

# 水質管理目標設定項目検査方法に準拠した グリホサートの分析

## Analysis of Glyphosate in Drinking Water by HPLC

平成15年5月30日付けで、新水質基準に関する省令（厚生労働省令第101号、平成16年4月1日施行）<sup>1</sup>が公布されましたが、この水質基準を補完する項目として新たに「水質管理目標設定項目」（27項目）が定められ（平成15年10月10日健発第1010004号）<sup>2</sup>、その検査方法が通知されました。（平成15年10月10日付、建水発第1010001号）<sup>2</sup>

水質管理目標設定項目の中で、農業類として102成分が掲げられていますが、この内11成分の検査方法に、高速液体クロマトグラフ法が用いられています。これらの内、

グリホサートは、「別添方法12」および「別添方法15」に検査方法が指定されています。

「別添方法12」は、クロロギ酸9-フルオレニルメチル（FMOC-Cl）によるプレカラム誘導体化法で、「別添方法15」はo-フタルアルデヒドによるポストカラム誘導体化法による分析法です。

ここでは、「別添方法12」に基づいたグリホサートの分析例をご紹介します。

H. Kubo

<sup>1</sup> 平成19年11月14日一部改正

<sup>2</sup> 平成19年11月15日一部改正

### 標準試料の分析

#### Analysis of Standard Solution

グリホサートの目標値は、2mg/Lであり、グリホサートの代謝物であるアミノメチルりん酸（AMPA）も同時に測定して合算することが指定されています。

FMOC試薬は、一級および二級アミンと反応して強い発蛍光体を生成しますので、グリホサートとAMPAはFMOC試薬と反応させることにより高感度に検出することができます。Fig. 1にその反応を示します。

Fig. 2は、グリホサートおよびAMPA標準液各0.025mg/Lを20 $\mu$ L注入した結果で、分析条件をTable1に示します。ここでは、アセトニトリル比率を最適化して2成分をより効率良く分離しています。また、未反応試薬や副反応物などをカラムから除去するため、AMPA溶出後アセトニトリル比率を高め、流量をはやめることにより分析サイクルの短縮をはかっています。

Table 1 分析条件  
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack VP-ODS (150mmL. $\times$ 4.6mmI.D.)
Mobile Phase	: 50mM KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> (pH=2.5 adjusted by H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> ) / Acetonitrile = 70/30(v/v%)
Flow Rate	: 0.7mL/min
Column Temp.:	40°C
Detection	: RF-10AXL Ex. at 270nm, Em. at 315nm

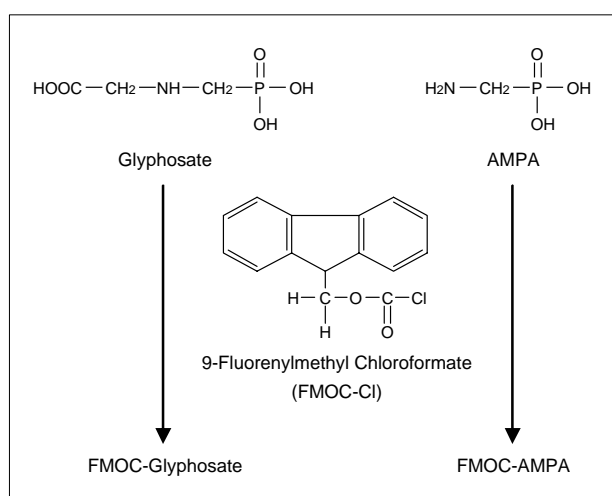


Fig.1 FMOC-ClによるグリホサートとAMPAのプレカラム誘導体化反応  
Pre-column Derivatization of Glyphosate and AMPA with FMOC-Cl

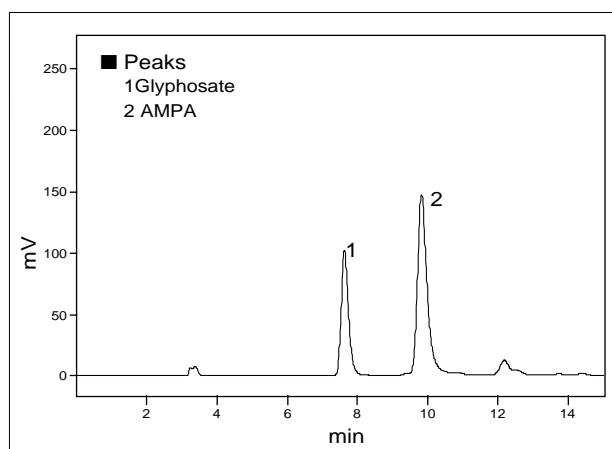


Fig.2 グリホサートおよびAMPA標準品のクロマトグラム  
Chromatogram of a Standard Mixture of Glyphosate and AMPA  
(0.025mg/L each, 20 $\mu$ L inj.)

## 再現性

### Repeatability

農業類の測定精度については、原則として目標値の1/100まで測定し、その変動係数が20%以下となる精度を確保することが求められています。Fig. 3はグリホサートおよびAMPA標準液各0.01mg/L（目標値の1/200濃度）

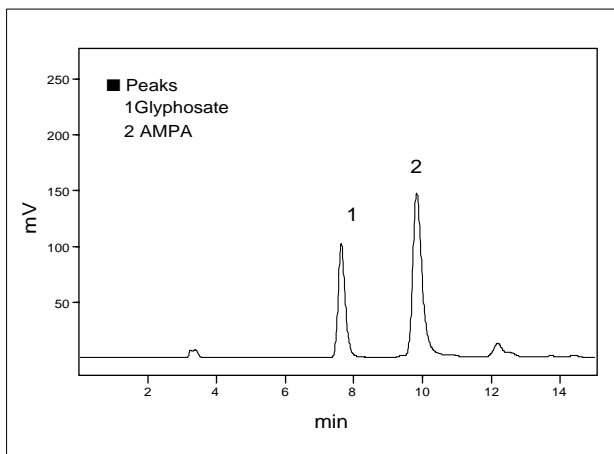


Fig.3 グリホサートおよびAMPA標準品のクロマトグラム  
Chromatogram of a Standard Mixture of Glyphosate and AMPA(0.01mg/L each, 20  $\mu$ L inj.)

を20  $\mu$ L注入した結果です。

Table2に、この時の面積値再現性を示します。目標値の1/200濃度でも良好な再現性が得られています。

Table 2 グリホサートおよびAMPAの面積値再現性  
Repeatability of Peak Area of Glyphosate and AMPA

	Peak Area	
	Glyphosate	AMPA
1st	1463296	2839139
2nd	1459353	2830643
3rd	1454197	2834974
4th	1458720	2824844
5th	1455906	2823553
CV%	0.24	0.24

## 直線性

### Linearity

Fig. 4にグリホサートおよびAMPA標準液各0.0004mg/L ~ 0.025mg/Lにおける直線性を示します。両者とも奇与率 ( $R^2$ )は0.999以上です。

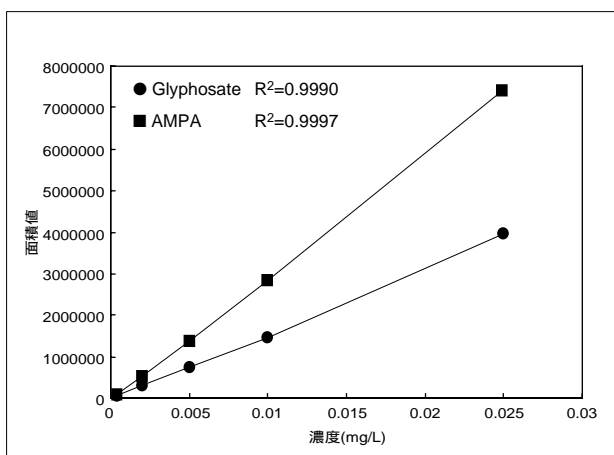


Fig.4 直線性 (0.0004mg/L-0.025mg/L)  
Linearity(0.0004mg/L-0.025mg/L)

## 高感度分析

### Analysis of Glyphosate and AMPA at High Sensitivity

Fig. 5は、グリホサートおよびAMPA標準液各0.002mg/Lを20  $\mu$ L注入した結果です。目標値の1/1000濃度に相当する低濃度においても、良好なS/Nで分析が可能です。

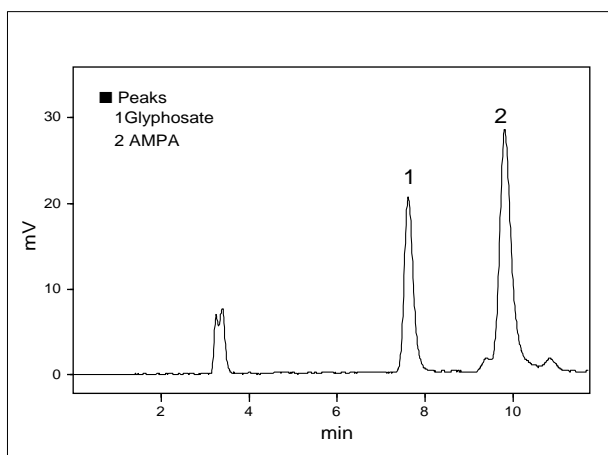


Fig.5 グリホサートおよびAMPAの高感度クロマトグラム  
Chromatogram of Glyphosate and AMPA at High Sensitivity (0.002mg/L each, 20  $\mu$ L inj.)

初版発行：2004年7月  
B改訂版発行：2008年3月

 **島津製作所** 分析計測事業部  
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)  
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>  
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。