

PD-8020を用いたゴルフ場農薬のフォトダイオードアレイ検出

既に、SEPARATION REPORT No.085「フォトダイオードアレイ検出器によるゴルフ場農薬の分析——TSKgel Enviropakを用いた一斉分析——」で、農薬分析における多波長分析の有用性について紹介しました。今回、512ch フォトダイオードアレイ素子により195～680nm (1nm ステップ)の波長域のデータを収集し、溶出ピークのスペクトル解析、純度解析、ライブラリー検索などの多彩な機能を有し、CCP&8020シリーズの制御機能も備えたPD-8020を用いてゴルフ場農薬の測定に適用しました。

水道法に関するゴルフ場農薬の中の水質基準値は、アシュラム(除草剤)、オキシシン銅(殺菌剤)、チウラム(殺菌剤)、メコプロップ(除草剤)、イプロジオン(殺菌剤)、ベンスリド(除草剤)に対しそれぞれ、0.200、0.040、0.006、0.005、0.300、0.100 mg/l(ppm)となっています。また、チウラムにおける標準試験操作は下記の通りです。

検水 500ml
 | pH 3.5 (0.1mol/l HCl) 10~20ml/min
 固相カラム
 | 水分除去(15min) アセトニトリル 3ml
 溶出液
 | N₂ ガスパージ
 検液 2ml
 ↓
 HPLC (UV 270nm)

つまり、チウラムの場合 250倍濃縮での基準値 1.5mg/lの濃度におけるクロマトグラムで、そのスペクトルが十分な定性能を有することが多波長検出器に求められます。図-1に、チウラム(ピークNo. 3)を含む8種類のゴルフ場農薬のクロマトグラム(上段 230nm, 下段 270nm)、およびそれらのスペクトルを示します。各農薬について明瞭なスペクトルが得られていることがわかります。図-2, 3, 4は、それぞれ等高線、三次元、MAXプロット表示図を示したものです。また、270nmのクロマトグラムにおけるチウラムの検出限界値は S/N=3で0.006 mg/lでした。

測定条件

カラム: TSKgel Enviropak G1 (6mm i.d. × 15cm)
 溶離液: 50mM KH₂PO₄ / CH₃CN = 50/50
 流速: 1.0 ml/min, 温度: 40℃, 注入量: 20μl
 試料: ピークNo. 1 アシュラム 1.0 mg/l (ppm)
 2 オキシシン銅 1.0
 3 チウラム 1.0
 4 メコプロップ 2.0
 5 シデュロン 1.0
 6 イプロジオン 1.0
 7 ベンスリド 2.0
 8 ペンシクロン 2.0

検出: 多波長検出器 PD-8020 (収集波長 200~300nm)

装置構成

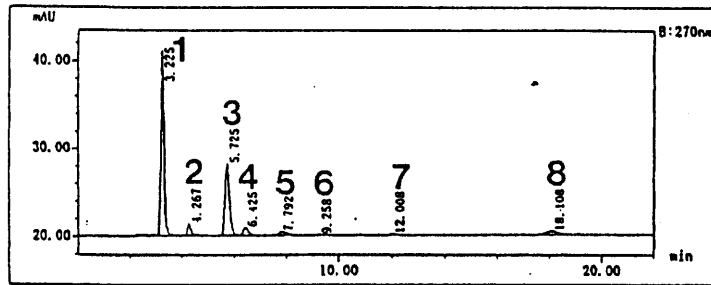
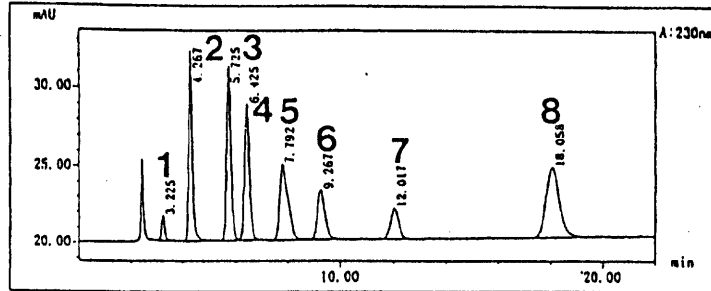
送液ポンプ : CCP S
 検出器 : PD-8020
 カラムオープン: CO-8020
 オートサンプラ: AS-8020

サンプル名: 粉質
 サンプル名: 粉質
 検体名: 粉質
 検体名: 粉質

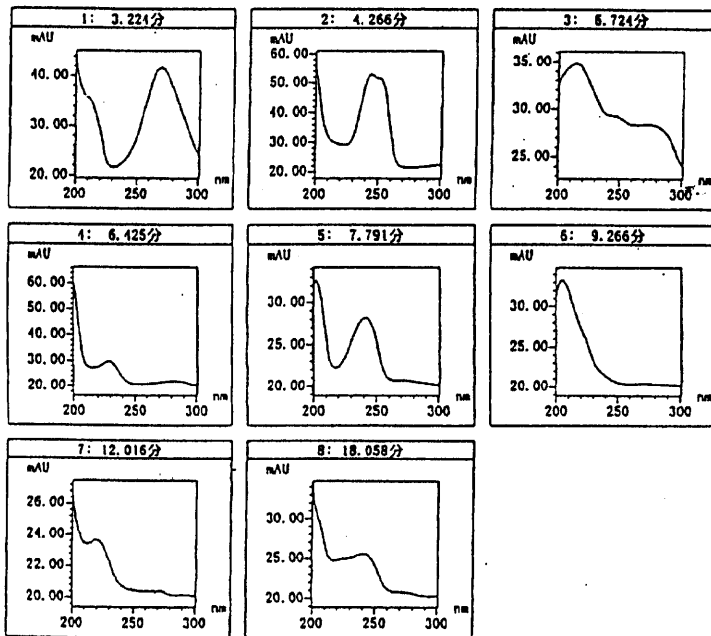
検出開始時間(分): 0.0
 検出終了時間(分): 22.0
 検出間隔(msec): 500
 検出速度上限(nm): 300
 検出速度下限(nm): 200
 平均化係数: 10

測定日時: 95/10/27 13:16
 計算日時: 95/10/27 15:06
 分析番号: 420

(A) 230nm



(B) 270nm



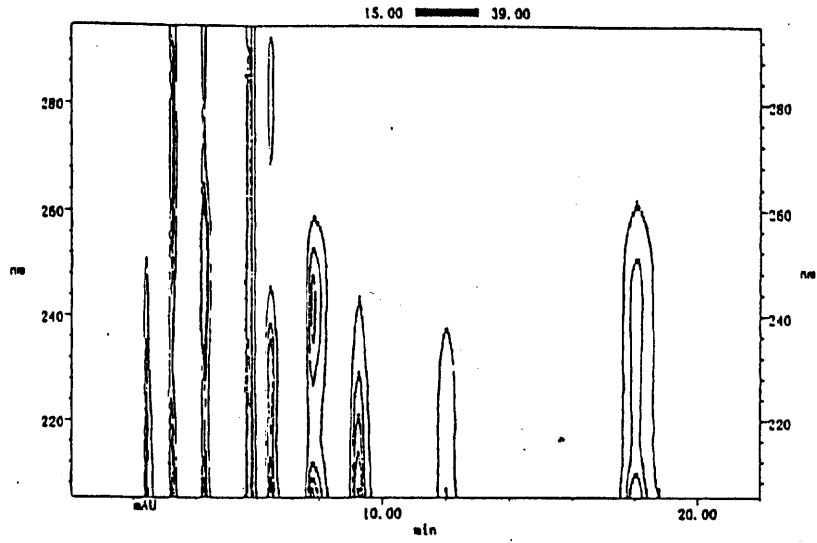
<計算結果>

ピークNo.	波長(nm)	成分名	保持時間(分)	高さ(mAU)	面積(mAU*秒)	濃度1(ppm)	濃度2(ppm)
1	A: 230	アシュラム	3.225	1.650	13.43	1.000	1.000
2	A: 230	オキシソル	4.267	12.292	119.86	1.000	1.000
3	A: 230	チウラム	5.725	11.244	131.35	1.000	1.000
4	A: 230	メコブロッブ	6.425	8.840	114.34	2.000	2.000
5	A: 230	シダニロン	7.792	5.000	111.56	1.000	1.000
<hr/>							
6	A: 230	イブゾオン	9.267	3.293	63.52	1.000	1.000
7	A: 230	ベンスリド	12.017	2.038	44.28	2.000	2.000
8	A: 230	ベンスクロン	18.058	4.606	163.49	2.000	2.000
				48.931	761.84	11.000	11.000
<hr/>							
1	B: 270	アシュラム	3.225	21.175	172.30	1.000	1.000
2	B: 270	オキシソル	4.267	1.394	13.44	1.000	1.000
3	B: 270	チウラム	5.725	8.173	94.82	1.000	1.000
4	B: 270	メコブロッブ	6.425	0.958	12.18	2.000	2.000
5	B: 270	シダニロン	7.792	0.443	9.41	1.000	1.000
<hr/>							
6	B: 270	イブゾオン	9.267	0.130	2.51	1.000	1.000
7	B: 270	ベンスリド	12.008	0.180	4.06	2.000	2.000
8	B: 270	ベンスクロン	18.108	0.417	13.99	2.000	2.000
				32.870	322.69	11.000	11.000

<分析条件>

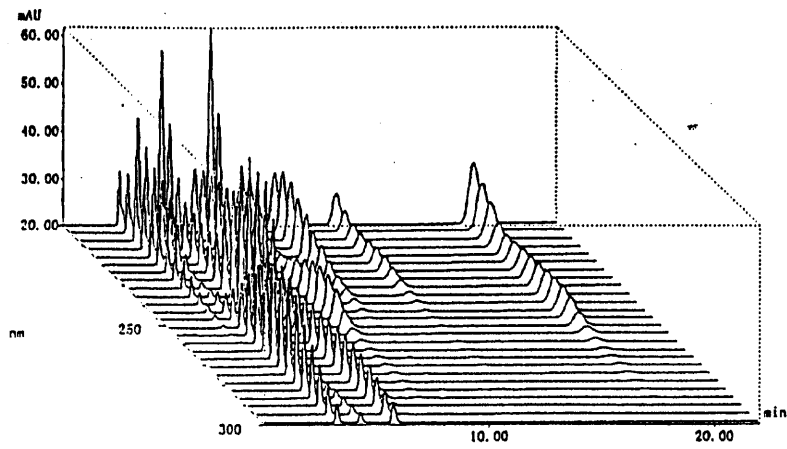
サンプル名: 粉質 STD
 材料: TSKGel Enviropak G1(6.0x150mm)
 溶剤組成: 50%MeOH/CH3CN=50/50
 流速: 1.0 ml/min
 圧力: 57kgf/cm2
 温度: 40 C
 注入量: 20 ul
 検出器: PD-8020
 検出器条件: 230, 270 nm
 校正者: Kuboashi

ファイル名: K08A0420.3DR



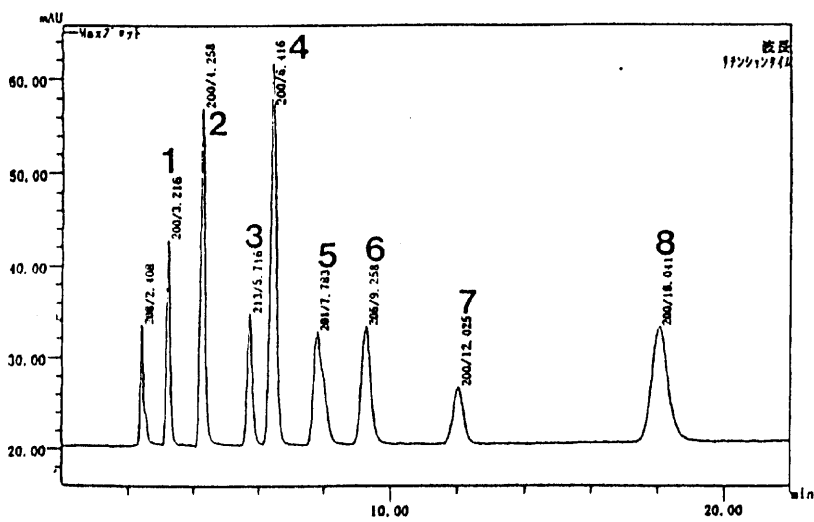
☒-2

ファイル名: K08A0420.3DR



☒-3

ファイル名: K08A0420.3DR



☒-4