



SGI-P100
for SPE-GC system

オンラインSPE-GC/MSMSによる水質農薬分析(2)

はじめに

水質農薬分析における固相抽出操作について、従来は手作業にて、固相コンディショニング～検水負荷～固相洗浄～脱水乾燥～溶出～測定バイアルに入れ替えの後、GC-MS測定を行っている。新たに開発したオンライン固相抽出-GC/MSシステムを用いることで、自動固相抽出装置からの溶出液をGCに直接注入し、全行程の自動化を実現した。今回は、実サンプル（河川水）を用いて当該システムの評価を行ったので報告する。

実験方法

農薬

- 林純薬69種混合標準溶液 990-56008
- 林純薬48種混合標準溶液 990-56192
- 関東化学 プロチオホス, クロロトロフェンアミノ体

●内標

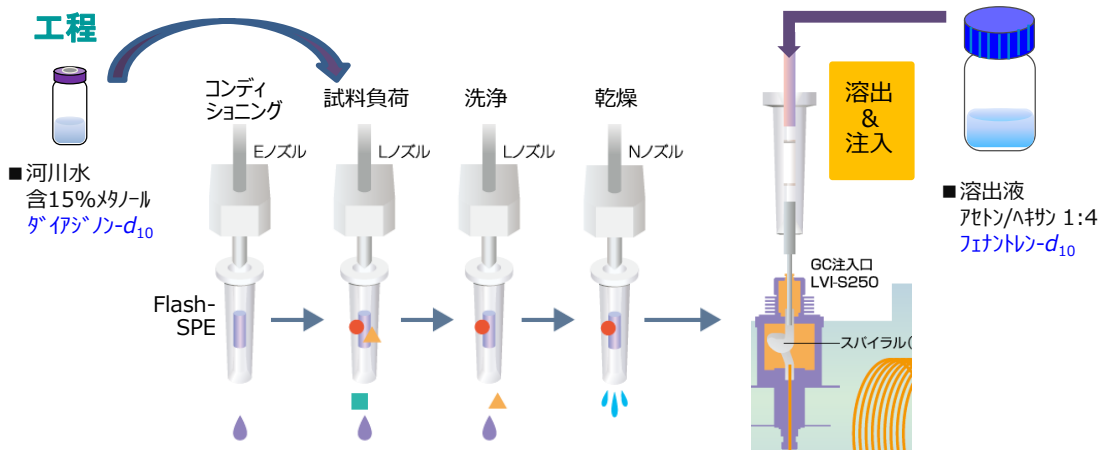
- ・ダイアジノン- d_{10} , フェナントレン- d_{10}
- 河川水添加回収試験
- ・試料：紀ノ川（SSを除去したもの）
添加 0.01 μ g/L(15%MeOH)
- ・0.5 mL 採取, n=5



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

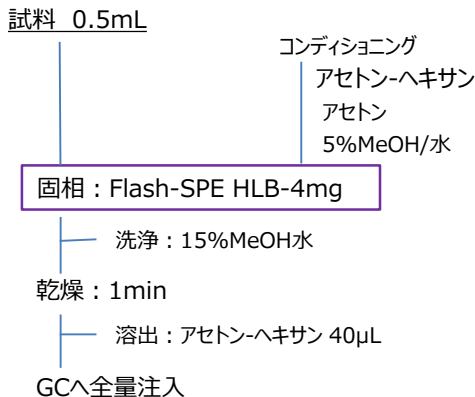
“製品画像は、アジレント・テクノロジー株式会社の許可を得て掲載しております。また、他への無断転載はかたくお断りします。”

工程



前処理フロー

SGI-P100 (AiSTI Science)



測定条件

PTV Injector Insert Injector Temp.	LVI-S250(AiSTI Science) Spiral Insert 70°C(0.4min)-120°C/min-240°C- 50°C/min-290°C(28min)
GC/MSMS Column C. Oven Temp.	Agilent 7890B / Agilent 7000C VF-5ms, 0.25mm X 30m, df:0.25 μ m 60°C(4min)-20°C/min-200°C-5°C/min- 290°C-10°C/min-310°C(3min)
Inlet Mode Vent Purge Flow	Solvent Vent Mode 70kPa, 150mL/min, 0.4min 50ml/min, 4min
Transferline Temp. Ion Source Temp. MS Method	280°C 280°C MRM

Sample



Information

参考文献
第50回日本水環境学会 年会
要旨集

「水質農薬分析における
オンラインSPE-GC/MS
システムの評価」

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
アイスティサイエンス
佐々野僚一、船倉洋、
内田滋

AiSTI SCIENCE

Product

SPE-GCインターフェース
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

表. 河川水の添加回収試験および再現性の結果

添加濃度：0.01 μ g/L

No.	農薬成分名	決定係数 (r ²)	平均回収 率(%)	RSD(%)	No.	農薬成分名	決定係数 (r ²)	平均回収 率(%)	RSD(%)
1	ジクロロホス	0.9998	106	7.0	68	イソフェンホス	0.9997	108	1.7
2	ジクロロベニル	0.9999	107	1.9	69	フェントエート	0.9994	111	4.1
3	エトリジアゾール	0.9999	126	3.4	70	トリフルミゾール	0.9994	77	14.1
4	トリクロロホン	0.9960	118	31.4	71	プロシミドン	0.9998	108	6.1
5	クロロネブ	1.0000	105	3.2	72	ブタミホスオキソン	0.9973	112	2.5
6	イソプロカルブ	1.0000	98	3.4	73	ジメビベレート	0.9996	110	3.7
7	モリネート	1.0000	107	7.3	74	キャブタン	0.0227	-	-
8	フェノプロカルブ	0.9999	106	3.0	75	プロバホス	0.9992	113	4.7
9	プロボクスル	0.9999	92	4.3	76	メチダチオン	0.9991	114	3.5
10	トリフルラリン	0.9994	110	11.5	77	ブタクロール	0.9996	112	5.3
11	ベンゾルラリン	0.9990	99	10.5	78	テトラクロロリンホス	0.9992	112	2.3
12	カズサホス	0.9999	113	3.0	79	パクロプロトラゾール	0.9997	94	5.0
13	ベンシクロン	0.9999	103	2.1	80	ブタミホス	0.9987	118	1.4
14	ジメトエート	0.9998	102	4.0	81	フルトラニル	0.9993	113	3.7
15	シマジン	0.9999	118	7.1	82	ナプロパミド	0.9995	108	9.0
16	ダイアジノン オキソン	0.9997	108	3.8	83	プロチオホス	0.9996	91	7.1
17	アトラジン	0.9999	114	4.1	84	ブレチラクロール	0.9995	92	6.8
18	ダイアジノン	0.9999	107	11.9	85	メトミノストロピン (E)	0.9994	131	4.0
19	シアノホス	0.9998	97	2.8	86	イソキサチオンオキソン	0.9903	121	10.8
20	プロピザミド	0.9999	125	3.5	87	イソプロチオラン	0.9997	114	3.9
21	ピロキロン	0.9999	115	15.0	88	チフルザミド	0.9992	139	6.5
22	ジスルホトン	0.9998	110	12.5	89	ウニコナゾール p	0.9998	98	4.9
23	クロロタロニル	0.9987	74	4.4	90	フェンチオンオキシンスルホキシド	0.9959	108	12.7
24	イプロベンホス	0.9999	107	2.0	91	ブプロフェジン	0.9999	120	11.7
25	トルクロホスメチルオキソン	0.9996	106	2.1	92	フェンチオンオキシンスルホン	0.9942	133	13.8
26	ジクロフェンチオン	0.9999	111	2.4	93	クロロニトロフェンアミノ体	0.9874	-	-
27	テルブカルブ	0.9999	111	5.1	94	イソキサチオン	0.9981	118	3.7
28	ベンプレセート	0.9999	107	4.6	95	シプロコナゾール	0.9998	89	2.8
29	フェントロチオンオキソン	0.9969	94	9.0	96	ピリミノバックメチル (Z)	0.9999	101	5.5
30	プロモブチド	0.9998	121	14.4	97	フェンチオンスルホキシド	0.9987	97	5.0
31	マラオキジン	0.9983	88	4.3	98	フェンチオンスルホン	0.9989	108	4.0
32	プロパニル	0.9997	106	6.6	93*	クロロニトロフェンアミノ体イミン	0.9989	-	-
33	クロロピリホスメチル	0.9998	109	8.1	99	メプロニル	0.9993	108	3.1
34	メトリブジン	0.9997	118	7.4	100	クロロニトロフェン	0.9998	90	5.5
35	シメコナゾール	0.9997	96	9.3	101	プロピコナゾール I	0.9998	104	3.6
36	アラクロール	0.9999	101	9.4	102	エディフェンホス	0.9980	97	5.1
37	トルクロホスメチル	0.9998	109	4.8	103	ピリミノバックメチル (E)	0.9996	104	2.4
38	シメトリン	0.9992	145	10.0	104	プロピコナゾール II	0.9999	106	1.8
39	メタラキシル	0.9999	108	3.5	105	エンスルファンサルフェート	0.9998	108	3.8
40	アメトリン	0.9997	126	12.4	106	EPNオキソン	0.9962	106	4.5
41	ジメチリン	0.9980	91	35.9	107	テニルクロール	0.9999	102	4.7
42	ジチオピル	0.9998	102	5.1	108	テブコナゾール	0.9998	90	2.5
43	プロメトリン	0.9998	126	9.5	109	ピリブチカルブ	0.9996	96	0.9
44	フェンチオンオキソン	0.9993	112	3.1	110	ピリダフェンチオン	0.9982	105	3.1
45	ピリミホスメチル	0.9999	112	4.4	111	イブプロジオン	0.9994	110	5.3
46	フェントロチオン	0.9992	111	8.6	112	アセタミプリド	0.9978	97	25.6
47	ジメチルビンホス (E)	0.9990	106	8.3	113	ピベロホス	0.9986	108	4.8
48	マラチオン	0.9996	117	5.1	114	EPN	0.9988	96	0.9
49	エスプロカルブ	0.9998	118	6.0	115	クミルロン	0.9980	129	14.5
50	クロロピリホスオキソン	0.9935	128	12.8	116	オリサストロピン	0.9986	119	0.7
51	プロマシル	0.9995	132	11.2	117	アニコホス	0.9979	119	2.8
52	メトラクロール	0.9998	110	4.7	118	インダノファン	0.9997	101	14.4
53	クロロピリホス	0.9998	104	8.8	119	ピフェノックス	0.9987	104	14.8
54	チオベンカルブ	0.9998	128	9.7	120	フラメトピル	0.9996	124	2.5
55	ジメチルビンホス (Z)	0.9995	113	5.0	121	ホザロン	0.9986	109	5.2
56	フェンチオン	0.9995	104	3.4	122	ピリプロキシフェン	0.9999	86	3.2
57	キノクラミン	0.9989	104	10.4	123	シハロホップブチル	0.9998	96	2.1
58	クロルタルジメチル	0.9997	119	4.8	124	メフェナセット	0.9992	101	1.3
59	イソフェンホスオキソン	0.9988	112	2.2	125	ピラクロホス	0.9978	119	2.5
60	シアナジン	0.9990	124	7.9	126	エトベンザニド	0.9992	99	3.7
61	テトラコナゾール	0.9998	76	13.3	127	カフェンストロール	0.9974	118	4.5
62	フサライド	0.9998	88	9.3	128	ボスカリド	0.9997	101	1.2
63	ホスチアゼート II	0.9993	114	4.9	129	エトフェンブロックス	0.9989	108	6.7
64	ペンディメタリン	0.9985	101	6.5	130	チアクロプリド	0.9971	84	25.1
65	チアメトキサム	0.9994	98	20.8	131	ジフェノコナゾール II	0.9997	91	2.6
66	シプロジニル	0.9998	125	4.9	132	ピラゾキシフェン	0.9989	89	24.4
67	ジメタメトリン	0.9998	129	1.6					

* 精製水に標準溶液を添加し、オンラインSPE-GC/MS/MSにより検量線を作成しました。
濃度は0.01~1 μ g/Lの7点です。(内標による補正は行っておりません)

* クロロニトロフェンアミノ体イミンとはクロロニトロフェンアミノ体とアセトンによる反応生成物です。

* 本実験はアジレント・テクノロジー株式会社との共同によるものです。