



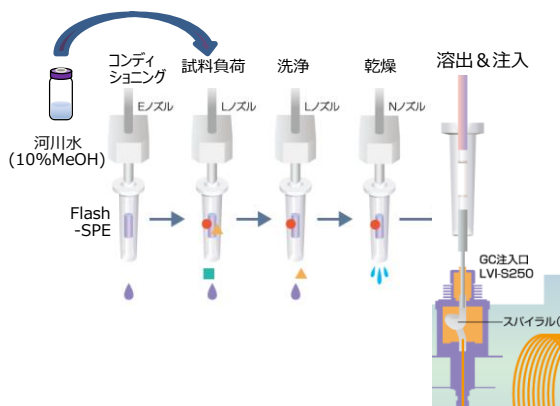
SGI-P100
for SPE-GC system

オンラインSPE-GC/MSによる水中農薬分析

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。オンライン固相抽出-GC/MSシステム(SGI-P100)では、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。

工程



実験方法

- 試料 : 精製水および河川水
10%メタノールに調製
- 添加濃度 : 0.01ppb (0.01ng/mL)
- 反復数 : n = 5
- 検量線 : 1点, 絶対検量線
- GC注入スタンダード
0.2ppb/アセトン-ヘキサン 25μL (PEG300 : 500ng含有) を GC/MSMSに注入して測定する。
 - 精製水添加スタンダード
農薬を添加した0.01ppb精製水をスタンダードとし、SPE-GC/MSで測定する。

前処理フロー

オンライン自動固相抽出-GC注入装置 SGI-P100 (アイスティサイエンス)

試料 0.5 mL

固相: Flash-SPE C18/BEP

コンディショニング
アセトン/ヘキサン=1/3
アセトン
超純水

洗浄: 超純水

乾燥: 90秒

溶出・注入 アセトン/ヘキサン=1/3 40μL
(含有 PEG300:500ng)

GC/MS/MS分析



SGI-P100+LVI-S250 (アイスティサイエンス)
TQ8040NX (島津製作所)

測定条件

[注入口昇温条件]

注入口装置:
昇温プログラム: 70°C(0.50 min)-120°C/min
-240°C-50°C/min-290°C
(32 min) [total 35 min]

[GC/MS条件]

測定装置: GCMS TQ8040NX (島津製作所)

カラム: VF-5ms [30 m × 0.25 mm
(0.25 μm)]

カラム流量: 1.00 mL/min

昇温プログラム: 60°C(4 min)-20°C/min
-180°C-5°C/min-300°C
-20°C/min-320°C(5 min)
[total 40 min]

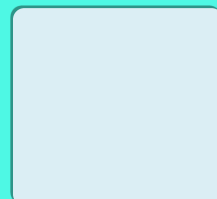
検出器温度: 260°C

測定モード: MRM

Sample



Information



AiSTI SCIENCE

Product

SPE-GCインターフェイス
SGI-P100

固相カートリッジ
Flash-SPE BEP

GC大量注入口装置
LVI-S250

株式会社アイスティサイエンス

〒640-8390
和歌山市有本18-3
TEL. 073-475-0033
FAX. 073-497-5011

www.aisti.co.jp

表1 オンラインSPE-GC/MSMSシステムによる精製水および河川水の添加回収試験の結果 (単位: %)

No.	化合物名	精製水		河川水			No.	化合物名	精製水		河川水		
		0.01 ppb		0.01 ppb					0.01 ppb		0.01 ppb		
		RSD.	回収率	RSD.	回収率	回収率*			RSD.	回収率	RSD.	回収率	回収率*
	n=5	GC注入 STD	n=5	GC注入 STD	精製水 添加STD		n=5	GC注入 STD	n=5	GC注入 STD	精製水 添加STD		
1	アセタミフ [®] リト [®]	12	63	8	66	105	56	ル [®] クロ [®] トラ [®] ソ [®] ール	4	82	11	75	91
2	アト [®] ラ [®] ソ [®] ン	3	(198)*	9	92	107	57	ビ [®] ル [®] ホ [®] ス	3	82	4	82	100
3	ア [®] ニ [®] ホ [®] ス	6	66	7	66	100	58	ビ [®] ラ [®] ク [®] ホ [®] ス	4	83	6	74	89
4	イ [®] キ [®] サ [®] チ [®] オ [®] ン	8	85	4	74	87	59	ビ [®] リ [®] ア [®] フ [®] エ [®] ン [®] チ [®] オ [®] ン	9	44	7	84	192
5	イ [®] キ [®] サ [®] チ [®] オ [®] ン [®] キ [®] リ [®] ン	18	124	23	101	82	60	ビ [®] リ [®] ア [®] フ [®] チ [®] カル [®] ア [®]	4	72	5	62	85
6	イ [®] ソ [®] フ [®] エ [®] ン [®] ホ [®] ス	3	91	6	89	98	61	ビ [®] リ [®] ミ [®] ホ [®] ス [®] メ [®] チ [®] ル	10	79	6	71	90
7	イ [®] ソ [®] フ [®] エ [®] ン [®] ホ [®] ス [®] キ [®] リ [®] ン	4	95	6	97	102	62	フ [®] エ [®] ニ [®] ロ [®] チ [®] オ [®] ン (MEP)	12	88	6	111	125
8	イ [®] ソ [®] フ [®] ロ [®] カル [®] ア [®] (MIPC)	1	95	8	90	94	63	フ [®] エ [®] ニ [®] ロ [®] チ [®] オ [®] ン [®] キ [®] リ [®] ン	7	87	6	93	106
9	イ [®] ソ [®] フ [®] ロ [®] チ [®] オ [®] ン (IPT)	8	78	9	87	112	64	フ [®] エ [®] ノ [®] ア [®] カル [®] ア [®] (BPMC)	4	89	5	84	101
10	イ [®] ソ [®] フ [®] ロ [®] ハ [®] ン [®] ホ [®] ス (IBP)	2	89	4	87	98	65	フ [®] エ [®] ン [®] チ [®] オ [®] ン (MPP)	7	71	6	70	98
11	イ [®] ン [®] ダ [®] ノ [®] フ [®] ア [®] ン	6	85	8	88	104	66	フ [®] エ [®] ニ [®] ト [®] (PAP)	10	87	3	87	120
12	ウ [®] ニ [®] コ [®] ナ [®] リ [®] ー [®] ル [®] -P	13	70	12	73	105	67	ブ [®] ア [®] ク [®] ロ [®] ール	4	87	6	81	93
13	エ [®] ス [®] ロ [®] カル [®] ア [®]	2	84	5	73	87	68	ブ [®] ア [®] ミ [®] ホ [®] ス	10	68	9	77	113
14	エ [®] ド [®] イ [®] フ [®] エ [®] ン [®] ホ [®] ス (EDDP)	5	92	6	85	93	69	ブ [®] ア [®] ミ [®] ホ [®] ス [®] キ [®] リ [®] ン	6	71	5	76	107
15	エ [®] ト [®] ハ [®] ン [®] サ [®] ニ [®] ト [®]	2	81	2	80	99	70	ブ [®] ア [®] フ [®] ロ [®] フ [®] エ [®] ジ [®] ン	3	77	14	86	111
16	エ [®] ト [®] リ [®] ジ [®] ア [®] ジ [®] ー [®] ル	6	84	10	76	90	71	フ [®] ラ [®] メ [®] ト [®] ピ [®] ル	4	87	3	92	106
17	エ [®] ン [®] ト [®] ス [®] ル [®] フ [®] エ [®] ト	11	131	9	144	111	72	フ [®] ル [®] ト [®] ラ [®] コ [®] ール	4	92	4	92	109
18	オ [®] リ [®] サ [®] ス [®] ト [®] ロ [®] ビ [®] ン	6	86	5	94	109	73	ブ [®] レ [®] チ [®] ラ [®] ク [®] ロ [®] ール	11	92	12	98	107
19	カ [®] ス [®] サ [®] ホ [®] ス	4	97	8	91	94	74	ブ [®] ロ [®] シ [®] ミ [®] ト [®] ン	5	87	7	78	89
20	カ [®] フ [®] エ [®] ン [®] ス [®] ト [®] ロ [®] ール	3	125	8	105	84	75	ブ [®] ロ [®] ハ [®] ニ [®] ル (DCPA)	5	105	10	103	98
21	ク [®] ロ [®] ル [®] タ [®] ル [®] ジ [®] メ [®] チ [®] ル (TCTP)	4	90	5	77	86	76	ブ [®] ロ [®] ハ [®] ホ [®] ス	6	79	6	77	97
22	ク [®] ロ [®] ル [®] ビ [®] リ [®] ホ [®] ス	6	73	10	72	99	77	ブ [®] ロ [®] ビ [®] コ [®] ナ [®] リ [®] ー [®] ル [®] -1	12	73	9	77	105
23	ク [®] ロ [®] ル [®] ビ [®] リ [®] ホ [®] ス [®] キ [®] リ [®] ン	6	77	19	67	86	78	ブ [®] ロ [®] ビ [®] コ [®] ナ [®] リ [®] ー [®] ル [®] -2	8	84	9	79	94
24	ク [®] ロ [®] ル [®] ビ [®] リ [®] ホ [®] ス [®] メ [®] チ [®] ル	10	86	11	75	87	79	ブ [®] ロ [®] ビ [®] サ [®] ミ [®] ト [®]	4	97	7	99	102
25	ク [®] ロ [®] ホ [®] ネ [®] ア [®]	8	90	10	79	88	80	ブ [®] ロ [®] ホ [®] キ [®] ス [®] ル (PHC)	4	112	5	101	90
26	シ [®] ア [®] ナ [®] ジ [®] ン	13	106	14	110	103	81	ブ [®] ロ [®] マ [®] シ [®] ル	7	110	17	89	91
27	シ [®] ア [®] ノ [®] ホ [®] ス (CYAP)	3	95	1	93	97	82	ブ [®] ロ [®] メ [®] ト [®] リ [®] ン	5	82	7	86	105
28	ジ [®] ン [®] ク [®] ロ [®] ハ [®] ニ [®] ル (DBN)	5	95	7	85	95	83	ブ [®] ロ [®] モ [®] フ [®] チ [®] ト [®]	14	83	12	90	109
29	ジ [®] ン [®] ク [®] ロ [®] ホ [®] ス (DDVP)	7	80	6	72	90	84	ホ [®] サ [®] ロ [®] ン	2	105	2	102	97
30	ジ [®] ン [®] チ [®] ロ [®] ビ [®] ル	8	80	6	70	88	85	ホ [®] ス [®] カ [®] リ [®] ト [®]	2	89	3	90	107
31	ジ [®] ン [®] ハ [®] ロ [®] ホ [®] フ [®] ア [®] チ [®] ル	3	72	3	65	91	86	マ [®] ラ [®] オ [®] キ [®] リ [®] ン	4	112	13	96	86
32	ジ [®] ン [®] フ [®] エ [®] ノ [®] ア [®] ジ [®] ー [®] ル [®] -1	5	71	12	73	103	87	マ [®] ラ [®] ソ [®] ン (マ [®] ラ [®] チ [®] オ [®] ン)	5	96	4	91	94
33	ジ [®] ン [®] フ [®] エ [®] ノ [®] ア [®] ジ [®] ー [®] ル [®] -2	9	79	11	81	103	88	メ [®] ラ [®] キ [®] シ [®] ル	11	104	16	120	115
34	ジ [®] ン [®] フ [®] ロ [®] コ [®] ナ [®] リ [®] ー [®] ル	5	84	6	86	102	89	メ [®] チ [®] タ [®] チ [®] オ [®] ン (DMTP)	4	99	7	97	117
35	ジ [®] ン [®] フ [®] ロ [®] シ [®] ニ [®] ル	6	80	8	82	102	90	メ [®] チ [®] ル [®] タ [®] イ [®] ム [®] ロ [®] ン	10	127	7	105	87
36	ジ [®] ン [®] マ [®] ジ [®] ン (CAT)	4	92	6	93	101	91	メ [®] ト [®] ラ [®] ク [®] ロ [®] ール	2	95	3	95	101
37	ジ [®] ン [®] メ [®] コ [®] ナ [®] リ [®] ー [®] ル	9	102	10	89	87	92	メ [®] ト [®] リ [®] ア [®] ジ [®] ン	8	102	4	94	92
38	ジ [®] ン [®] メ [®] タ [®] メ [®] ト [®] リ [®] ン	6	90	3	96	107	93	メ [®] フ [®] エ [®] ナ [®] セ [®] ツ [®] ト	4	85	5	84	99
39	ジ [®] ン [®] メ [®] ト [®] エ [®] イ [®] ト	22	95	22	72	75	94	メ [®] フ [®] ロ [®] ニ [®] ル	2	89	8	127	142
40	ジ [®] ン [®] メ [®] ト [®] リ [®] ン	3	70	14	76	114	95	(E)-ジ [®] ン [®] メ [®] チ [®] ル [®] ビ [®] ン [®] ホ [®] ス	4	93	10	94	100
41	ジ [®] ン [®] メ [®] ト [®] ハ [®] レ [®] ト	3	87	5	79	91	96	(E)-ビ [®] リ [®] ミ [®] ノ [®] リ [®] バ [®] ツ [®] ク [®] メ [®] チ [®] ル	6	90	6	93	103
42	ジ [®] ン [®] メ [®] チ [®] リ [®] ン	10	117	20	104	89	97	(E)-メ [®] ト [®] ミ [®] ノ [®] ス [®] ト [®] ロ [®] ビ [®] ン	2	89	7	89	108
43	タ [®] イ [®] ア [®] ジ [®] ン	14	101	10	96	95	98	(Z)-ジ [®] ン [®] メ [®] チ [®] ル [®] ビ [®] ン [®] ホ [®] ス	8	103	11	103	99
44	タ [®] イ [®] ア [®] ジ [®] ン [®] ノ [®] キ [®] リ [®] ン	3	87	7	88	102	99	(Z)-ビ [®] リ [®] ミ [®] ノ [®] リ [®] バ [®] ツ [®] ク [®] メ [®] チ [®] ル	9	99	3	99	99
45	チ [®] オ [®] ハ [®] ン [®] カル [®] ア [®]	10	91	10	82	91	100	EPNオ [®] キ [®] リ [®] ン	4	45	10	87	194
46	チ [®] ロ [®] ル [®] サ [®] ミ [®] ト [®]	8	92	10	88	104	101	MPPオ [®] キ [®] リ [®] ン	6	87	8	87	100
47	テ [®] ト [®] ラ [®] ク [®] ロ [®] ビ [®] ン [®] ホ [®] ス (CVMP)	5	88	3	87	99	102	MPPオ [®] キ [®] リ [®] ン [®] ス [®] ル [®] ホ [®] キ [®] シ [®] ト [®]	7	223	15	191	85
48	テ [®] ト [®] ラ [®] コ [®] ナ [®] リ [®] ー [®] ル	6	87	8	103	118	103	MPPオ [®] キ [®] リ [®] ン [®] ス [®] ル [®] ホ [®] ン	26	142	10	183	129
49	テ [®] ニ [®] ル [®] ク [®] ロ [®] ール	8	93	3	96	104	104	MPPス [®] ル [®] ホ [®] キ [®] シ [®] ト [®]	8	120	12	106	88
50	テ [®] ノ [®] コ [®] ナ [®] リ [®] ー [®] ル	3	79	3	95	135	105	MPPス [®] ル [®] ホ [®] ン	6	145	9	154	106
51	ト [®] ル [®] フ [®] カル [®] ア [®] (MBPMC)	3	93	7	93	106							
52	ト [®] リ [®] ル [®] ミ [®] ゾ [®] ー [®] ル	13	73	6	82	112							
53	ト [®] ル [®] ク [®] ロ [®] ホ [®] ス [®] メ [®] チ [®] ル	9	88	7	76	86							
54	ト [®] ル [®] ク [®] ロ [®] ホ [®] ス [®] メ [®] チ [®] ル [®] キ [®] リ [®] ン	3	98	6	98	100							
55	ナ [®] フ [®] ロ [®] ハ [®] ニ [®] ト [®]	11	114	17	149	131							

※ 装置の再現性を正確に評価するため、内標による補正は行っていません。

※ RSD.:得られたピーク面積値 (n=5)のRSD

※回収率/GC注入STD: GCに直接注入したSTDによる回収率、

※回収率*/精製水添加STD: 精製水に農薬を添加し、SPE-GCMSにより得られたSTDによる回収率