

GC大量注入法を用いた 水中農薬分析への応用

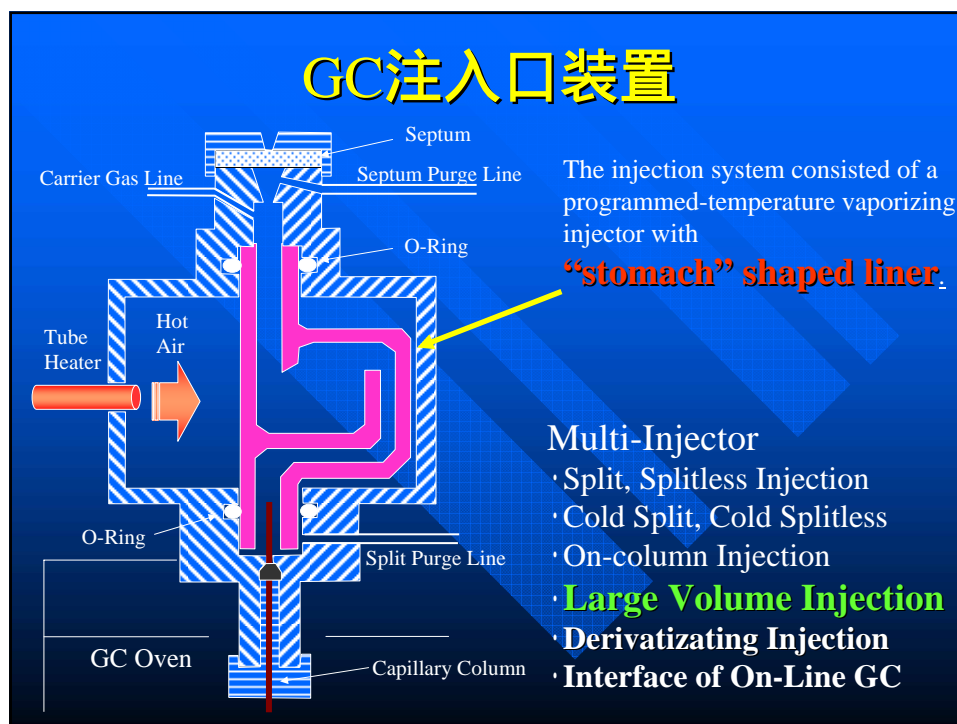
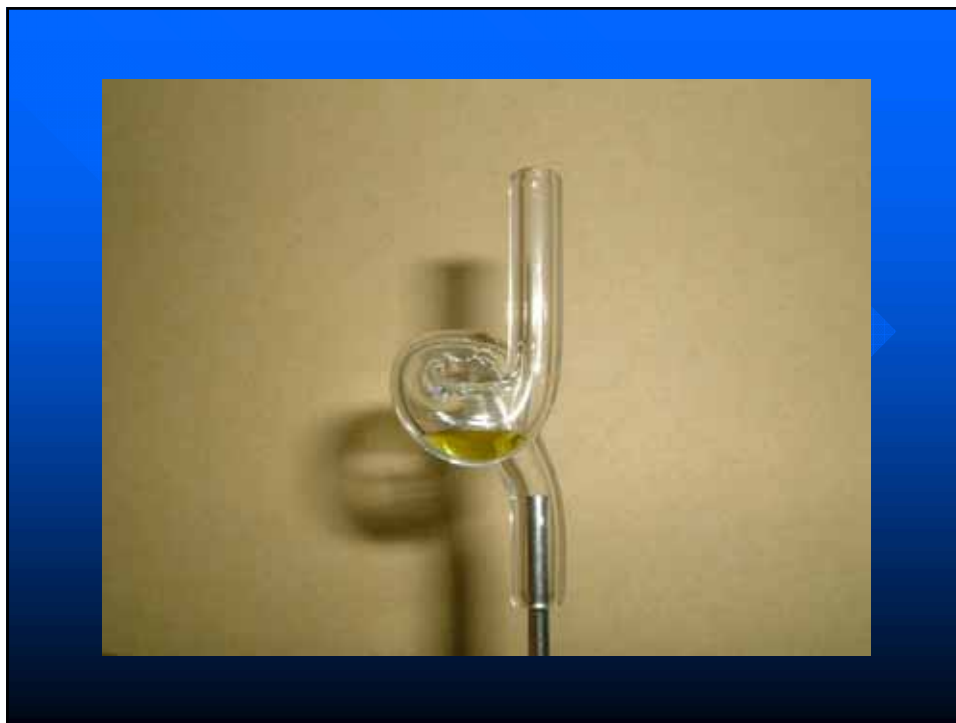
(財) 雑賀技術研究所

佐々野僚一、中西豊

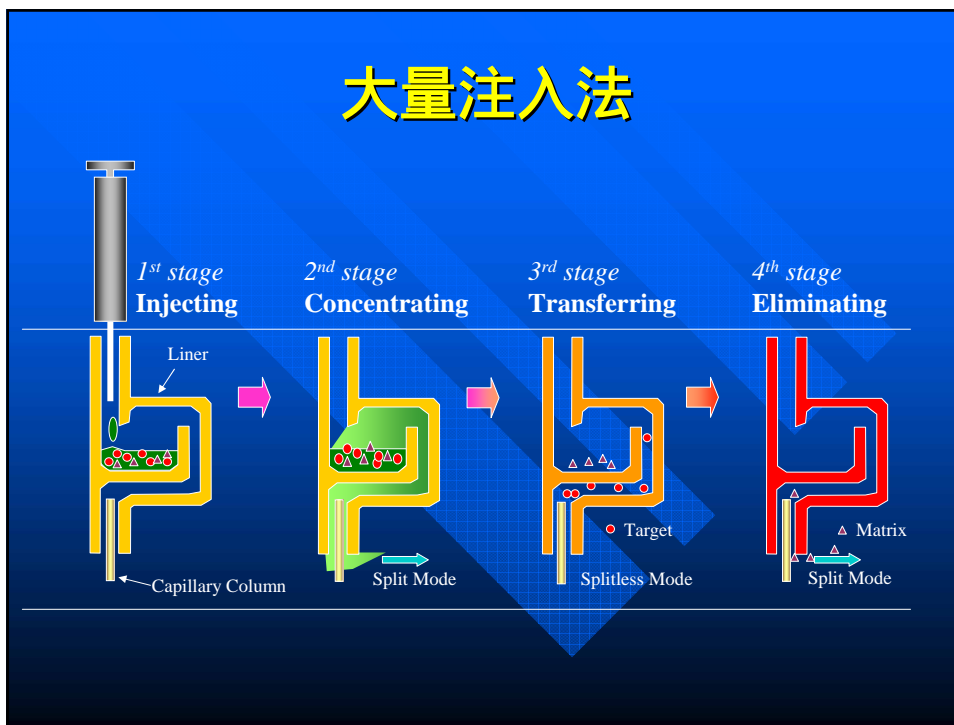
従来の
インサート

胃袋型インサート

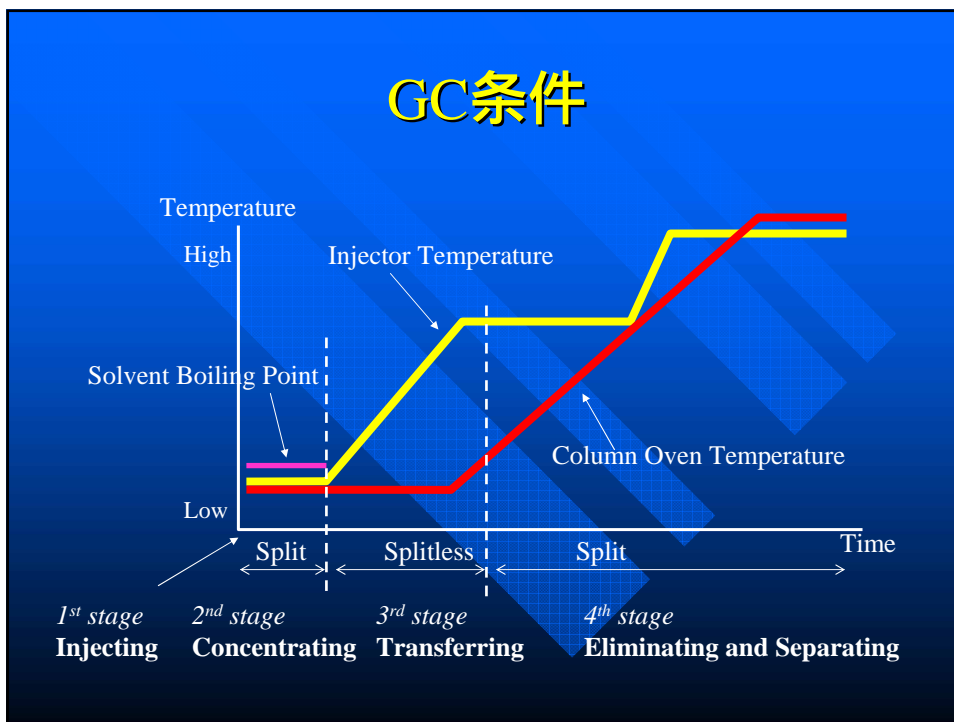




大量注入法



GC条件



GC/MS条件

Injection Port	LaviStoma (Eminet)
Injection Temp.	70°C-120°C/min-220°C(2min)-50°C/min-260°C(20min)
Solvent Purge Time	15 sec
GC/MS	QP5050A (Shimadzu)
Pre-column	Silica capillary tube 0.53mm × 0.3m
Column	Inert Cap 5MS/Sil 0.25mm × 30m, 0.25µm
Oven Temp.	60°C(4min)-15°C/min-180°C-4°C/min-230°C-2°C/min-235°C-15°C/min-290°C(5min)
Detector Temp.	280°C
MS Method	SIM
Splitpurge Flow	150ml/min(7min)-50ml/min
Splitless Time	4 min
Auto Sampler	AOC-20i (Shimadzu)
Syringe	50 µl

注入量と直線性

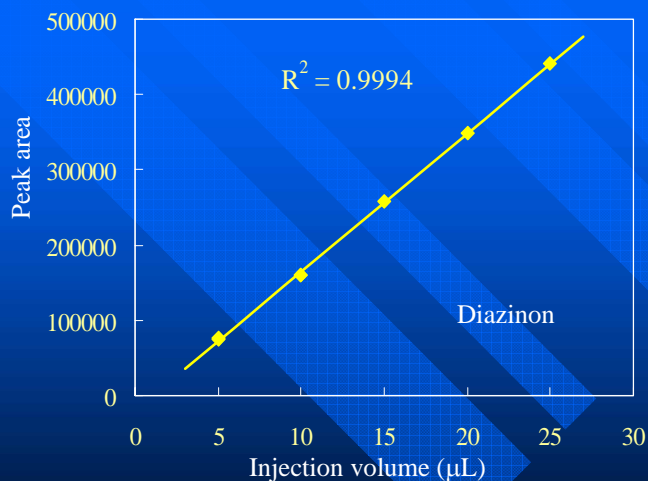
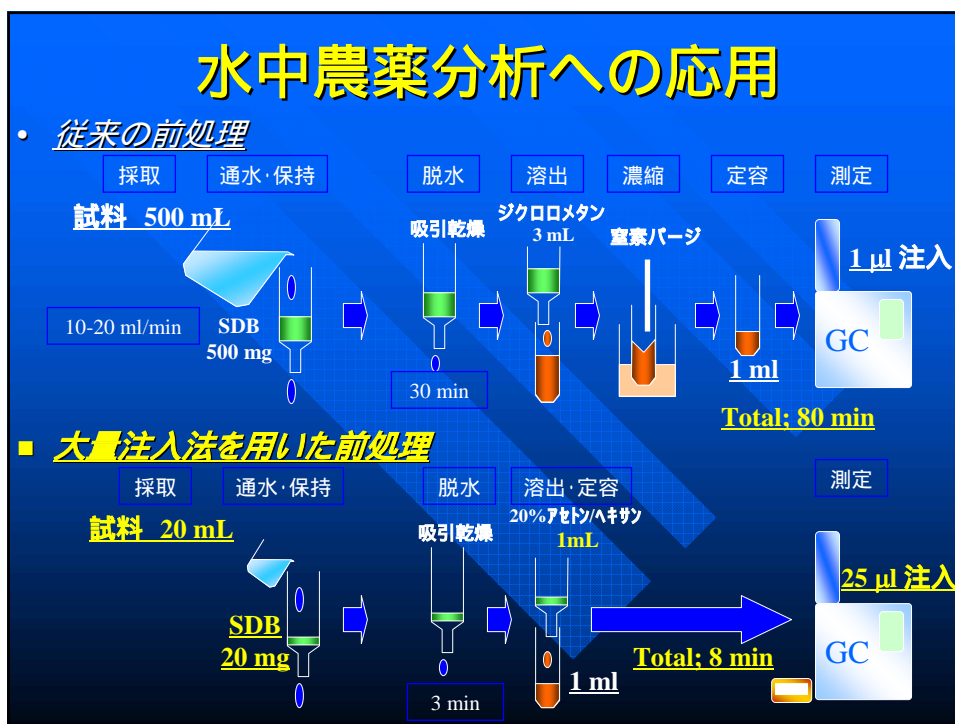
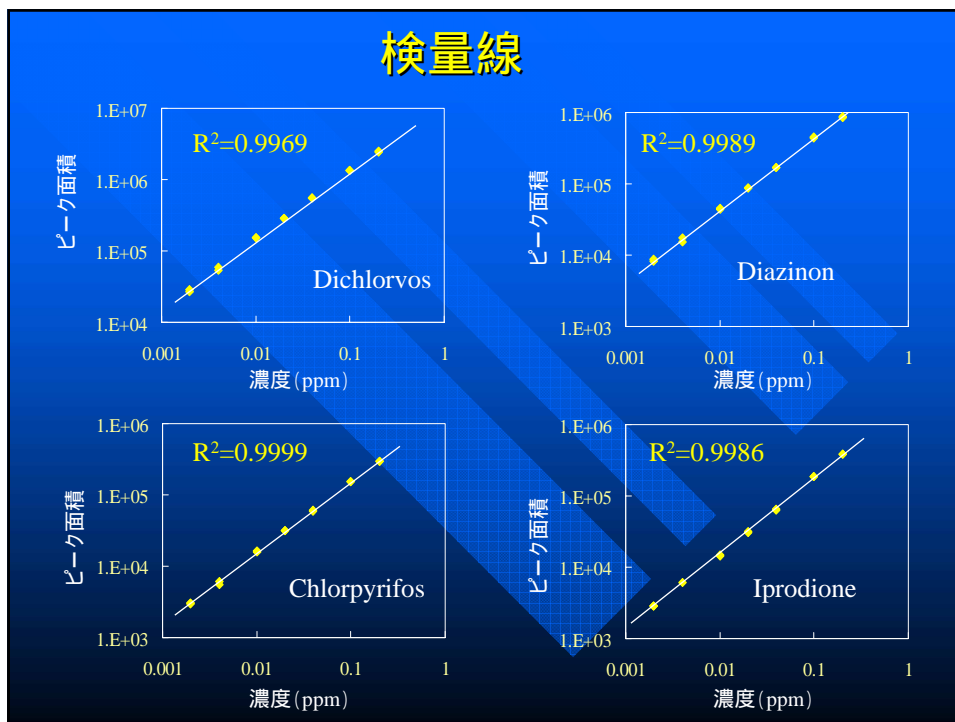
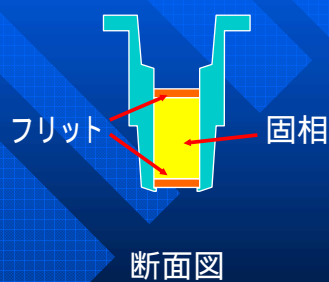


Fig. The relationship between the peak areas and injection volumes (5, 10, 15, 20 and 25 µl).



開発した固相カートリッジ



使用状態



使用状態



使用状態



利点

- デッドボリュームが無い
- 空気吸引または押し出し乾燥による水分除去が早い
- 流体的に試料および溶液が直線的にスムーズに流れる
- 注射器なども直接つなげられる。
- 容易に連結できる
- 5-50mgといった少量の固相充填に対応できる。

クロマトグラム

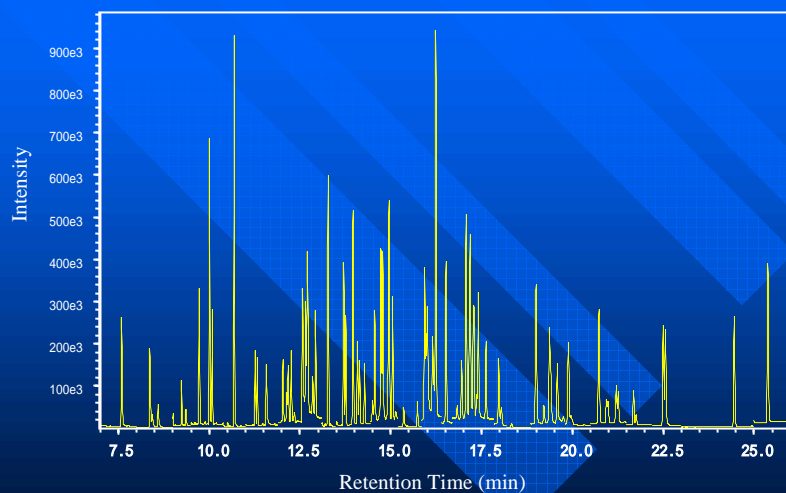


Fig. GC/MS total ion chromatogram of 2 µg/L pesticides spiked to water

添加回収率と再現性

Table Recoveries and RSDs of 2 µg/L pesticides spiked to water (% , n = 4)

Name	REC.	RSD	Name	REC.	RSD	Name	REC.	RSD
Dichlorvos	70.8	4.4	Simetryn	89.6	2.1	Isoprothiolane	94.8	0.8
Dichlobenil	99.9	1.2	Metalaxyl	82.8	4.0	Tricyclazole	49.2	11.1
Etridiazole	100.9	1.0	Dithiopyr	88.0	1.3	Buprofezin	90.6	2.7
Chloroneb	100.5	0.5	Fenitrothion	100.1	1.2	Isoxathion	93.9	1.5
Isoproc carb	91.3	1.9	Esprocarb	94.1	2.9	Carpropamid	95.6	2.9
Molinate	101.5	0.6	Malathion	99.7	2.0	Endosulfan	88.2	2.7
Fenobucarb	96.0	0.7	Chlorpyrifos	87.9	2.1	Mepronil	97.2	0.8
Trifluralin	86.1	2.5	Thiobencarb	93.1	1.0	Chlornitrofen	84.8	1.6
Benfluralin	83.3	2.0	Fenthion	91.6	2.0	Edifenphos	90.9	1.7
Pencycuron	83.2	1.8	Fthalide	89.7	4.4	Endosulfan sulfate	80.7	4.0
Dimethoate	30.9	13.2	Pendimethalin	87.2	2.8	Propiconazole	93.4	2.0
Probenazole	88.9	5.6	Dimethametryn	95.0	1.2	Thenylchlor	97.0	0.6
Simazine	72.9	3.9	Isofenphos	95.4	1.6	Daimuron	106.9	9.9
Atrazine	87.4	1.8	Methylmymron	64.6	10.7	Pyributicarb	85.2	2.4
Propyzamide	94.2	1.8	Phenthoate	93.5	0.9	Pyridaphenthion	88.5	1.4
Diazinon	94.9	1.2	Captan	93.5	4.5	Iprodione	93.4	2.3
Pyroquilon	64.8	5.8	Dimepiperate	94.4	0.7	EPN	86.3	1.5
Chlorothalonil	88.1	1.4	Procymidone	99.6	0.6	Piperophos	88.1	2.7
Ethylthiodemetone	75.3	7.5	Methidathion	96.2	1.0	Anilofos	91.7	1.4
Iprobenfos	95.0	0.6	Endosulfan	89.5	6.7	Bifenox	83.8	0.7
Terbucarb	94.1	1.1	Butamifos	93.8	1.7	Pyriproxyfen	84.3	1.9
Bromobutide	96.5	0.9	Napropamide	101.1	1.4	Mefenacet	94.6	1.3
Alachlor	96.3	1.1	Flutolanil	96.9	0.8	Cafenstrole	95.3	0.7
Tolclofos-methyl	93.1	1.1	Pretilachlor	95.4	1.3	Etifenprox	68.7	5.5

まとめ

- 大量注入法を用いることで試料量の少量化が可能となった。
- 窒素パーズなどによる濃縮工程を省くことができた。
- 全体を通して、通常1時間以上かかる前処理が10分程で終了できた。
- 大量注入法を用いることで前処理の迅速化および簡易化が可能となった

今後の展開

現場サンプリングへの新たな手法

- サンプリング現場で20mL用注射器を用いて固相カートリッジに通水する。



運搬・輸送



- ラボで溶出して分析する。

