

グリホサート・グリホシネートの分析法の検討

構造と物性

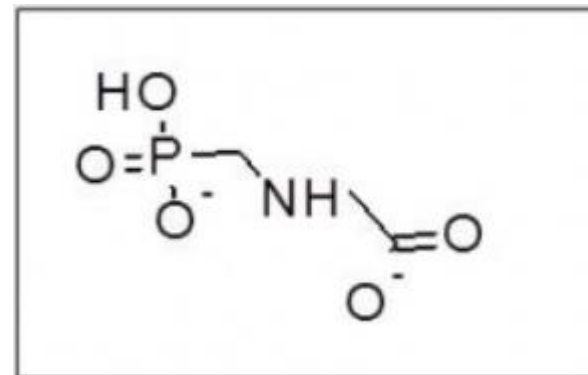
グリホサート : Glyphosate

化学式 : $C_3H_8NO_5P$

分子量 : 169.1

LogPow = <-3.2 (pH 2-5, 20°C)

pKa = 5.77 ± 0.03 , 2.18 ± 0.02 (20 ± 0.2°C)



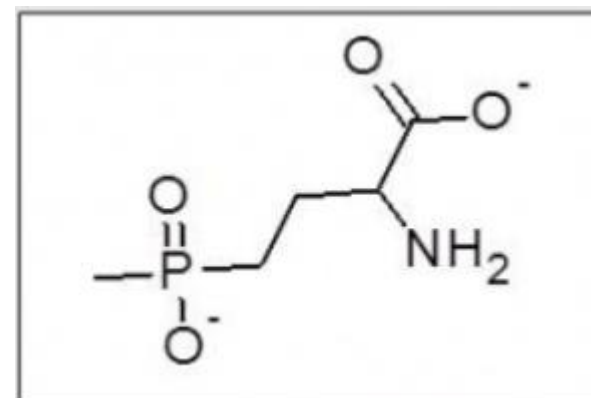
グルホシネート : Glufosinate

化学式 : $C_5H_{12}NO_4P$

分子量 : 181.1

LogPow : アンモニウム塩のLogPow : <0.1 (pH 7, 22°C)

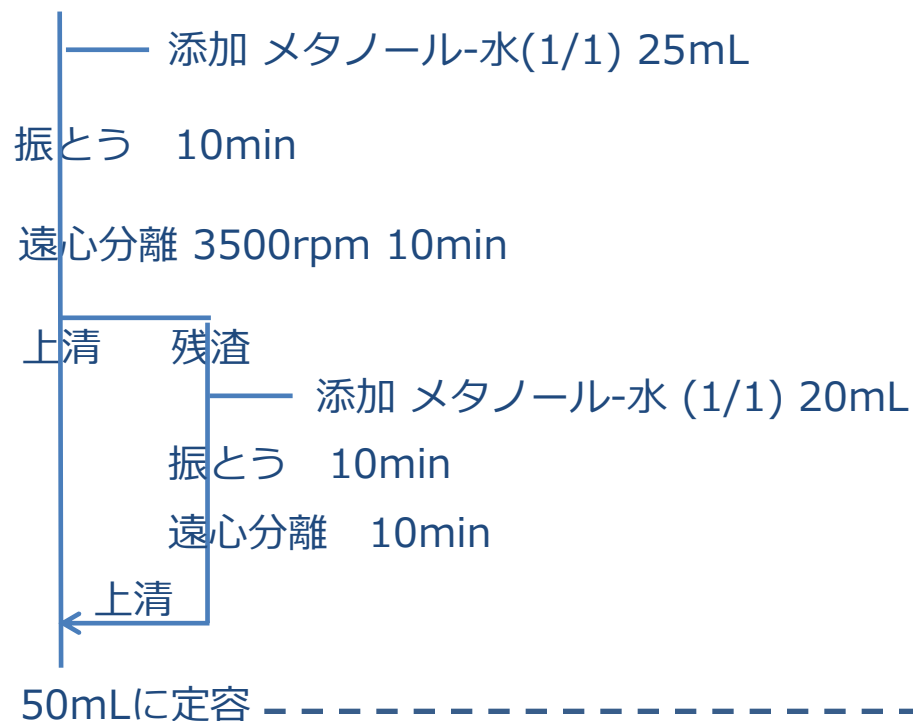
pKa1 <2 , pKa2 <2.9 , pKa3 <9.8



前処理のフロー

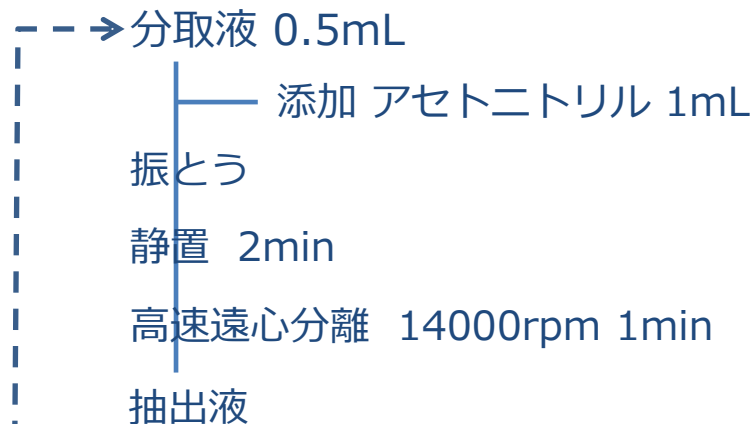
抽出

試料10g (穀類 5g + 水10mL)

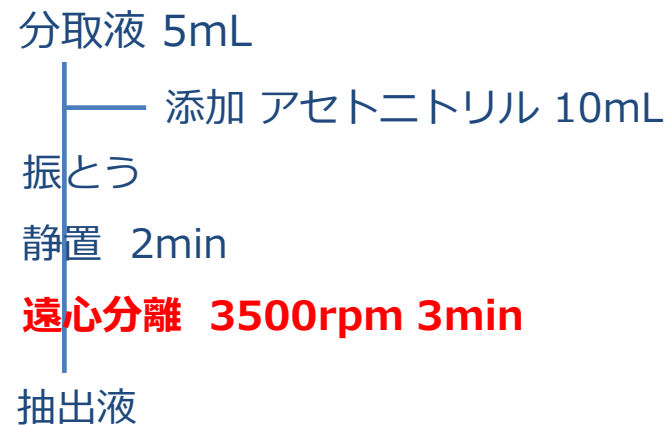


除たんぱく (検討中)

■ 1.5mL遠沈チューブ (PP) の場合



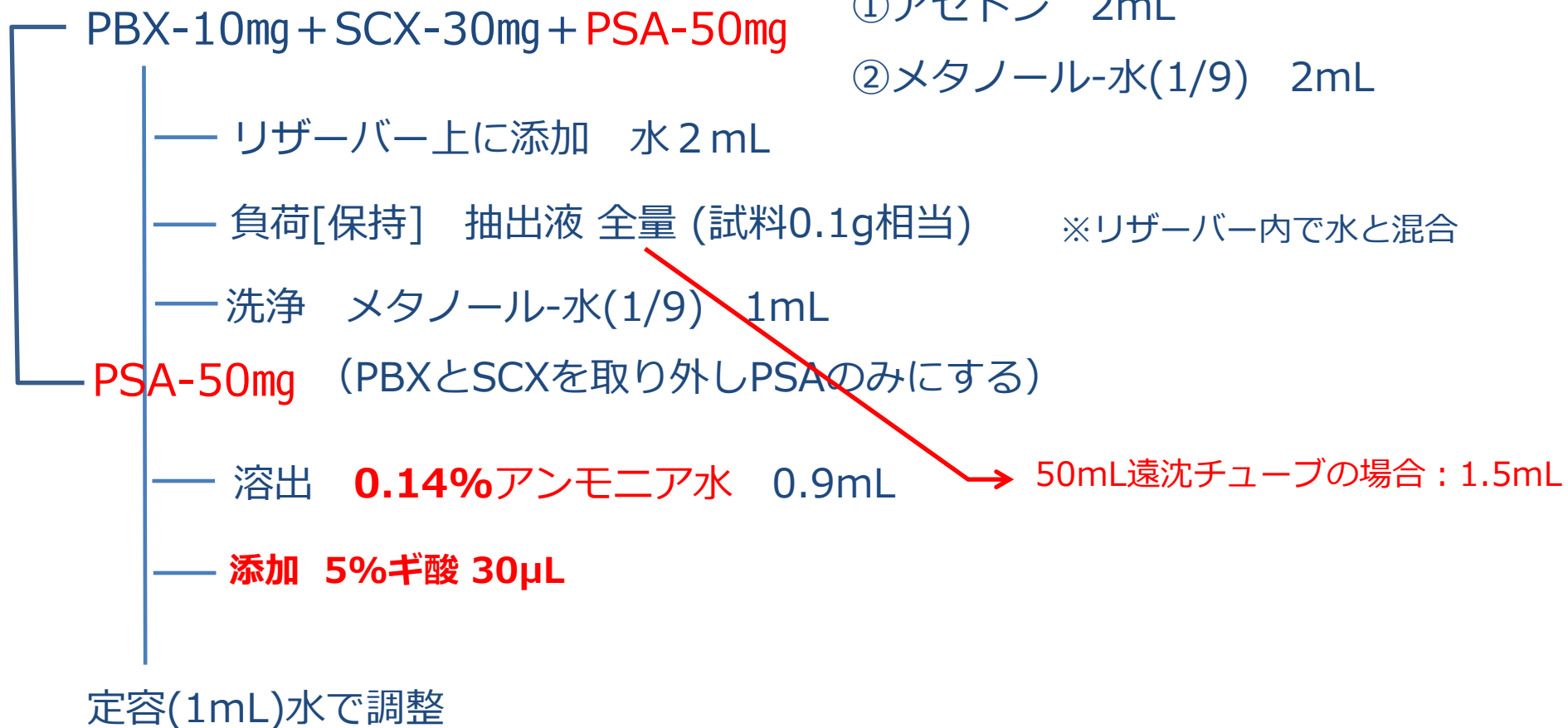
■ 50mL遠沈チューブ (PP) の場合



前処理フロー (検討中)

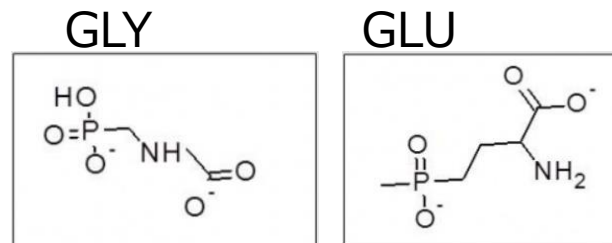
【コンディショニング】

- ①アセトン 2mL
- ②メタノール-水(1/9) 2mL



精製工程

それぞれの固相の機能と役割



GLY・GLU

①PBX-10mg

脂質など低極性夾雑物を吸着して 除去

②SCX-30mg
(陽イオン交換)

陽イオン夾雑物を吸着して 除去

③PSA-50mg
(陰イオン交換)

グリホサート・グリホシネート（リン酸,カルボキシル基： \ominus ）をPSA（アミノ基： \oplus ）で保持

溶出

③PSA-50mg
(陰イオン交換)

塩基性水溶液を通液することで、PSAの官能基（アミノ基）を非解離とし、グリホサートのイオン結合を切り離す

0.14%アンモニア水

GLY・GLU

測定条件 (検討中)

装置 : UHPLC(Nexera X2)及びLCMS-8045 (島津製作所)

分析カラム : TSKgel Super**IC-AP** (4.6mmID×75mm) (4級アミン基)

移動相 : (A) 2mMギ酸アンモニウム-水

(B) 0.2%ギ酸-水

流速 : 0.8mL/min.

注入量 : **2μL**

カラム温度 : 40℃

分析時間 : 17分

グラジエントプログラム :

B.Conc 20%(0.5min)→95%(2-9min)

→5%(10-13min)→20%(14-17min)

MRM:pos

