

本篇，我们将会介绍使用GL-7400高效液相色谱系列分析草甘膦。

关于水质基准的省令于平成15年5月30日修改(厚生劳动省令第101号)以外，作为补充水质基准的项目，新规定了水质管理目标设定项目(平成15年10月10日健水发第1010004号)，并通知了其检查方法。(平成15年10月10日健水发第10100001号)。

草甘膦的检测方法在「另添方法12」和「另添方法14」中有记载。前者是使用FMOC的柱前衍生化方法。此次，也是按照此法进行的分析。草甘膦的目标值定为2mg/L，除了草甘膦，作为其主要代谢物的氨甲基磷酸(AMPA)也应同时测定，要使用它们的合算值。在精度上，要求在其目标值的1/100浓度的CV%20以内。

以目标值1/100浓度的分析例

通过调节流动相中的乙腈浓度，实现了更好的分离。在目标物洗脱后，马上增加乙腈的浓度并快速洗脱未反应的衍生试剂等，并将分析循环减少至30分钟或更短。

草甘膦和AMPA都给出了良好的结果：**目标值的1/100浓度，CV 0.6% (N=5)**。

前处理例

样品

10mL

衍生化

— 硼酸缓冲液0.5mL
— FMOC溶液2.6mL
— 振动 (5min)
— 静置 (30min)

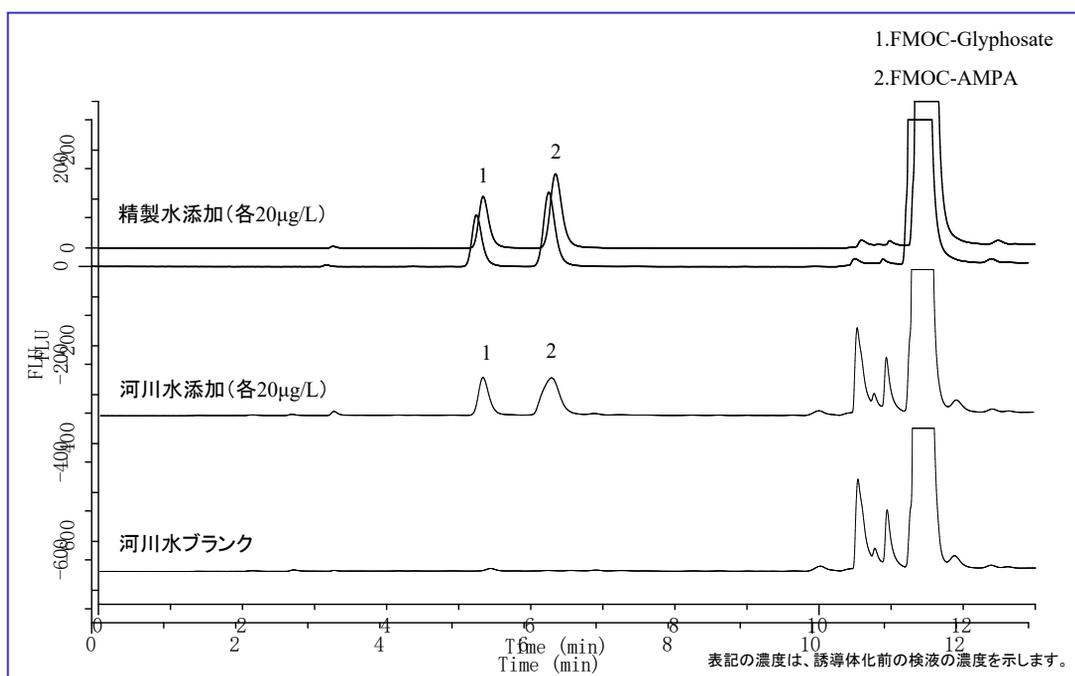
溶液萃取

— 乙酸乙酯5mL
— 振とう振動

制备

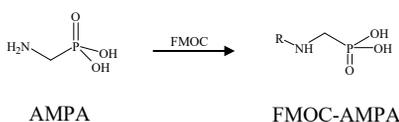
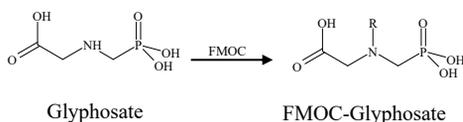
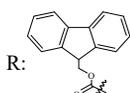
— 试验用水为水层

HPLC-FL



衍生化反应式

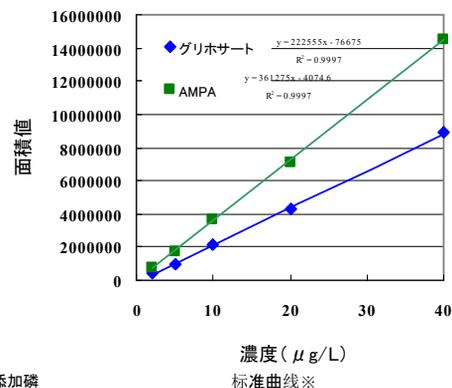
衍生化样品 FMOC: R-Cl



HPLC条件

色谱柱 : Inertsil ODS-3
(4 μ m, 150 x 4.6 mm I.D.)
流动相 : A)CH3CN
B)50mM 磷酸缓冲溶液
A / B = 35 / 65 (8.5 min Hold),
70 / 30 (3.0 min Hold),
v/v
流速 : 0.7 mL/min
色谱柱温度 : 40 °C
检测 : FL Ex. 270nm Em. 315nm
注入量 : 10 μ L

50mM 磷酸缓冲液: 将6.8g磷酸二氢钾溶解在1L纯水中，并通过添加磷酸将pH值调节至2.5。



濃度 (μ g/L)

標準曲線※

※ 逐步稀釋標準溶液，并将每種溶液衍生化并分析。

目标值1/1000浓度的标准溶液分析例

在农药分析的精度管理中，测定了目标值的1/1000浓度。

取得了**草甘膦为CV9.6%、AMPA为CV6.2%**(N=5)的良好重现性。

