

PARAQUAT & DIQUAT



Paraquat und Diquat werden als Totalherbizide für Boden- und Wasserpflanzen eingesetzt. Paraquat wurde deshalb auch zur Vernichtung der Marijuana-Ernte in Mexiko verwendet. Aufgrund ihrer hohen Resistenz und polaren Struktur (quartenäres Ammoniumsalz) reichern sich Paraquat & Diquat im Boden und im Wasser an. Da sie eine stark toxische Wirkung auf den Menschen ausüben, ist die genaue Konzentrationsbestimmung daher sehr wichtig.

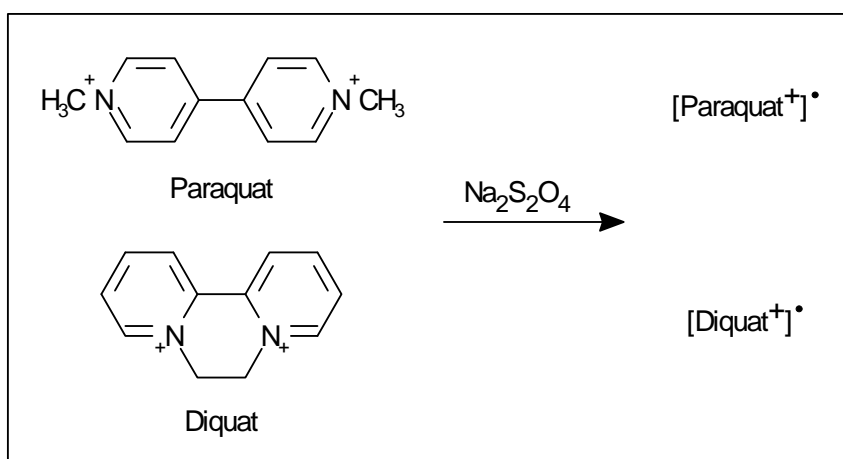
Um Paraquat und Diquat im Spurenbereich nachweisen zu können, wird von PICKERING das einstufige Nachsäulenderivatisierungs-System PINNACLE PCX angeboten.

Pickering bietet für diese Applikation einen Applikations-Kit mit Säule, Vorsäule und Eluenten an.

Der große Vorteil der Pickering-Ionenaustauschersäule liegt in der einfachen Probenvorbereitung.

Methodenbeschreibung

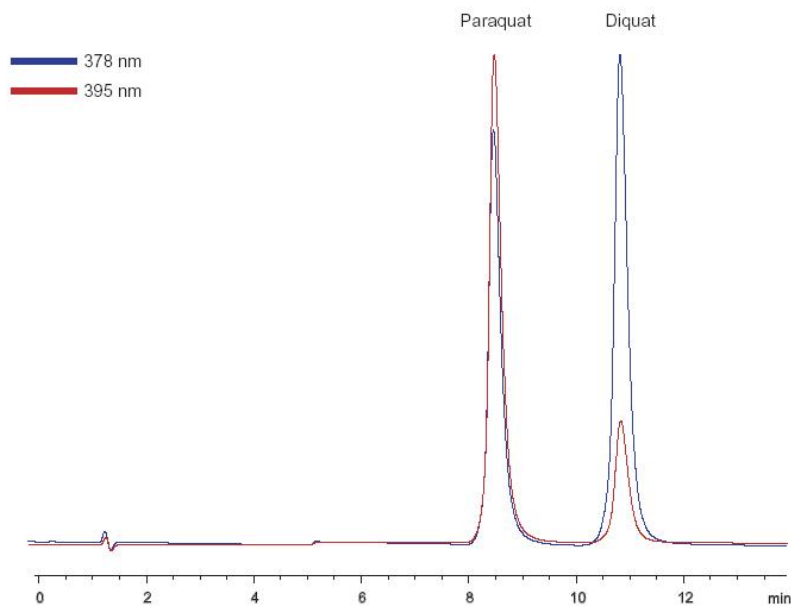
Die Derivatisierung von Paraquat und Diquat erfolgt einstufig durch die Reduktion mit alkalischer Natriumdithionit-Lösung zu stark UV-absorbierenden, farbigen Radikalen.



APPLIKATIONSNOTE

Chromatogramm

Chromatogramm einer dotierten Wasserprobe



HPLC-Bedingungen und Derivatisierungsparameter

HPLC	
Betriebsmodus	Quaternärer Gradient
Eluent	1. Kaliumphosphat/Boratpuffer (0,1 M, pH 6,0) 2. Kaliumhydroxidlösung (0,1 M, pH 13,0) 3. Kaliumchloridlösung (1,0 M, pH 6,0) 4. iso-Propanol
Entgasung	Helium- oder Vakuum-entgast
HPLC-Säule	ALKION™-Säule 4 x 150 mm
Flussrate	0.8 mL/min

APPLIKATIONSNOTE

Nachsäulenderivatisierung	
Pinnacle PCX	Einstufig; 150 µL Reaktor
Säulenofen	40 °C
Reaktorvolumen	150 µL
Reaktortemperatur	RT
Reagenz	0,3 % Natriumdithionit in 0,3 N Natronlauge (w/v)
Reagenzfluss	0.3 mL/min
Detektion	
Messart	UV/VIS-Detektion
Paraquat	395 nm
Diquat	378 nm
Zelle	Analytisch; druckstabil bis mindestens 7 bar

Achtung: Extremer pH-Bereich!

Gilt nur bei Verwendung des Pickering-Kits! Wegen des alkalischen Regeneranten (pH 13) dürfen keine Teile aus Vespel im HPLC-System vorhanden sein, sondern müssen gegen Teile aus pH-inertem Material (Tefzel oder PEEK) ausgetauscht werden. Kontaktieren Sie dazu Ihren LC-Außendienst oder ziehen Sie Ihr Handbuch zu Rate.

Eine inerte Ausführung (Titan, PEEK) der HPLC-Anlage ist nicht notwendig, eine Kolbenhinterspülung der Pumpenköpfe aber empfehlenswert.

Um Korrosion der Anlage und Kontamination der Ionenaustauschersäule mit Metallionen zu vermeiden, empfiehlt es sich vor allem ältere HPLC-Systeme zu passivieren. Kontaktieren Sie dazu Ihren LC-Außendienst oder ziehen Sie Ihr Handbuch zu Rate.

APPLIKATIONSNOTE

Gradientenprogramm

METHODE „Paraquat & Diquat“: ALKION®-Ionenaustauschersäule

Flussrate: 0,8 mL/min; Säulentemperatur: 50°C

Schritt	Zeit [min]	Intervall [min]	K01 [%]	K02 [%]	K03 [%]	i-PrOH [%]	
1	0	-	31,5	53,5	0	15	Injektion
2	10	10	28,0	47,0	10	15	Linearer Gradient
3	15	5	28,0	47,0	10	15	Isokratische Elution
4	15,1	0,1	31,5	53,5	0	15	Sprung
5	15,1	5 - 9	31,5	53,5	0	15	Re-Equilibrierung

Literatur

PICKERING LABORATORIES, *Application Note 106*.

V. A. Simon, *LC GC 1987*, 5, 899 – 903.

Chemikalien und Säulen

Nachsäulenderivatisierungssystem

Bestellnummer	Beschreibung
1153-1012	PINNACLE PCX; einstufig, 150 µL Reaktor

Applikationenkit

Bestellnummer	Beschreibung
0352-0042	Applikationenkit für die Analytik von Paraquat und Diquat, bestehend aus:
9410917	ALKION®, Ionenaustauschersäule, K ⁺ -Form, 4 x 150 mm
9493020	Vorsäule, 3 x 20 mm, für Säule 9410917
1100-0265	Restriktor
1700-1101	Kaliumphosphat/Boratpuffer, 0,1 M, pH 6,0, 4 x 950 mL
1700-1102	Kaliumhydroxidlösung, 0,1 M, 4 x 950 mL
1700-1103	Kaliumchloridlösung, 1,0 M, pH 6,0, 4 x 950 mL

Trennsäule für die Analytik von Paraquat und Diquat

- 1) Speziell für die Analytik von Paraquat und Diquat entwickelt
- 2) Hohe Auflösung und Präzision
- 3) Retentionszeiten unabhängig von Matrixeffekten

Die PICKERING-Säule ALKION® ist eine Kationenaustauschersäule (K⁺-Form), die speziell für die Analytik von Paraquat und Diquat entwickelt wurde.

Die angebotene Vorsäule ist mit dem gleichen Ionenaustauschermaterial gefüllt und wird nach gleichen Kriterien wie die analytische Säule getestet.

Bestellnummer	Beschreibung
9410917	ALKION®, Ionenaustauschersäule K ⁺ -Form, 4 x 150 mm
9493020	Vorsäule, 3 x 20 mm, für Säule 9410917

Kaliumeluenten

- 1) Eluenten für die Elution von Paraquat und Diquat
- 2) Garantiert frei von fluoreszierenden Verunreinigungen
- 3) Vorfiltriert, gebrauchsfertig
- 4) Gleichbleibende Qualität, Flasche für Flasche

Diese Puffer werden für den Gradienten nach der Methode von PICKERING verwendet. Eine Flasche mit 950 mL reicht für über 100 Analysen.

Bestellnummer	Beschreibung
1700-1101	Kaliumphosphat/Boratpuffer, 0,1 M, pH 6,0, 4 x 950 mL
1700-1102	Kaliumhydroxidlösung, 0,1 M, 4 x 950 mL
1700-1103	Kaliumchloridlösung, 1,0 M, pH 6,0, 4 x 950 mL

Restriktor

Da der Eluentenfluss der Paraquat/Diquat-Methode von Pickering sehr niedrig ist, kann vor der Säule ein Restriktor eingebaut werden, um einen höheren Arbeitsdruck zu erreichen.

Bestellnummer	Beschreibung
1100-0265	Restriktor, 300 psi, 0,3 mL/min, 10 cm