

河川水中のジクワット、パラコート分析における固相前処理手法の検討

ジーエルサイエンス(株) ○陳 杏玲、井口 えい子、今中 努志、高柳 学、西村 泰樹、石井 一行、小野 壮登、小川 茂

Examination of the Pretreatment Method with SPE in Analysis of Diquat and Paraquat in River Water, by Xingling CHEN, Eiko IGUCHI, Tsutoshi IMANAKA, Manabu TAKAYANAGI, Yasuki NISHIMURA, Kazuyuki ISHII, Masato ONO, Shigeru OGAWA(GL Sciences Inc.)

【はじめに】

ジクワットとパラコートは除草剤として広く使用されている。これらピピリジウム系化合物は毒性が強く、水質管理目標値が0.005mg/Lに指定されている。しかし、これら化合物は四級アンモニウム基を持ち、非常に吸着性の高い物質である。また、河川水のような夾雑を多く含むサンプル中のジクワットとパラコートの分析では、前処理において夾雑物質の影響を受けやすく、定量結果に大きな支障を及ぼすことが考えられる。

そこで、今回は水中のジクワット、パラコートの前処理工程において固相カートリッジで精製する手法について検討を行い、得られた知見を報告する。

【方法】

前処理は図で示すように操作した。図1は公定法固相前処理法で精製水(ミリQ水)中ジクワットとパラコートを添加し、固相の吸着影響と回収率の確認を行なったフロー図である。図2は検討した方法を河川水への適用の検討を行なったフロー図である。測定条件は試験法に基づいて行った。

【結果】

ジクワットとパラコートを精製するため、夾雑除去用固相カートリッジと保持用固相カートリッジの検討を行った。またその処理法をLC/MSへ応用するため、ギ酸で溶出する方法を検討した。

(1) 夾雑除去用固相カートリッジの検討

夾雑除去用固相カートリッジはポリマーベース固相を用いた。InertSep MA-1(250mg/6ml), InertSep MA-2(250mg/6ml), InertSep RP-1(250mg/6ml), Aquisis PLS-3 Jr(230mg), InertSep PLS-2(265mg/6ml)の5種類を用い、目的成分に対する吸着影響の確認を行った。その結果、目標値0.005mg/L濃度に対してRP-1、PLS-2、PLS-3の3種の固相ではジクワットが30~50%程度の吸着が確認され、パラコートでは80%の吸着影響が確認された。MA-1とMA-2ではジクワットもパラコートも1%以下であった。よって、夾雑物除去用固相はMA-1とMA-2が適していると考えられる。またMA-1は3級アミンを持った強イオン交換固相である。MA-2に比べ、有機酸や脂肪酸を除去するのに効果があると考えられるため、夾雑物質の除去にはInertSep MA-1を用いた。

(2) 保持固相カートリッジの検討

ジクワットとパラコートは陽イオン性を持つため、陽イオン交換固相のInertSep CBAを用いた。精製水にジクワットとパラコートを添加し、添加回収試験を行なった。その結果、ジクワットもパラコートも90%前後の良好な回収率が得られた。

(3) ギ酸で溶出する検討

溶出液に塩酸の代わりにギ酸を用い、目的成分に対する添加回収検討を行った。その結果、溶出液に15%ギ酸水溶液を用いた場合ジクワットもパラコートも90%以上の回収率が得られた。今後、この固相処理法をLC/MS分析へ適用できると考えられる。

(4) 河川水への適用

以上の検討により、夾雑の除去にはInertSep MA-1を用い、保持にはInertSep CBAを用いることにした。InertSep MA-1の下にInertSep CBAを連結し、河川水中ジクワットとパラコートの前処理に適用し、検討を行った。その結果、ジクワットもパラコートも80~90%の良好な回収率が得られた。

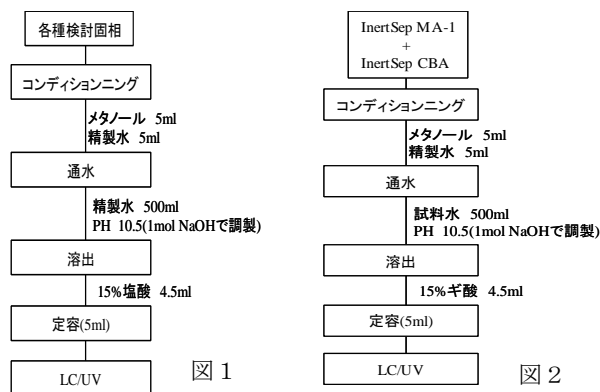


図1 夾雑除去用固相カートリッジと保持用固相カートリッジの検討を行なったフロー図

図2 検討した方法を河川水へ適用する検討のフロー図

表 HPLC 分析条件

装置:	LC7400series
カラム:	Inertsil ODS-3 5 μ m 4.6mm \times 150mm
流量:	1ml/min
注入量:	20 μ l
オープン温度:	40 $^{\circ}$ C
移動相:	リン酸13.5ml、1-ペンタスルホン酸ナトリウム3g及びジエチルアミン10mlを精製水に溶かして1Lとしたもの
検出器:	UV 313nm 257nm