

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

○浅井 智紀¹, 島 三記絵¹, 江 潤卿², 佐々野 僚一¹(¹株式会社アイスティサイエンス, ²日本電子株式会社)

【はじめに】

環境分析において、緊急時の分析の迅速化は常に求められているが、水質分析についても例外ではない。迅速な分析は、結果が早く得られることに加え、より多くの検体数を短時間で処理できることにもつながる。本演題では固相抽出から GC/MS/MS 測定までをオンラインで全自動分析を可能とした装置と、高速での分離測定との組み合わせで、全自動かつ迅速な分析システムの構築を検討した。

【方法】

本実験ではオンライン用固相抽出装置 SPL-P100 (アイスティサイエンス) とガスクロマトグラフトリプル四重極質量分析計 GC-MS JMS-TQ4000GC (日本電子) を組み合わせたオンライン SPE-GC システムを使用した。GC カラムは VF-5MS [内径 0.25 mm (膜厚 0.25 μm) × 20m] を使用し、水質分析用農薬混合標準液に含まれる農薬 129 成分を対象とした。固相抽出カラムには Flash-SPE BEP (スチレンジビニルベンゼン系ポリマー) を使用し、河川水へ農薬標準液を添加した試料を用いて添加回収試験による評価を行った。GC/MS/MS 測定には SRM 高速スキャンモードを選択して分析を行った。

【結果と考察】

測定結果のクロマトグラムを図 1 に示した。今回検討した条件において、15 分以内に農薬成分のピーク検出が可能であった。ピラゾキシフェンなど一部の成分については、昇温速度を緩やかにすることで分解を抑制することができた。また、河川水中に 100ppt となるように農薬を添加した試料を用いて分析したところ、117 成分において併行精度(n=7)が RSD=20%以下、真度が 70-130%を満たし、10ppt での試験においては 106 成分について上記の精度および真度を満たす良好な結果が得られた。イソキサチオンオキシソロンやクロルピリホスオキシソロンなど一部の有機リン系農薬のオキシソロン体では、高濃度での添加試験においても低回収率を示し、河川水中での分解などの影響を考慮する必要があると考えられた。

【結論】

今回開発したオンライン SPE-FastGC/MS/MS システムにより測定と前処理を並行しての全自動分析が可能となり、約 20 分サイクルでの迅速分析を実現した。

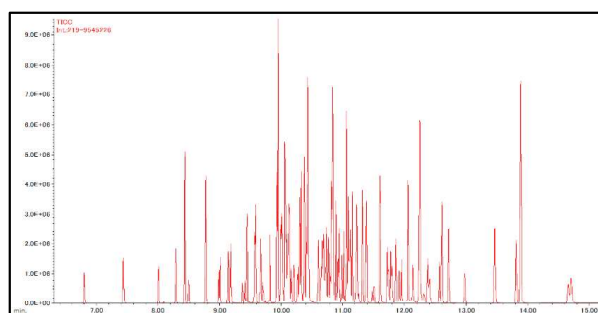


図 1 オンライン SPE-FastGC/MS/MS システムで測定した農薬の SRM クロマトグラム

Development of rapid analytical method for pesticides in water using online SPE-FastGC/MS/MS

○Tomonori Asai¹, Mikie Shima¹, Junkei Kou², Ryoichi Sasano¹

1. AiSTI SCIENCE Co., Ltd., 2. JEOL Ltd.