

オンライン SPE-GC/MS/MS システムを用いた 水中ノニルフェノールの全自動分析



SGI-P100
for SPE-GC system

はじめに

本アプリケーションでは、ノニルフェノールのオンライン SPE-GCシステム「SGI-P100」を用いた全自動分析法を検討した。

本法の評価は、市販のミネラルウォーターを試料とした繰り返し分析における再現性および検量線の直線性、添加回収試験により行った。

試料へのアセトニトリル添加および溶出溶媒へのPEGの添加により回収率、再現性の向上が認められた。

実験方法

前処理フロー

SGI-P100 (AiSTI Science)

試料(30%アセトニトリル, pH3) 1 mL

コンディショニング

アセトン: 500 μ L
10%アセトニトリル水溶液: 200 μ L

固相: Flash-SPE BEP-3mg

洗浄: 10%アセトニトリル水溶液 100 μ L

乾燥: N₂パージ(90 sec)

溶出・GC注入: 20ppm PEG添加アセトン/ヘキサン=1/3
40 μ L

GC/MS/MS分析

測定条件

SPE-GC Interface (SGI-P100; AiSTI)

Sample: 1mL
SPE: Flash-SPE BEP 3mg (AiSTI)
Purge: N₂ gas, 90 sec
Elution: Acetone/Hexane(1/3), 40 μ L

Inlet (LVI-S250; AiSTI)

Insert: Spiral Insert (AiSTI)
Solvent Vent: 0.42min, Purge flow 150mL/min
Splitless: 3 min
Inj. Temp.: 70°C(0.42min)-120°C/min-240°C-
50°C/min-290°C(16min)

GC/MSMS (7890B/7000C; Agilent)

Column: VF-5ms [0.25mm i.d. \times 30m, df 0.25 μ m]
Oven Temp.: 60°C(3min)-25°C/min-140°C-5°C/min-
180°C-25°C/min-310°C(3min)
Carr. Gas: He, 1.2 mL/min
MS/MS: MRM

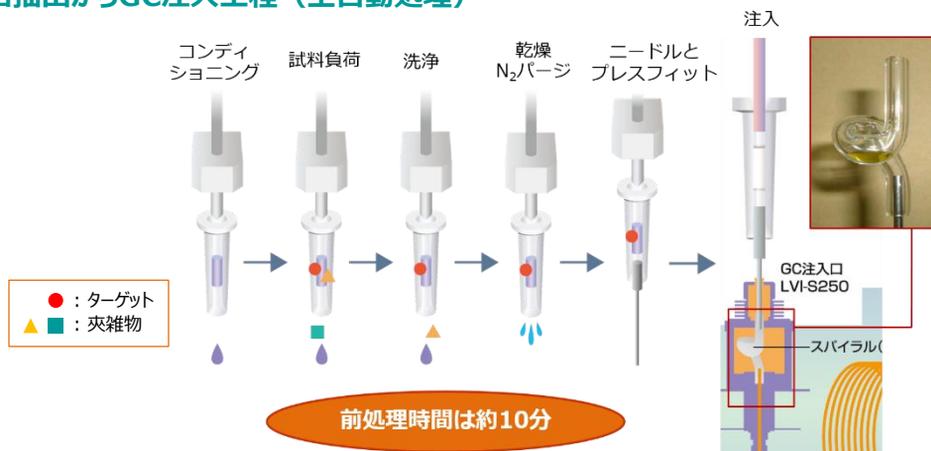


Flash-SPE



SGI-P100 — LVI-S250 — Agilent 7890 / 7000C
“写真およびイメージの無断転載禁止”

固相抽出からGC注入工程 (全自動処理)



Sample



Information

参考文献
第27回環境化学討論会
プログラム集

「オンライン SPE-GC/MS/MS システムを用いたノニルフェノール分析法の検討」

アイスティサイエンス
○浅井智紀、佐々野僚一

AiSTI SCIENCE

Product

SPE-GCインターフェース
SGI-P100
固相カートリッジ
Flash-SPE BEP
GC大量注入装置
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

結果

[ブランク試験]

表1 ブランク試験のノニルフェノールピーク面積値

	NP01	NP02	NP03	NP04	NP05	NP06	NP07	NP08	NP09	NP10	NP11	NP12	NP13
A 0.1ppb	13,036	77,832	34,241	24,171	6,153	27,325	3,169	10,364	31,376	9,861	12,747	3,551	47,227
B 検水ブランク	2,418	8,915	2,711	2,802	597	3,497	140	1,376	4,965	1,154	1,324	580	6,220
C 装置ブランク	369	829	288	258	50	267	53	354	530	211	356	99	495

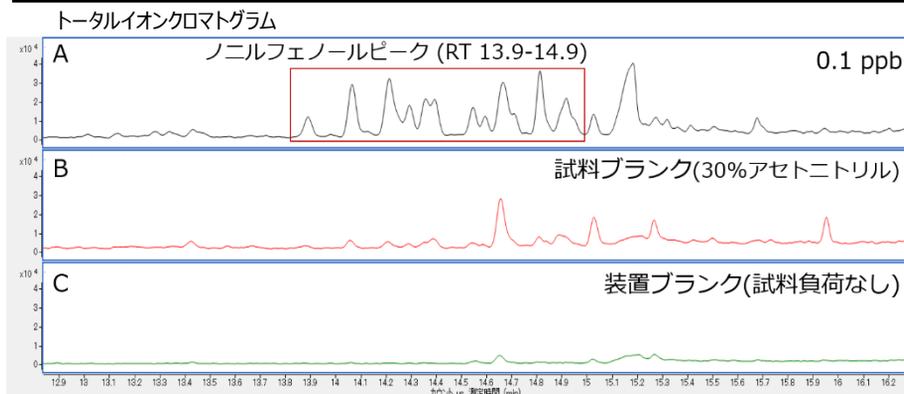


図1 ブランク試験

- A: ノニルフェノール標準液を添加した試料(0.1ppb)を測定したクロマトグラム。
- B: ノニルフェノール標準液を添加していない試料を測定したクロマトグラム。
- C: 試料を採水せずに分析したクロマトグラム。

[直線性評価]

表2 各試料濃度におけるオンラインSPE-GC測定結果 (n=5)

化合物名	1ppb		0.5ppb		0.1ppb		0.05ppb		0.01ppb	
	面積値	RSD%	面積値	RSD%	面積値	RSD%	面積値	RSD%	面積値	RSD%
NP01	112,629	5.0	56,157	6.6	11,677	8.8	7,384	9.0	4,193	3.7
NP02	629,665	5.4	313,868	4.9	65,425	10.8	35,785	6.5	18,626	4.2
NP03	291,684	3.6	142,316	4.5	28,773	10.7	15,617	5.0	7,267	4.8
NP04	204,198	3.2	99,215	5.4	20,885	9.1	11,642	9.4	5,610	10.3
NP05	61,631	6.3	29,934	6.7	5,381	12.8	3,017	14.9	1,709	9.3
NP06	214,821	3.4	102,240	4.0	22,143	13.1	11,897	8.4	5,664	5.6
NP07	27,072	8.1	13,533	3.8	2,887	16.6	1,850	12.7	916	21.0
NP08	80,377	4.3	39,213	3.0	8,561	12.0	4,466	7.7	2,099	11.9
NP09	262,630	3.8	127,286	4.0	26,336	10.8	14,401	6.1	7,419	2.9
NP10	81,711	4.5	40,360	5.2	8,623	8.5	4,847	9.8	2,460	11.4
NP11	99,861	4.6	49,355	4.9	10,647	11.4	5,917	8.7	2,744	16.2
NP12	19,754	5.2	10,643	5.5	2,564	21.7	1,428	16.9	1,242	15.6
NP13	369,663	4.0	184,545	6.0	38,888	12.0	21,194	9.4	9,587	5.0

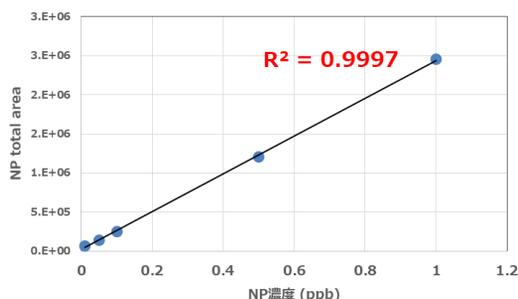


図2 直線性評価 (0.01-1 ppb)

まとめ

ブランク試験の結果(表1および図1)、装置ブランクとしてノニルフェノールのピークはほぼ検出されず、試料ブランクには0.01ppb-0.02ppbのピークが検出された。

直線性評価試験の結果(表2および図2)、0.01ppb-1ppbの濃度範囲で良好な相関係数が得られた。また、定量下限値である0.06ppb以下の濃度においても十分に定量が可能であり、良い再現性結果も得られた。

[添加回収試験]

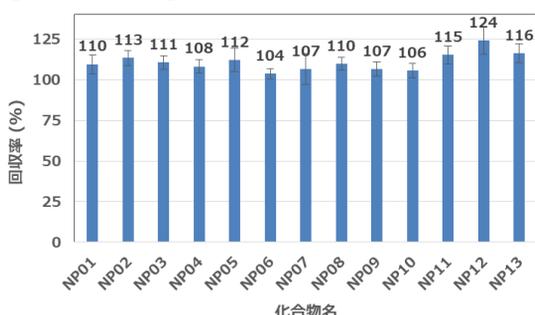


図3 添加回収試験 (n=10, 0.5 ppb)

添加回収試験の結果(図3)、0.5ppbの試料においてNP1-NP13の回収率結果が100%-125%の範囲となる良好な結果が得られた。連続10回の測定におけるRSD%も10%以下となる再現性結果が得られた。

本試験において、市販のミネラルウォーターにアセトニトリル濃度を30%になるように添加することで、ノニルフェノールの試料への溶解性が上がり、再現性および回収率結果が向上することが分かった。また、溶出液へPEGを添加することにより、ノニルフェノールの活性点への吸着を抑え、異常回収率を示す場合において回収率結果の改善が認められた。