

# オンラインSPE-LCシステムを用いた 河川中のネオニコチノイド系農薬全自動分析

## はじめに

オンラインSPE-LC「SPL-W100」は、固相抽出-LC/MSの全工程を自動化したシステムです。固相カートリッジからの溶出液と水等を混合しLCに注入する混合注入バルブシステム「MiVS」を開発することでLCとのオンライン接続を実現しました。また固相抽出では充填量数mgのカートリッジを使用し分析の小スケール化を図っています。このシステムにより試料採取量の減量、前処理労力の軽減、前処理とLC測定とのオーバーラップによる分析時間の短縮、固相での濃縮及び溶出液全量注入による高感度分析が可能です。今回はこのシステムを用いた河川水中のネオニコチノイド系農薬の分析についてご紹介します。

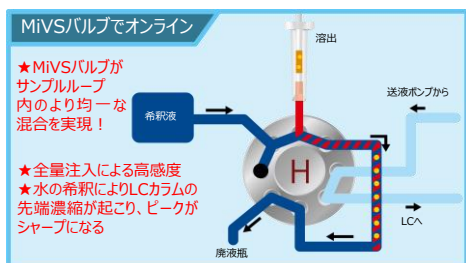
## システムの概要



## システムのポイント

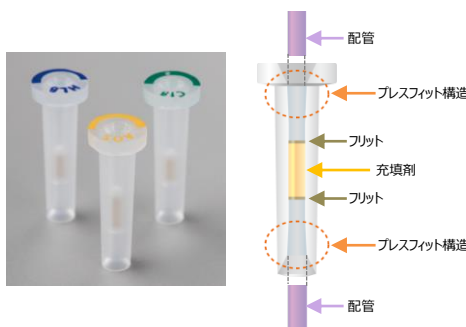
### 1. 混合注入バルブシステム(MiVS)(特許出願中)

八方バルブの流路を工夫したバルブです。固相からの溶出液をバルブ内で希釈液(水等)と混合し、その後バルブを切替えへLCカラムへ導入します。例えば逆相モード分析では、溶出液を水で希釈してLCに導入することで注入量が多くて良好なピーク形状が得られます。バルブ内での混合機能は、試料のpH調整や誘導体化への応用も可能です。



### 2. Flash-SPE(特許取得)

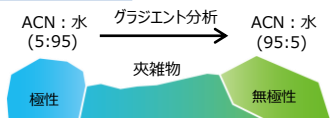
充填量が数mgとごく少量なので固相抽出の小スケール化が実現し、溶媒削減にも効果があります。



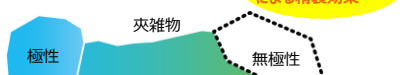
### 3. 固相カートリッジによる精製のメリット

逆相モードでは、LCカラムはC18を使用する機会が多いため、前処理で予めC18固相カートリッジを用いて精製することでLCカラムの汚染を軽減できます。また、このようにC18で無極性の夾雑物を予め除去することで、インジェクションの都度行っているカラム洗浄を省略でき、測定時間の短縮が可能となります。

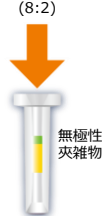
#### 固相C18を用いない場合



#### 固相C18による精製の場合



ACN:水 (8:2)



LCで使用されてる分離カラムは「ODS」のため、固相C18と同じ充填剤。予め固相C18で精製することでLCカラムの負荷を防ぐ。

#### メリット

- HPLCカラムの劣化を防ぐ
- ピーク形状の維持
- 分析時間の短縮



SPL-W100  
for SPE-LC system

## Sample



## Information

JASIS 2020  
新技術説明会  
「オンラインSPE-LC  
インターフェース  
SPL-W100  
固相抽出革命！  
新概念のオンライン  
自動固相抽出-LC  
システム」

## Key Word

固相抽出  
オンライン SPE-LC  
インターフェース

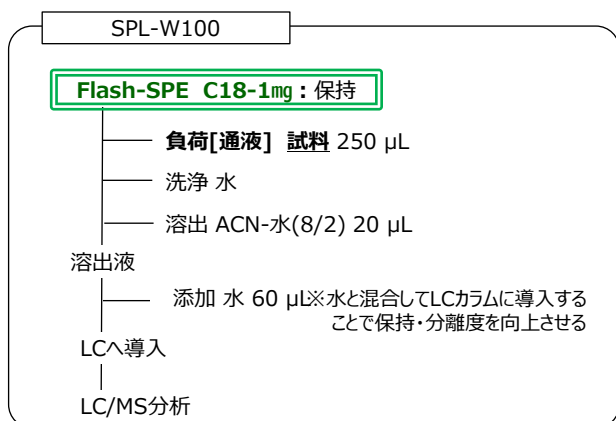
AiSTI SCIENCE

## Product

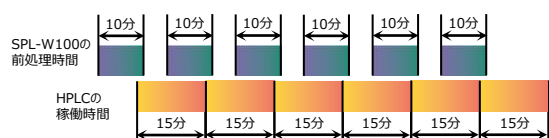
SPL-W100  
Flash-SPE

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

## 前処理フロー



## 精製と測定を効率的に処理できるシステム



SPE-LCシステムは、前処理とLC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。1検体の処理時間を15分以内に収めることができました。

## 結果と考察

河川水に各農薬を添加（試料中10ppt）し、添加回収試験を行ったところいずれの成分も回収率90%以上、再現性(RSD)10%未満と良好な結果が得られました。本システムでは試料をセットするだけで固相抽出からLC測定まで自動で行われ簡便・迅速かつ高精度に分析できるためオンラインモニタリングに対しても有用と考えられます。

表1. 添加回収試験結果 (n=6)

成分名	回収率	RSD
	%	%
Nitenpyram	91	4.6
Thiamethoxam	116	9.1
Imidacloprid	108	4.3
Clothianidin	124	4.0
Acetamiprid	96	3.3
Thiacloprid	98	2.3

※内標による補正は行っていません。  
※ClothianidinとAcetamipridが河川水から検出されたため、回収率は減算して算出しています。

## 測定条件

### 【装置】

SPL-W100(アイステイサイエンス)  
LCMS-8045(島津製作所)



### 【LC条件】

分析カラム : Shim-pack FC-ODS 2 mmI.D.×150 mm, 3 μm (島津製作所)  
移動相 A液 : 0.1 % ギ酸-水  
B液 : 0.1 % ギ酸-ACN  
流速 : 0.2 mL/min  
グラジエント : B.Conc 10%(0-1 min)→ 70%(9 min) → 90%(9.5-11.5 min)→10%(12-14.5 min)  
カラム温度 : 40 °C

### 【MS条件】

イオン化モード : ESI positive  
ネブライザーガス流量 : 2 L/min  
ヒートアップガス流量 : 10 L/min  
インターフェース温度 : 200 °C  
DL温度 : 250 °C  
ヒートブロック温度 : 400 °C  
ドライングガス流量 : 10 L/min  
測定モード : MRM

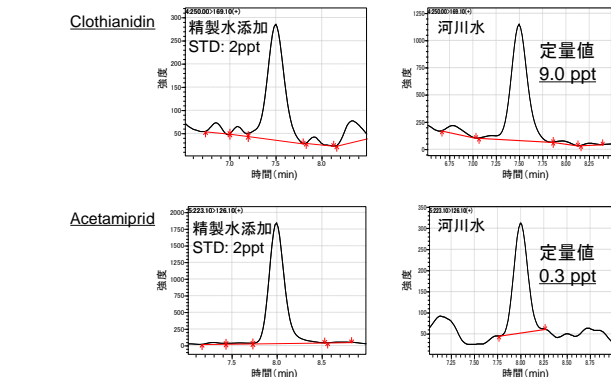


図2. 検出農薬の定量イオンクロマトグラムと検量線

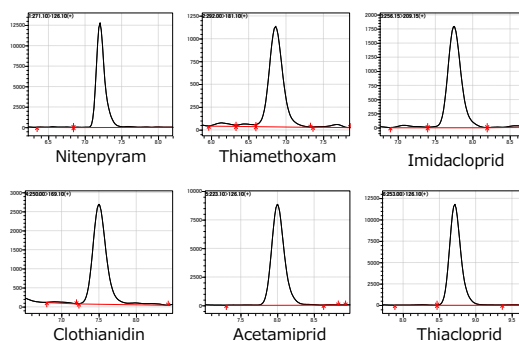
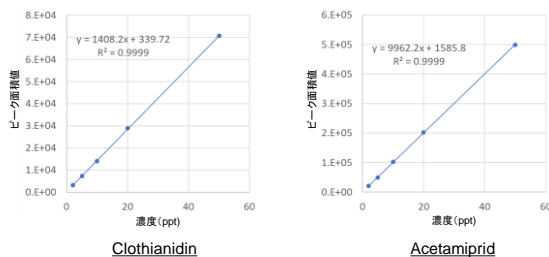


図1. 河川水中の各農薬の定量イオンクロマトグラム (試料中濃度10ppt)



精製水に農薬を2, 5, 10, 20, 50 pptとなるように添加して得られた検量線  
※内標による補正は行っていません。