mL/min
検出波長	ジクワット313nm、パラコート257nm

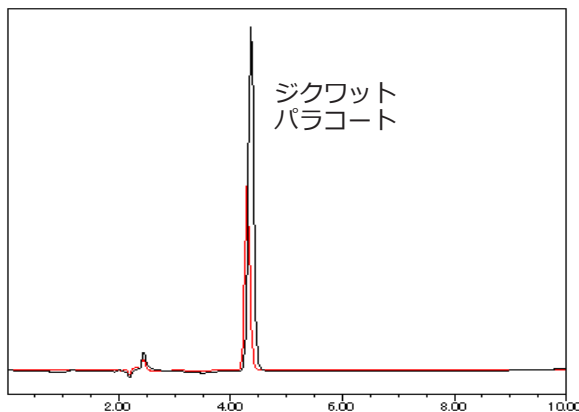


図1. ODSカラムを使用した分析例

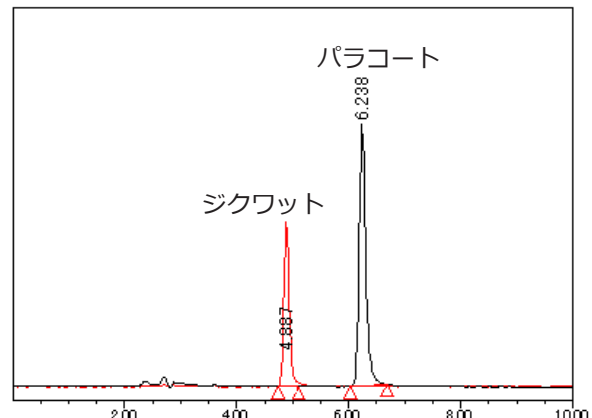


図2. Supelco製F5カラムを使用した分析例

ODSカラムではジクワット・パラコートの分離ができませんでしたが(図1)、F5カラムでは分離ができ、同時分析が可能です(図2)。このように水溶性の化合物には、**分析カラムの選定が重要**となります。

CE/MS分析

より精度ある分析法として、CE/MSを用いた高精度分析例を紹介します。
ジクワット・パラコートをLC/MSで分析する際、不揮発性バッファーやイオンペア剤の添加した移動相を用いることは、MSの汚染を招くため好ましくありません。CE/MSでは、揮発性バッファーを用いて良好なカラム分離が達成されました。

CE	Agilent製 HP ^{3D} CEシステム
MS	Agilent製 1100シリーズ
泳動液	2Mギ酸：メタノール=70：30
シース液	5mM酢酸アンモニウム50%メタノール水溶液
イオン化法	10 μ L/min
検出モード	ESI（エレクトロスプレー法）
SIMイオン	陽イオンモード ジクワットm/z=92(M-2Cl) ²⁺

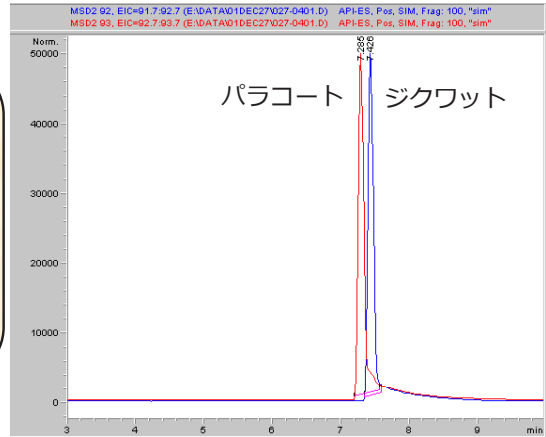


図3. CE/MS分析例

当社は、水道水質検査機関（厚生労働省）及び建築物飲料水水質検査事業（兵庫県知事）の登録を受けており、上記分析項目だけでなく改正水道法に関連する各種基準に対応した検査が可能です。