

水質管理目標設定項目検査方法に準拠したジクワットの分析

Analysis of Diquat 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）¹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日付、健発第1010004号）²、その検査方法が通知されました。（平成15年10月10日付、健水発第1010001号）² 水質管理目標設定項目の中で、農薬類として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、ジクワットは、「別添方法11」として検査方法が指定されています。

ここでは、「別添方法11」に基づいた、ジクワットの分析例をご紹介します。

H.Kubo

¹ 平成19年11月14日一部改正

² 平成19年11月15日一部改正

標準試料の分析

Analysis of Standard Solution

ジクワットジプロミド*の構造式をFig.1に示します。ジクワットの目標値は、0.005mg/Lであり、「別添方法11」では、その前処理として、固相抽出による100倍濃縮が指定されています。

Fig.2は、ジクワット標準液（0.4mg/L）のクロマトグラムです。その分析条件をTable 1に示します。ジクワットは、イオン性の高い極性化合物であり、通常の逆相移動相条件では十分に保持されないため、移動相にイオンペア試薬として1-ペンタンスルホン酸ナトリウムを添加します。検出は、紫外吸光（UV）検出器を用いて313nmで行います。

*本資料中のジクワットは、ジクワットジプロミド分子³⁴⁴を示します。

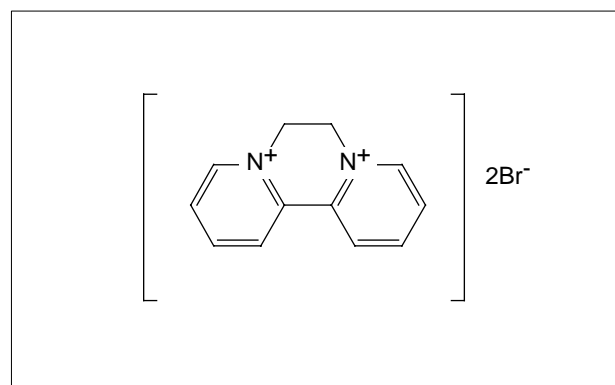


Fig.1 ジクワットジプロミドの構造式
Structure of Diquat

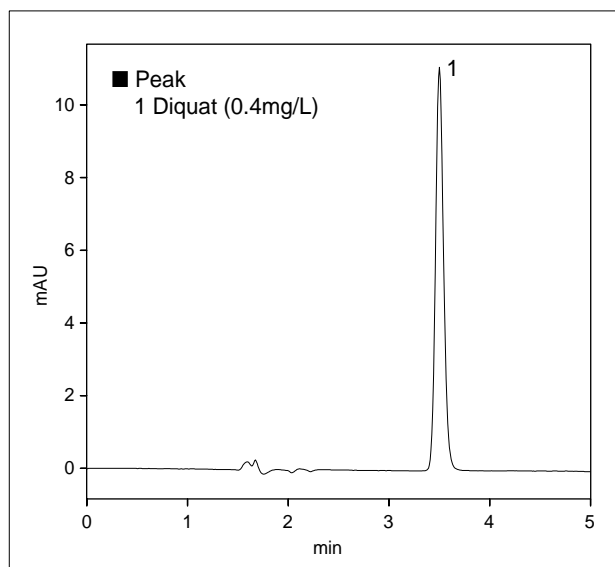


Fig.2 ジクワットのクロマトグラム
Chromatogram of Diquat

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack VP-ODS (150mmL. × 4.6mmI.D.)
Mobile Phase	: Phosphoric acid 13.5mL, Diethylamine 10mL, Sodium 1-pentane sulfonate 3.0g Total 1000mL by Water
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Column Temp.	: 40°C
Detection	: SPD-10AV ² at 313nm
Injection Vol.	: 50μL

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100分の1まで測定し、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。

Table 2は、ジクワット標準液 0.005mg/L、50 μ Lを繰り返し注入したときの再現性結果です。この濃度は、「別添方法11」で定められた前処理操作(検水100倍濃縮：固相抽出)を行った際のジクワット目標値の1/100濃度に相当します。

Table 2 ジクワットの再現性
Repeatability of Peak Area and Retention Time

	Peak area	Retention Time
1st	721	3.493
2nd	743	3.495
3rd	673	3.494
4th	740	3.494
5th	703	3.492
CV%	4.041	0.033

高感度分析

Analysis of Diquat at High Sensitivity

Fig.4は、ジクワット標準液 0.005mg/Lを50 μ L注入した結果で、Table 2の再現性テスト時におけるクロマトグラムです。

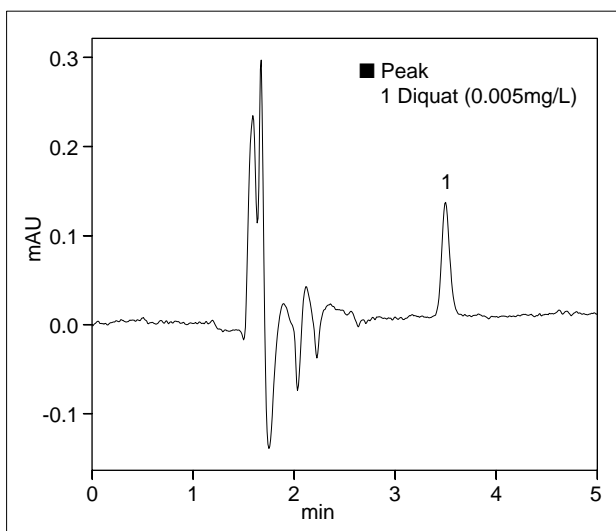


Fig.4 ジクワットの高感度クロマトグラム (1)
Chromatogram of Diquat at High Sensitivity (1)

直線性

Linearity

Fig.3に、ジクワット標準液0.0016~0.2mg/Lにおける直線性を示します。寄与率 (R^2) は、0.9999以上です。

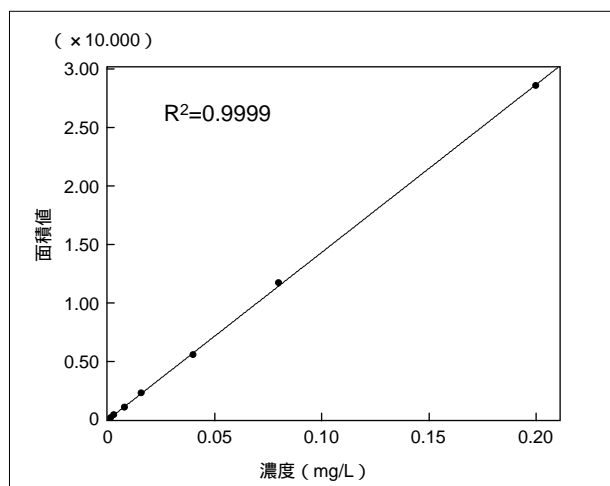


Fig.3 直線性 (0.0016~0.2mg/L)
Linearity(0.0016~0.2mg/L)

Fig.5は、ジクワット標準液 0.0016mg/Lを50 μ L注入した結果です。

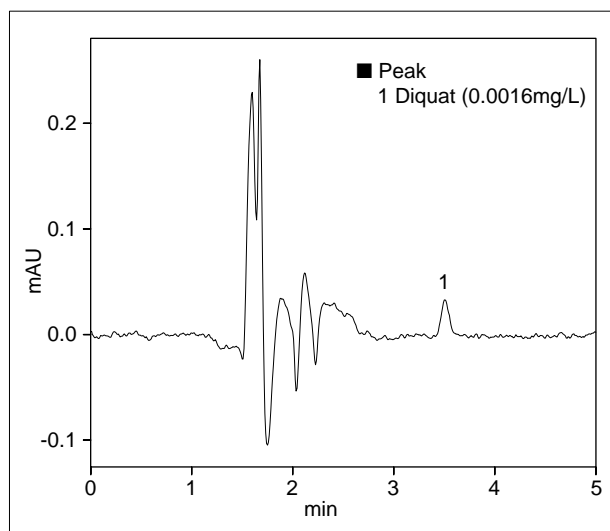


Fig.5 ジクワットの高感度クロマトグラム (2)
Chromatogram of Diquat at High Sensitivity(2)

初版発行：2004年4月
C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。