



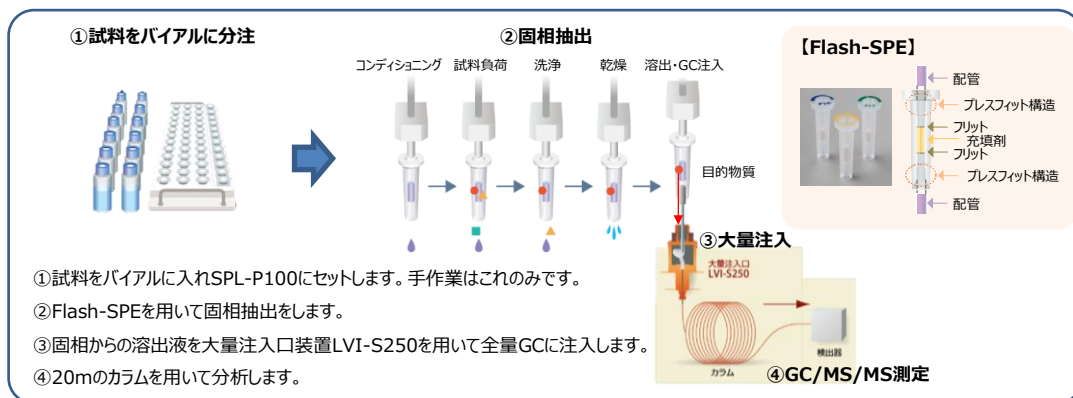
SPL-P100
for SPE-GC system

オンラインSPE-FastGC/MS/MSシステムを用いた 水中農薬の迅速分析法

はじめに

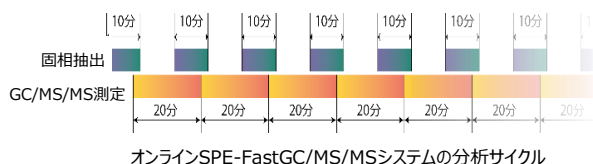
オンラインSPE-GC「SPL-P100」は固相抽出からGC/MS/MS測定までをオンラインで自動化したシステムです。今回はこのシステムに20mカラムを用いたFastGCによる高速分離測定を組み合わせ、全自動かつ迅速な水中農薬分析システムの構築を検討しました。本アプリケーションではこのシステムを用いて河川水における添加回収試験の結果を紹介します。

オンラインSPE-FastGC/MS/MSシステムの概要



精製と測定を効率的に処理できるシステム

SPE-GCシステムは、前処理とGC/MS/MS測定をオーバーラップさせることで効率的に処理サイクルを回すことが可能です。今回はFastGCにより、前処理、測定あわせて1検体の処理時間を20分以内に収めることができました。

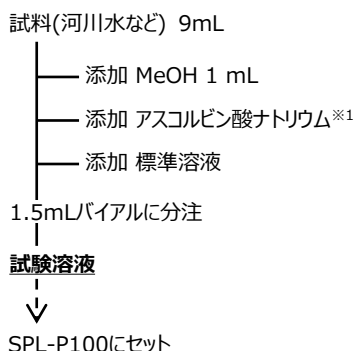


実験方法

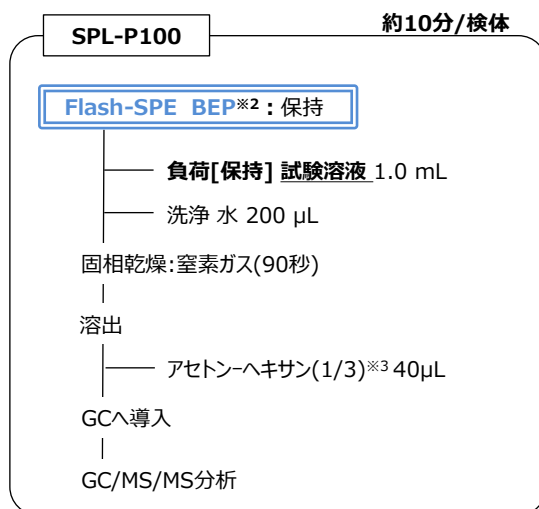
- 標準溶液 (いずれも富士フィルム和光純薬製)
 - ・66種農薬混合標準液 水質-1-2
 - ・15種農薬混合標準液 水質-2
 - ・48種農薬混合標準液 水質-5

- 添加濃度
試料中濃度：100ppt及び10ppt

前処理フロー



※1 アスコルビン酸ナトリウムは試験溶液中100ppmになるように添加



※2 スチレンジニルベンゼン共重合体充填剤
※3 溶出溶媒にポリエチレングリコール300(PEG300)を含む(GCへの共注入絶対量：500 ng)

Sample



Information

第29回環境化学
討論会

「オンラインSPE-FastGC/MS/MSシステムを用いた水中農薬の迅速分析法の開発」

Key Word

- ・固相抽出
- ・オンラインSPE-GCインターフェース
- ・FastGC

AiSTI SCIENCE

Product

SPE-FastGC/MS/MS
SPL-P100
Flash-SPE BEP
LVI-S250

測定条件

【装置】

SPL-P100(アイステイサイエンス)
LVI-S250(アイステイサイエンス)
GCMS JMS-TQ4000GC(日本電子)



SPL-P100 + LVI-S250(アイステイサイエンス)
GCMS JMS-TQ4000GC(日本電子)

製品画像は日本電子株式会社の許可を得て掲載しています。

【GC/MS/MS条件】

注入口昇温プログラム: 70°C(0.35min)-120°C/min-
240°C-50°C/min-290°C(13min)[Total
15.7min]
溶媒ベントプログラム: [55 kPa, 150ml/min(0.35 min)-
splitless- 50ml/min(3 min)]
カラム: VF-5ms, 0.25 mm i.d. x 20 m, df;0.25 μm
オープン昇温プログラム:60°C(3min)-25°C/min-270°C-
10°C/min-310°C(3min) [Total 18.4min]
キャリアガス: ヘリウム
カラム流量: 1.2 mL/min
IF温度: 300°C
イオン源温度: 280°C
MS測定モード: SRM (高速スキャン)

結果

(1)農薬成分のSRMクロマトグラム

分析時間15分までに対象の農薬成分のピークが検出されることを確認し、焼き出し時間を含めてトータル18.4分のメソッドとすることができました(図1)。

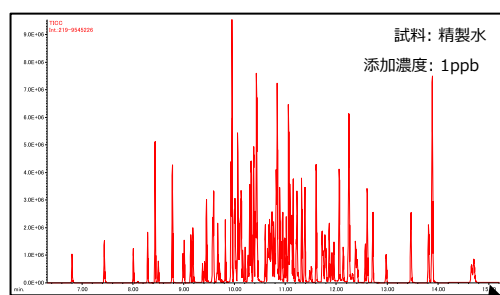


図1.農薬成分のSRMクロマトグラム

15.00分

(2)添加回収試験結果

併行数n=7で行った添加回収試験の回収率とRSDの分布を図2に示します。回収率は精製水に標準溶液を添加し固相抽出を行った面積値と河川水に標準溶液を添加し固相抽出を行った面積値との比較で算出しました。試料中濃度100pptの試験では評価対象とした126成分のうち117成分で70-130%の回収率が得られ、120成分でRSDが20%未満となりました。試料中濃度10pptの試験では低濃度のため評価対象となる成分数が122成分となりましたがそのうち109成分で70-130%の回収率が得られ、99成分でRSD20%未満となりました。

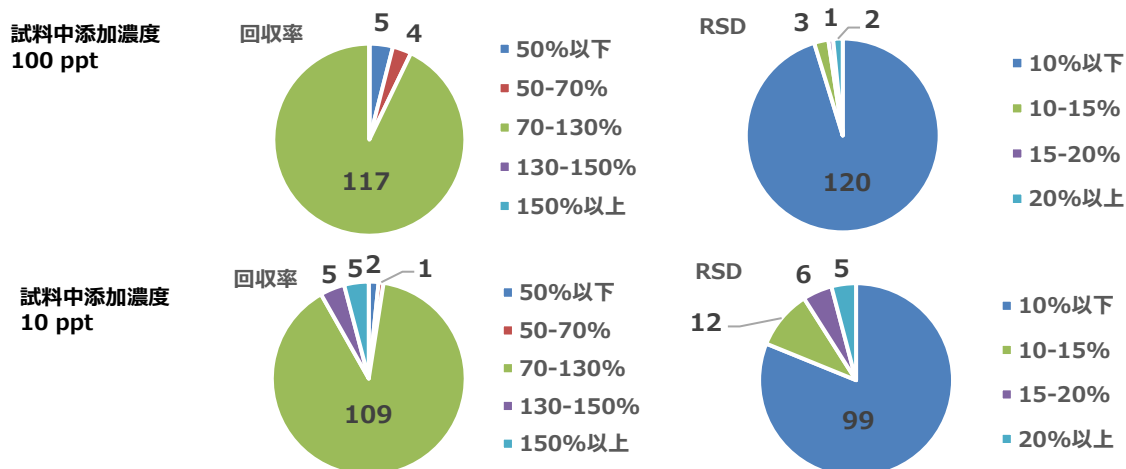


図2.添加回収率とRSDの分布

オンラインSPE-GC「SPL-P100」とFastGCを組み合わせることにより簡便・迅速かつ精度よく水中農薬を分析することができました。本システムは多検体を短時間で効率よく処理できることから河川でのモニタリングや汚染物質流出事故など緊急事案に対しても有用性が示唆されました。