

## グリホサートカリウム塩の測定方法

### (1) 装置

高速液体クロマトグラフィー（蛍光）を用いる。

### (2) 試薬試液

アセトン、酢酸エチル、メタノール、クロロホルム、炭酸水素アンモニウム、アンモニア水、四ホウ酸ナトリウム、りん酸、水酸化ナトリウム、酢酸：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

アセトニトリル、水：高速液体クロマトグラフィー用又はこれと同等のもの

9-フルオレニルメチルクロロホルマーチン（以下FMCL）

グリホサート標準品

### (3) 試験溶液の調製

C18カラムを5 mLのメタノールと10 mLの水でそれぞれ洗浄する。20 mLの試料をカラムに加え流下後、10 mLの水を同様に流下させて、抽出液を採取する。抽出液を1 mLまで減圧濃縮後、通風で乾固させる。その後、残留物は直ちに4 mLのホウ酸緩衝液を加えて溶解する。蛍光ラベル化のために溶解液に2 mLの0.1%FMCLアセトン溶液を加え、振とう・静置して反応させた後に4 mLの酢酸エチルを加えて振とうする。静置分離後、水層を分取して試験溶液とする。

### (4) 高速液体クロマトグラフィー操作条件

高速液体クロマトグラフ部

カラム：TSK-gel QAE-2SW（長さ25 cm、内径4.6 mm）又はこれと同等の分離性能を有するもの

移動相：アセトニトリル/水/酢酸/りん酸（700:300:8:2v/v）

流速：1.0 mL/min

蛍光検出器部

励起波長：254 nm

蛍光波長：313 nm

感度：0.05 ngが十分確認できるように感度を調整する。

### (5) 検量線の作成

グリホサートの標準品を用いて10 µg/mLの水溶液を調製し、10 mLのこの水溶液を試験溶液調整と同様の方法で蛍光ラベル化及び分取する。分取した試験溶液をホウ酸緩衝液で希釈して、数点の検量線用標準液を調製する。それぞれ20 µLずつ高速液体クロマトグラフ

に注入して分析し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から20  $\mu\text{L}$ を取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりグリホサートの重量を求め、これに基づき試料中のグリホサート濃度を算出する。