[TECHNOLOGY BRIEF]

高効率の CORTECS Phenyl カラムを用いたネオニコチノイド系殺虫剤のアセトニトリルおよびメタノールでのグラジエント分析

Pam Longenbach
Waters Corporation, Milford, MA, USA

目的

ネオニコチノイド系殺虫剤の分析において、CORTECS Phenyl カラムはアセトニトリルによるグラジエントでも、メタノールによるグラジエントでも、どちらの場合にも分離が可能である事を実証すること。

背景

ネオニコチノイド系殺虫剤は 1980 年代後半に開発され、1990 年代に市販化され、現在は市場の 24% を占める神経刺激性の殺虫剤です。ネオニコチノイド系殺虫剤の 1 種であるイミダクロプリドは、世界中でもっとも広く使われている殺虫剤です。米国では、トウモロコシやキャノーラ油のほぼ全ての耕作において、また、綿、モロコシ、テンサイの耕作においてや、リンゴ、オレンジ、葉物野菜、トマト、ジャガイモ、米、ナッツを含む果物や野菜においても主にネオニコチノイド系殺虫剤が使用されています。

ネオニコチノイド系殺虫剤は、有害で破壊的な耕作害虫を管理する事には適していますが、近年の研究より蜂やその他の授粉媒介者に有害であることが分かってきています。2015 年 4 月に米国環境保護庁（EPA）は、新たな蜂に関する情報と授粉媒介者のリスクアセスメントが終わるまで、4 種類のネオニコチノイド系殺虫剤（イミダクロプリド、ジノテフラン、クロチアニジン、チアメトキサム）を当面使用中止としました。EPA によるイミダクロプリドの予備リスクアセスメントにより、25 ppb のイミダクロプリドの残存により、蜂のような授粉媒介者に悪影響を与えることが分かりました。

CORTECS Phenyl カラムはネオニコチノイド系殺虫剤のアセトニトリルグラジエント分析およびメタノールグラジエント分析において有意なメリットを示します。

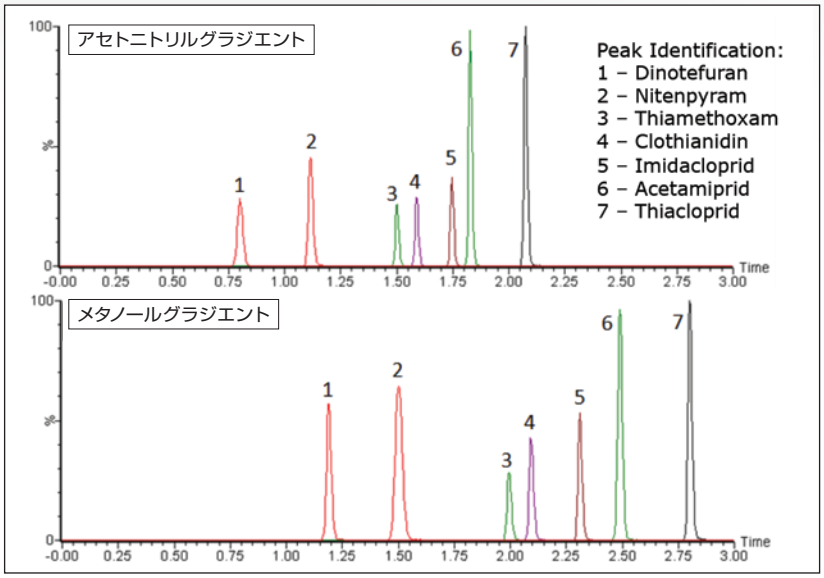

図 1. ネオニコチノイド系殺虫剤のアセトニトリルグラジエント分析およびメタノールグラジエント分析でのクロマトグラム

ネオニコチノイド系殺虫剤は、芳香環を持つ類似構造化合物群のため、このような化合部の分離に長けている Phenyl カラムを選択しました。植物、花粉、土壌中試料中の低 ppb レベルで残存するネオニコチノイド系殺虫剤を研究するには、低濃度での検出感度が要求されるため、ソリッドコアパーティクルを充填したカラムと、MS/MS 検出器を選択しました。ソリッドコアパーティクルは全多孔性パーティクルよりもカラム効率が高く、結果として幅が狭くより高いピークが検出され、検出限界を低減します。

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

ソリューション

7 種類のネオニコチノイド系殺虫剤の混合物は CORTECS Phenyl カラム、2.7 µm、2.1 × 50 mm（製品番号 186008319）で ACQUITY UPLC® H-Class システムと Xevo® TQD 検出器を用いて分析しました。流速 0.5 mL/min にて 2 種類のグラジエント分析を行いました：0.1% ギ酸含有有機溶媒（アセトニトリルもしくはメタノール）/0.1% ギ酸水溶液を用いたグラジエントで有機溶媒混合比 5% から 70% まで。

グラジエント分析にアセトニトリルを用いてもメタノールを用いても図 1 に示す 7 種類全てのネオニコチノイド系殺虫剤に関してベースライン分離を達成しました。MS/MS 検出ではベースライン分離は必須ではありませんが、共溶出する化合物によるマトリックス効果の可能性を低減する事が出来ます。

図 2 の通り、1 種類のネオニコチノイド系殺虫剤を除き、アセトニトリルのグラジエント分析を用いた方がピーク幅は狭いという結果になりました。これにより、移動相にアセトニトリルを用いた方が検出限界を低減する事が可能です。アセトニトリルを用いた際に見られた狭いピーク幅は、より大きいピークキャパシティおよびより良い分離能をもたらします。

メタノールを使用する利点が 1 点あります。図 3 の通り、メタノールを使用すると保持係数（k'）がより大きく、より強い保持が見られました。この保持向上の理由としては、メタノール移動相を用いた際のアセトニトリル移動相では見られなかったネオニコチノイド系殺虫剤の芳香環と固定相のフェニル基との π - π 相互作用が考えられます。この保持向上は、サンプルマトリックスからネオニコチノイド系殺虫剤を分離する際に利点となる可能性があります。

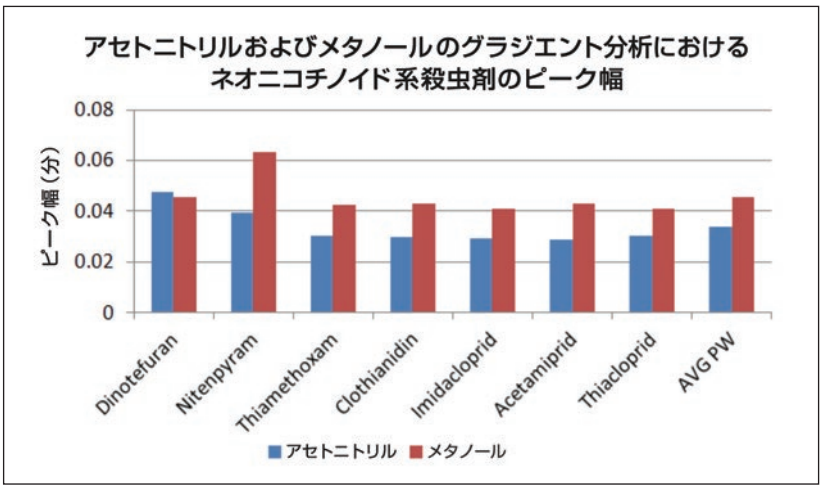

図 2. アセトニトリルおよびメタノールのグラジエントにおけるネオニコチノイド系殺虫剤のピーク幅

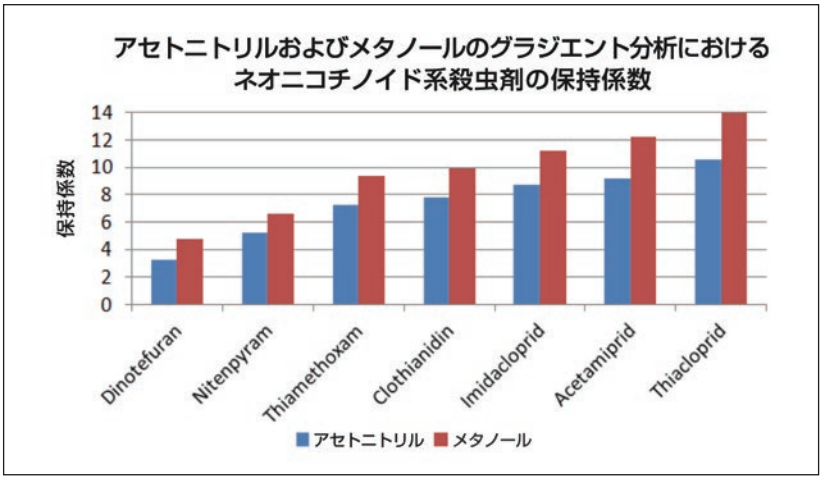

図 3. アセトニトリルおよびメタノールのグラジエントにおけるネオニコチノイド系殺虫剤の保持係数

まとめ

CORTECS Phenyl カラムにより 7 種類のネオニコチノイド系殺虫剤のベースライン分離が達成されました。検出限界を最大化するには、ピークキャパシティおよび分離能の観点からアセトニトリルグラジエント分析が推奨されます。保持係数を最大化するには、メタノールグラジエント分析が推奨されます。

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

日本ウォーターズ株式会社 www.waters.com
東京本社 〒140-0001 東京都品川区北品川1-3-12 第5小池ビル TEL 03-3471-7191 FAX 03-3471-7118
大阪支社 〒532-0011 大阪市淀川区西中島5-14-10 新大阪トヨタビル11F TEL 06-6304-8888 FAX 06-6300-1734
ショールーム 東京 大阪
サービス拠点 東京 大阪 札幌 福島 静岡 富山 名古屋 徳島 福岡

Waters、CORTECS、ACQUITY UPLC、Xevo および The Science of What's Possible は Waters Corporation の登録商標です。
その他すべての登録商標はそれぞれの所有者に帰属します。
©2016 Waters Corporation. Produced in Japan. 2016年4月 720005624JA PDF