

オンラインSPE-GC/MS/MSによる水中農薬分析

(2016.3日本水環境学会発表)



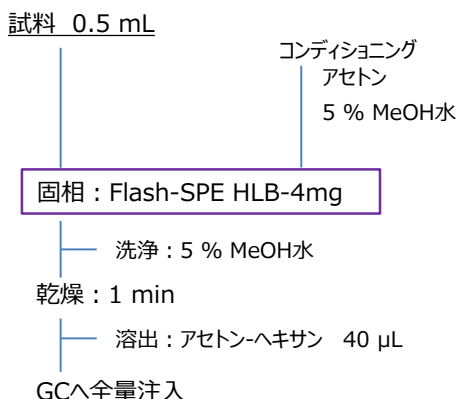
SGI-P100
for SPE-GC system

はじめに

従来の水質農薬分析では大量の試料を固相で濃縮し溶出液の一部をGCへ注入している。そこで演者らは固相に保持した目的成分を溶出しながらGCへ全量注入することで試料量を少量化し前処理から測定までのオンラインを達成した。本研究では本システムを水質農薬分析に適用することを目的として、各工程の最適条件の検討を行ったので報告する。

前処理フロー（全工程自動処理）

SGI-P100 (AiSTI Science)



実験方法

● 農薬標準品

水質農薬分析用混合溶液（関東化学社製）
72(73種), 68(49種), 47(8種)

● スタンダードGC直接注入による分析

混合標準溶液1.25 ng/mL(アセトン-ヘキサン)
を40 μL注入

● 水添加試料のSPE-GC/MS分析

試料 : 超純水
添加濃度 : 1 ng/mL(10 % MeOH水)
分取量 : 0.5 mL 採取
反復数 : 9

測定条件

PTV Injector LVI-S250(AiSTI Science)
Insert Spiral Insert
Injector Temp. 70°C(0.4min)-120°C/min-240°C-50°C/min-300°C(28min)

GC/MSMS Agilent 7890B / Agilent 7000C
Column VF-5ms, 0.25mm X 30m, df;0.25μm
C. Oven Temp. 60°C(4min)-20°C/min-200°C-5°C/min-290°C(2min)-10°C/min-310°C(3min)

Inlet Mode Solvent Vent Mode
Vent 70kPa, 150mL/min, 0.4min
Purge Flow 50ml/min, 4min

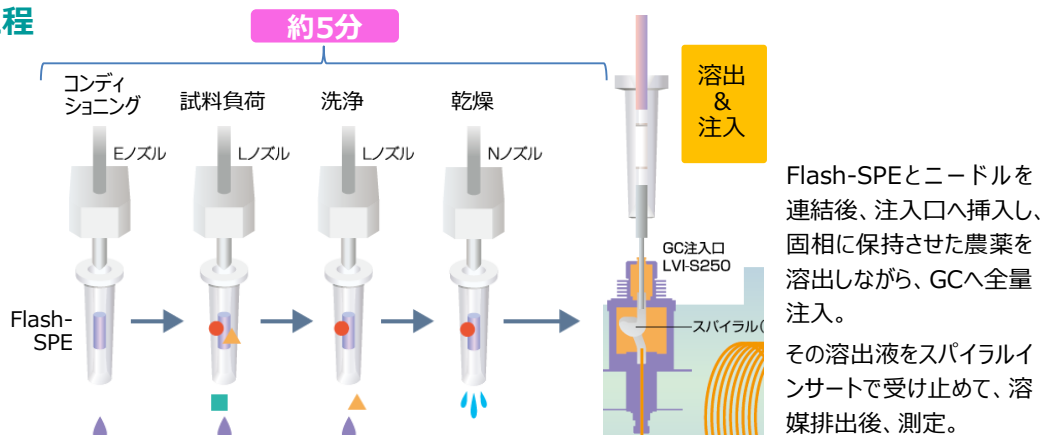
Transferline Temp. 280°C
Ion Source Temp. 280°C
MS Method MRM (Agilent Intelligent MRM)



SGI-P100 — LVI-S250 — Agilent 7890 / 7000C

※製品画像は、アジレント・テクノロジー株式会社の許可を得て掲載しております。また、他への無断転載はかたくお断りします。

工程



Sample



Information

参考文献
第50回日本水環境学会
年會要旨集

「水質農薬分析における
オンラインSPE-GC/MS
システムの開発」

アイスティサイエンス
○佐々野僚一、船倉洋、
内田滋
アジレント・テクノロジー
杉立久仁代、佐久井徳
広、中村貞夫

AiSTI SCIENCE

Product

SGI-P100
固相カートリッジ
Flash-SPE HLB-4
GC大量注入装置
LVI-S250

株式会社アイスティサイエンス
www.aisti.co.jp

お問い合わせ先
TEL. 073-475-0033
E-Mail: as@aisti.co.jp

AiSTI Application Note

化合物名			化合物名				
	回収率(%)	RSD(%)		回収率(%)	RSD(%)		
1	EPN	92	2.9	65	トリフルミゾール	95	10.2
2	EPNオキソン	97	3.9	66	トリフルラリン	80	5.6
3	アセタミプリド	99	11.8	67	トルクロホスメチル	90	1.8
4	アトラジン	94	3.3	68	トルクロホスメチルオキソン	105	3.5
5	アニコホス	124	4.3	69	ナプロバミド	105	3.1
6	アメトリン	94	5.9	70	バクロプトラゾール	90	2.8
7	アラクロー	97	1.9	71	ピフェノックス	104	9.7
8	イソキサチオン	137	4.9	72	ピベロホス	106	2.1
9	イソキサチオンオキソン	164	5.9	73	ピラクロホス	120	4.1
10	イソフェンホス	90	2.9	74	ピラゾキシフェン	95	6.4
11	イソフェンホスオキソン	116	3.0	75	ピリダフェンチオン	113	2.0
12	イソプロカルブ	94	3.2	76	ピリプチカルブ	84	2.5
13	イソプロチオラン	100	3.4	77	ピリプロキシフェン	87	2.1
14	イブロジオン	75	18.5	78	ピリミノバックメチル (E)	100	1.9
15	イブロベンホス	100	4.0	79	ピリミノバックメチル (Z)	100	1.9
16	インダノファン	117	6.3	80	ピリミホスメチル	89	3.3
17	ウニコナゾール p	95	2.3	81	ピロキロン	94	3.2
18	エスプロカルブ	90	2.2	82	フェニトロチオン	99	4.1
19	エディフェンホス	105	4.8	83	フェニトロチオンオキソン	109	10.1
20	エトフェンプロックス	56	3.2	84	フェノブカルブ	97	3.0
21	エトベンザニド	111	3.4	85	フェンチオン	79	4.4
22	エトリジアゾール	112	3.5	86	フェンチオンオキソン	88	5.8
23	エンドスルファンサルフェート	98	2.6	87	フェンチオンオキソンスルホキシド	109	20.5
24	オリサストロビン	111	2.3	88	フェンチオンオキソンスルホン	119	13.2
25	カズサホス	96	3.6	89	フェンチオンスルホキシド	127	4.7
26	カフェンストール	90	3.9	90	フェンチオンスルホン	112	3.6
27	キノクラミン	95	5.8	91	フェントエート	88	4.3
28	クミロン	159	12.8	92	フサライド	86	6.4
29	クロルタルジメチル	91	1.9	93	ブタクロー	94	4.6
30	クロルピリホス	82	5.2	94	ブタミホス	90	4.1
31	クロルピリホスオキソン	123	10.1	95	ブタミホスオキソン	110	4.2
32	クロルピリホスメチル	92	2.8	96	ブプロフェジン	91	4.3
33	クロロニトロフェン	80	4.0	97	フラメピル	102	2.5
34	クロロネブ	88	3.5	98	フルトラニル	105	2.4
35	シアナジン	99	7.6	99	プレチラクロー	95	3.7
36	シアノホス	100	3.0	100	プロシミドン	92	4.9
37	ジクロフェンチオン	75	3.1	101	プロバニル	110	2.5
38	ジクロベニル	86	2.9	102	プロバホス	71	4.3
39	ジクロルボス	81	4.6	103	プロピコナゾール I	92	3.2
40	ジチオビル	93	3.5	104	プロピコナゾール II	109	2.8
41	シハロホップチル	96	2.6	105	プロピザミド	94	2.8
42	ジフェノコナゾール I II	87	3.4	106	プロボクスル	96	3.0
43	シプロコナゾール	87	3.9	107	プロマシル	97	3.3
44	シプロロジニル	92	3.3	108	プロメトリン	92	4.8
45	シマジン	94	3.8	109	プロモブチド	98	5.4
46	シメコナゾール	97	4.8	110	ペンシクロン	92	3.4
47	ジメタメトリン	93	3.3	111	ペンディメタリン	76	4.3
48	ジメチルピンホス (E)	105	4.2	112	ペンフルラリン	75	4.7
49	ジメチルピンホス (Z)	110	5.4	113	ペンフレセート	94	4.9
50	ジメトエート	77	7.1	114	ホザロン	103	5.4
51	シメトリン	97	4.1	115	ボスカリド	97	2.3
52	ジメピベレート	95	3.6	116	ホスチアゼート I II	116	7.4
53	シンメチリン	110	10.1	117	マラオキソン	110	8.9
54	ダイアジノン	98	4.2	118	マラチオン	100	3.1
55	ダイアジノン オキソン	108	3.8	119	メタラキシル	94	3.3
56	チアクロプリド	91	9.2	120	メチダチオン	104	2.6
57	チアメトキサム	61	9.4	121	メミノストロビン (E)	100	1.9
58	チオベンカルブ	97	5.8	122	メミノストロビン (Z)	100	1.9
59	チフルザミド	92	2.0	123	メトラクロー	96	3.2
60	テトラクロルピンホス	111	5.4	124	メトリブジン	87	4.1
61	テトラコナゾール	96	7.1	125	メフェナセツト	110	2.4
62	テニルクロー	106	1.9	126	メプロニル	99	3.6
63	テブコナゾール	92	3.6	127	モリネート	88	2.1
64	テルブカルブ	97	1.9				

* 絶対検量線を使用 (内標による補正は行っておりません)