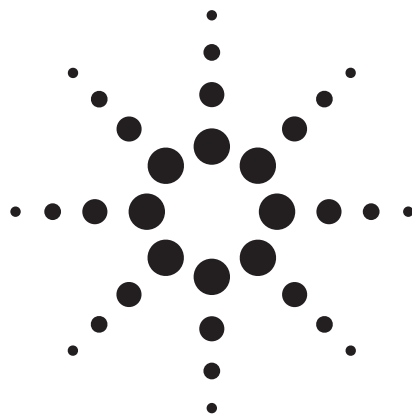
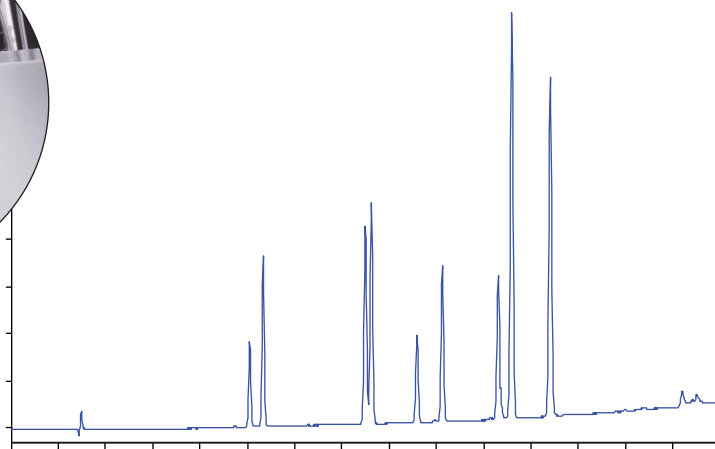




Agilent 1120 Compact LC を用いた 飲料水中の除草剤の分析

アプリケーション

Angelika Gratzfeld-Huesgen



要約

アジレント機器:

1120 Compact LC
EZChrom Elite Compact ソフトウェア
HC-C18(2) カラム

アプリケーション分野

環境

Agilent 1120 Compact LC は、従来の分析スケールの液体クロマトグラフィーに適しており、使いやすく、高性能で、信頼性の高い一体型 LC です。保持時間とピーク面積の優れた再現性、そして高い検出感度により、除草剤の分析に最適です。このアプリケーションノートでは、以下の内容を実証するデータを示します。

- RSD 0.1% 未満の優れた保持時間精度
- RSD 0.5% 未満の優れたピーク面積精度
- 分析したすべての除草剤に対して、検出下限 (LOD) 150 ng 未満



Agilent Technologies

緒言

環境や生体マトリクス中の除草剤の分析は、自然や環境保護において非常に重要です。ほとんどの国で、飲料水や食品中の除草剤濃度が規定されています。数種の分析法が残留農薬分析に使用されていますが、熱的に不安定な化合物に対しては、高速液体クロマトグラフィ (HPLC) が推奨分析法です。

今回の検討では、9 種類の除草剤を分析し、保持時間とピーク面積の精度を測定しました。さらに、化合物の検出下限 (LOD) も測定しました。9 種類の微量の除草剤でスパイクされた飲料水を、サンプルとして使用しました。

実験

機器

- Agilent 1120 Compact LC (デガッサを内蔵したグラジエントポンプ、バイアルトレイ付きオートサンブラ、カラムオープン、可変波長 UV-Vis 検出器から構成)、(図 1 参照)
- Agilent HC-C18(2)、150 x 4.6 mm、粒径 5 μm カラム
- Agilent EZChrom Elite Compact ソフトウェア
- 9 種類の除草剤を選択し、Sigma/Aldrich から入手しました (表 1 参照)。



図 1
Agilent 1120 Compact LC

分析条件

- 移動相: A: 水、B: ACN
- グラジエント: 15 分で B 10% から 90%
- 流量: 1.5 mL/min
- 注入量:
 - 1:100 希釈に対して 5 μL
 - 1:1,000 希釈に対して 20 μL
 - 1:10,000 に対して 20 μL
- カラム温度 40 $^{\circ}\text{C}$
- 検出波長: 225 nm
- ピーク幅: > 0.0025 分
- レスポンスタイム: 0.06 s

結果と考察

UV 検出を用いた除草剤では、保持時間の再現性が重要です。さらに、ピーク面積精度は低ナノグラム範囲において、1% 未満である必要があります。米国環境保護庁では、食品中のジウロンの許容レベルは約 0.1 ~ 2.0 ppm と定めています。これは、10 μL あたり 1 ~ 20 ng に相当します。シマジンの許容レベルは 0.02 ~ 0.25 ppm で、10 μL あたり 200 ~ 2,500 pg に相当します。

この分析では以下の項目が必要とされます。

- 保持時間の相対標準偏差は 0.1% 未満
- ピーク面積の相対標準偏差 (低ナノグラム範囲) は 1% 未満
- 検出下限 (LOD) は 20 μL 注入に対して 150 pg 未満

化合物	原液 mg/10 mL	1:100 希釈液 注入量 5 μL (注入あたりの ng)	1:1,000 希釈液 注入量 20 μL (注入あたりの ng)	1:10,000 希釈液 注入量 20 μL (注入あたりの ng)
メタミトロン	3.3	16.5	6.6	0.66
クロリダゾン	2.5	12.5	5	0.5
シマジン	2.5	12.5	5	0.5
シアナジン	3.7	18.5	7.4	0.74
プロメトリン	4.8	24	9.6	0.96
クロトルロン	9.6	48	19.2	1.920
ジウロン	2	10	4	0.4
プロバジン	4.6	23	9.2	0.92
テルブチラジン	5.8	29	11.6	1.160

表 1
分析した除草剤と濃度

クロマトグラフ条件を評価するために
原液の 1:100 希釈液を使用し、その
結果と生じたクロマトグラムは図 2
のとおりです。

相対標準偏差を評価するために、原液
の 1:1,000 希釈液を用いて 6 回分析
し、結果は表 2 のとおりです。

原液の 1:10,000 希釈液の 20 μ L 注
入を用いて、検出下限を測定しました。
結果は図 3 と表 3 のとおりです。

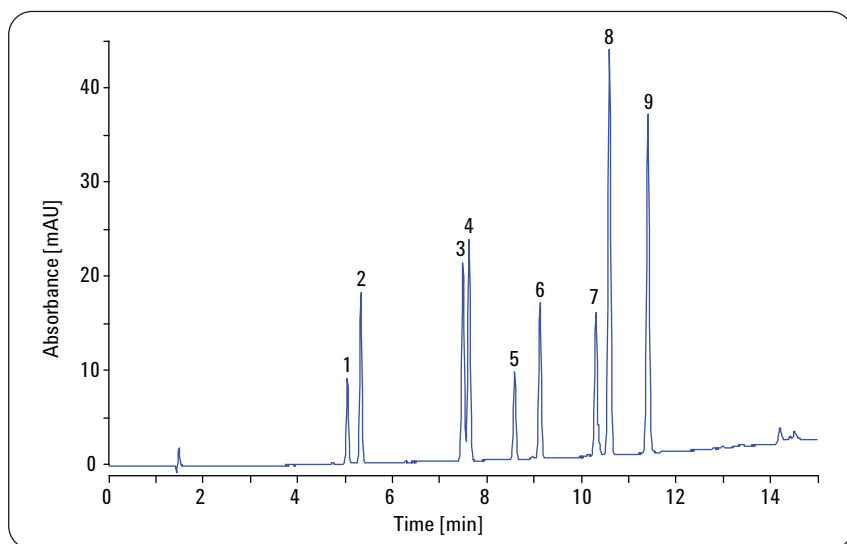


図 2
分析条件の評価のための 1:100 希釈液分析のクロマトグラム

ピーク	化合物	% RSD 保持時間	% RSD 面積
1	メタミトロン	0.07	0.19
2	クロリダゾン	0.07	0.17
3	シアナジン	0.05	0.10
4	シマジン	0.05	0.12
5	プロメトリン	0.06	0.39
6	ジウロン	0.02	0.34
7	プロバジン	0.02	0.16
8	テルブチラジン	0.02	0.33
9	クロルトロン	0.04	0.26

表 2
低ナノグラム範囲の保持時間とピーク面積の相
対標準偏差

ピーク	化合物	S/N = 3 での LOD ピーク間ノイズ 0.02 mAU (pg)
1	メタミトロン	132
2	クロリダゾン	50
3	シアナジン	49
4	シマジン	50
5	プロメトリン	144
6	ジウロン	34
7	プロバジン	34
8	テルブチラジン	37
9	クロルトロン	128

表 3
除草剤の検出下限

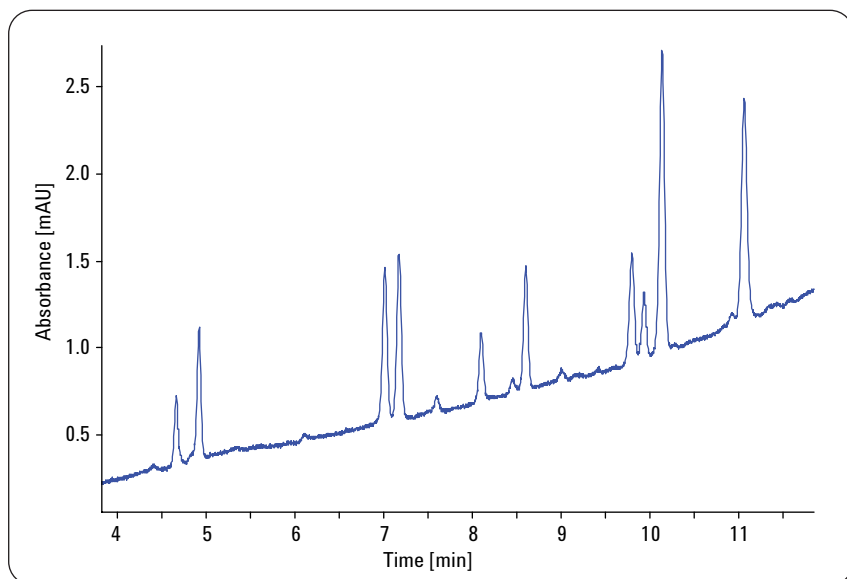


図 3
20 μ L の注入量での 1:10,000 希釈液分析のクロマトグラム

飲料水中の除草剤の分析

飲料水 600 μL に対して、1:1,000 希釈液 100 μL とアセトニトリル 300 μL をスパイクしました。微量の除草剤がバイアルのガラス表面に付着しないように、アセトニトリルを加えました。結果として生じる濃度は、原液の 1:10,000 希釈液と同等でした。図 4 にはブランク飲料水サンプル (下の出力)、スパイクした飲料水サンプル (中央の出力)、原液の 1:10,000 希釈液の分析のクロマトグラムを示します。分析条件は、図 1 に示した分析と同じです。

この分析条件を用い、低ピコグラム範囲においてこれらの除草剤を分析できることが、クロマトグラムから示されました。

結論

Agilent 1120 Compact LC を用いて、飲料水中の除草剤の分析を行いました。シマジンでは 0.02 ppm の低濃度において除草剤を分析できました。0.08% 未満の優れた保持時間精度により、保持時間を用いた同定が可能でした。低ナノグラム範囲の定量では、ピーク面積の相対標準偏差 0.4% 未満で、化合物の正確な測定が可能でした。

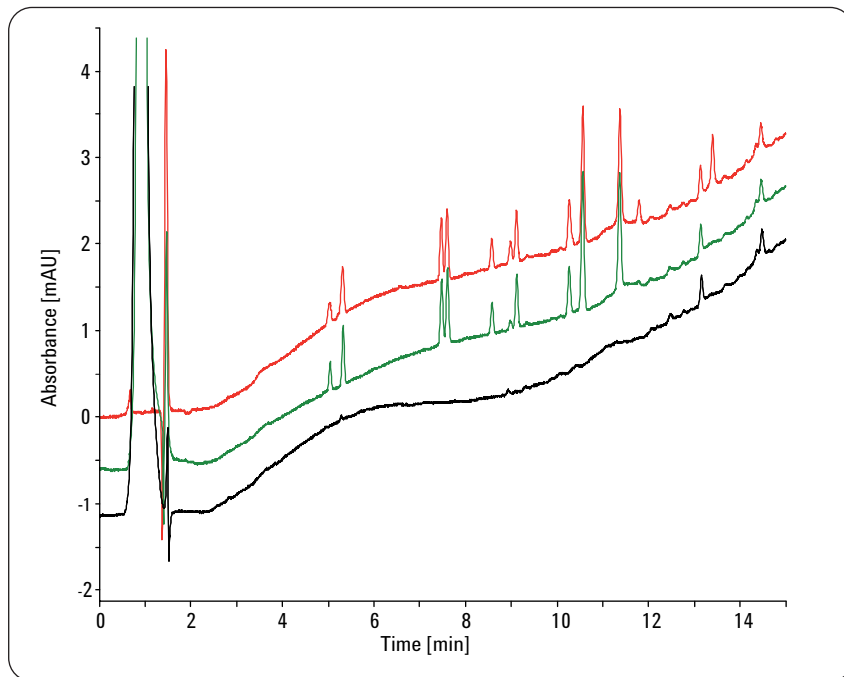


図 4
スパイクした飲料水分析のクロマトグラム
上 - 1:10,000 希釈原液
中 - スパイクした飲料水サンプル
下 - ブランク飲料水サンプル

Angelika Gratzfeld-Huegen は
Agilent Technologies
(ドイツ、Waldbronn) の
アプリケーションケミストです。

www.agilent.com/chem/1120:jp

© 2007 Agilent Technologies Inc.

Published November 1, 2007
5989-7455JAJP



Agilent Technologies