

環境水中のバリダマイシン及び有機りん系農薬の同時分析

Simultaneous analysis of Validamycin and Organophosphate pesticides in Environmental Water

アミノグリコシド系抗生物質であるバリダマイシンは、水道水質基準において「その他農薬類」に分類されており、分析法は定められていませんが、目標値として 0.9 mg/L が規定されています。本報では、イオン交換クロマトグラフィーを用いたバリダマイシンと有機りん系農薬との同時分析例を紹介します。

同時測定を行う有機りん系農薬として、水質管理目標設定項目であるグリホサート(目標値 2 mg/L)、グルホシネート(同 0.02 mg/L)及びグリホサートの分解物 AMPA(アミノメチルりん酸)に加えて、ホセチル(同 2 mg/L)を選択しました(図 1)。分析条件を表 1 に示します。分析カラムには、TSKgel SuperIC-Anion HS を用いました。溶離液には、炭酸水素アンモニウム水溶液/アセトニトリル混合溶液を使用し、静電的相互作用に加えて親水性相互作用を寄与させるため、塩濃度及び有機溶媒濃度のグラジエント溶離で条件を最適化しました。

分析種及び環境水中に含まれる無機陰イオン種のクロマトグラムを図 2 に、本法の定量性を確認した

結果を表 2 に示します。いずれの分析種も目標値の 1/100 の濃度が十分に定量可能であることが確認され、2 オーダー或いは 3 オーダーの濃度範囲において 0.997 以上の決定係数を有する直線関係が得られました。

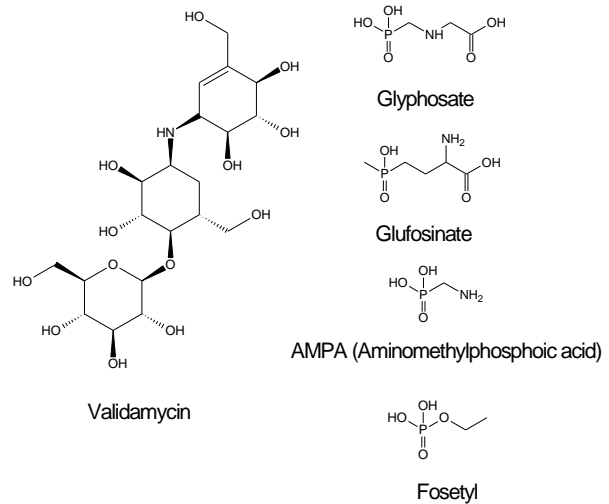


図 1 分析種の構造式

表 1 分析条件

Column: TSKgel SuperIC-Anion HS (4.6 mm I.D. × 10 cm, 3.5 μm, PEEK)
Eluent: A; 50 mmol/L NH <sub>4</sub> HCO <sub>3</sub> (pH 9.5)
B; CH <sub>3</sub> CN
Gradient: B conc.(0 min) 80 % → (15 - 18 min) 30 % → (18.1 - 23 min) 80 %
Flow rate: 0.5 mL/min Column temp.: 40 °C Injection volume: 20 μL
Instrument: TripleTOF 5600* (SCIEX)
Ionization: ESI
Polarity: Positive (Validamycin), Negative (Others)
m/z: Validamycin; 498 / 178 Glyphosate; 168 / 124 Glufosinate; 180 / 136
AMPA; 110 / 81 Fosetyl; 109 / 81
NO <sub>3</sub> ; 62 Br; 79 Cl; 35 H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> ; 97 HSO <sub>4</sub> ; 97

表 2 検量線の濃度範囲及び再現性

Analytes	Target value (mg/L)	1/100 Target value (μg/L)	Calibration curve		IQL (μg/L)	RSD(%, n=6)		LOQ (μg/L)
			Range (μg/L)	r <sup>2</sup>		1/100 Target value	IQL	
Validamycin	0.9	9	1-160	0.9992	0.97	0.7	2.7	1.94
Glyphosate	2	20	1-160	0.9994	0.63	1.2	3.5	1.26
Glufosinate	0.02	0.2	0.1-16	0.9978	0.096	3.7	3.9	0.192
AMPA	2	20	1-160	0.9993	0.69	1.5	3.1	1.38
Fosetyl	2	20	0.25-40	0.9988	0.20	1.4	2.9	0.40

AMPA の目標値は、グリホサートの値を用いた。

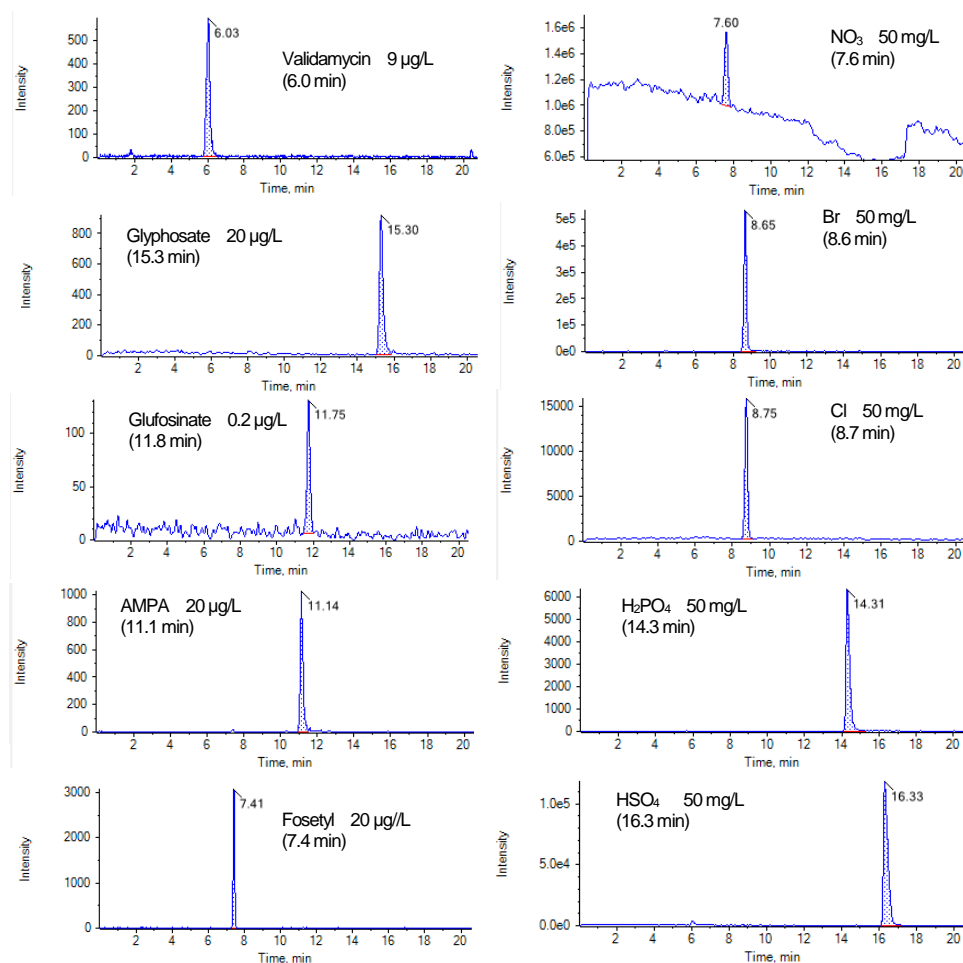


図2 標準試料のクロマトグラム

水道水、河川水及び地下水に目標値の 1/100 濃度の分析種を添加し、回収率及び再現性の確認を行った分析結果を表 3 に示します。添加回収率は

85~105 %、変動係数(RSD, n=10)は 6.0 %以下となり、環境水へ十分適用可能であることを示す結果が得られました。

表 3 環境水への添加回収率

Analytes	Concentration spiked in water (µg/L)	tap water		river water		ground water	
		Recovery (%)	RSD (% , n=10)	Recovery (%)	RSD (% , n=10)	Recovery (%)	RSD (% , n=10)
Validamycin	9	92.5	4.1	103.5	3.6	102.4	4.1
Glyphosate	20	95.5	4.2	101.2	2.9	103.6	4.5
Glufosinate	0.2	90.6	3.5	85.9	5.1	87.5	3.6
AMPA	20	93.7	3.1	96.4	3.6	102.3	3.8
Fosetyl	20	97.5	2.5	102.5	2.9	104.2	2.7

品番	品名	粒子径	カラムサイズ
0022766	TSKgel SuperIC-Anion HS	3.5 µm	4.6 mm I.D. × 10 cm



※ "TSKgel"は日本における東ソー株式会社の登録商標です。  
 ※ "TripleTOF"は AB Sciex Pte. Ltd. の登録商標です。  
 ※ 掲載のデータ等はその数値を保証するものではありません。お客様の使用環境・条件・判断基準に合わせてご確認ください。