

オンラインSPE-GC/MS/MSシステムを用いた 環境水中のシマジンとチオベンカルブの全自動分析

はじめに

本研究では、全自動SPE-GC/MSシステムを用いた環境水中のシマジンとチオベンカルブの分析の検討を行い、その有効性を検証したので報告する

試料と検量線用標準液

GC/MS測定用のバイアルに試料を採取し試料溶液とした。

検量線用標準液については、予め精製水で調製した検量線作成用シマジン・チオベンカルブ混合標準液（各濃度：0.30～5 µg/L）を測定バイアルに採取し、試料溶液と同様の自動前処理と測定を行った。

自動前処理フロー

SGI-P100 (AiSTI Science)

試料（検水） 0.5mL自動分取

コンディショニング

アセトン-ヘキサン(1/3)
アセトン
5%メタノール-水

固相：Flash-SPE C18 5mg

洗浄：5%メタノール-水

乾燥：N₂パージ(40秒)

溶出・GC注入：アセトン-ヘキサン(1/3) 40µL

GC/MS/MS分析

測定条件

SPE-GC Interface (SGI-P100; AiSTI)

Sample Volume: 0.5 mL

SPE: Flash-SPE C18 (AiSTI)

Purge: N₂ gas, 40 sec

Elution: Acetone/Hexane(1/3), 40 µL

Inlet (LVI-S250; AiSTI)

Insert: Spiral Insert (AiSTI)

Solvent Vent: 0.4 min, Purge flow 150 mL/min

Splitless: 3 min

Inj. Temp.: 70 °C(0.4 min)-120 °C/min-240 °C
-50 °C/min-290 °C(28 min)

GC/MS (GC7890AMS/+MSD5975C; Agilent)

Column: 0.25 mm i.d. × 30 m, df 0.25 µm HP-5MS

Oven: 60 °C(4 min)-20 °C/min-300 °C(12 min)

Carr. gas: He, 1.2 mL/min

SIM: Simazine m/z 201, 186

Thiobencarve m/z 100,125

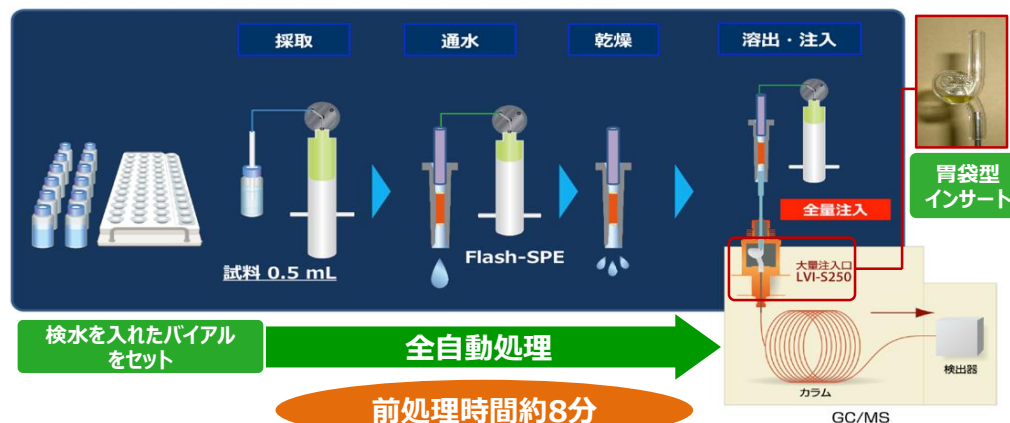


Flash-SPE



SGI-P100 — LVI-S250 — Agilent 7890 / 7000C
※システムのイメージです。実際に使用されたGC/MSDは
GC：7890シリーズ、MSD：5975Cです。

固相抽出からGC/MS注入工程（全自動処理）



SGI-P100
for SPE-GC system

Sample



Information

参考文献

雑誌：分析化学（編集・発行：公益社団法人 日本分析化学会）
2019年7月号
68巻，7号，p.527-536

題：「全自動オンライン固相抽出-GC/MSシステムを用いる環境水中のシマジンとチオベンカルブの定量」

著者：古川浩司¹，橋本真¹，萩尾珠世¹，本澤大生¹，大谷美伶¹，三枝景子¹，浅井智紀²，船倉洋²，佐々野僚一²，金子聡³
（1一般財団法人三重県環境保健事業団，2株式会社アイスティサイエンス，3三重大学大学院工学研究科）

AiSTI SCIENCE

Product

SPE-GCインターフェイス
SGI-P100

固相カートリッジ
Flash-SPE

GC大量注入装置
LVI-S250

株式会社アイスティサイエンス

E-mail: as@aisti.co.jp
Tel : 073-475-0033
FAX : 073-497-5011

http://www.aisti.co.jp/

結果

【検量線の評価】 試料と同様に自動前処理を実施
※絶対検量線法

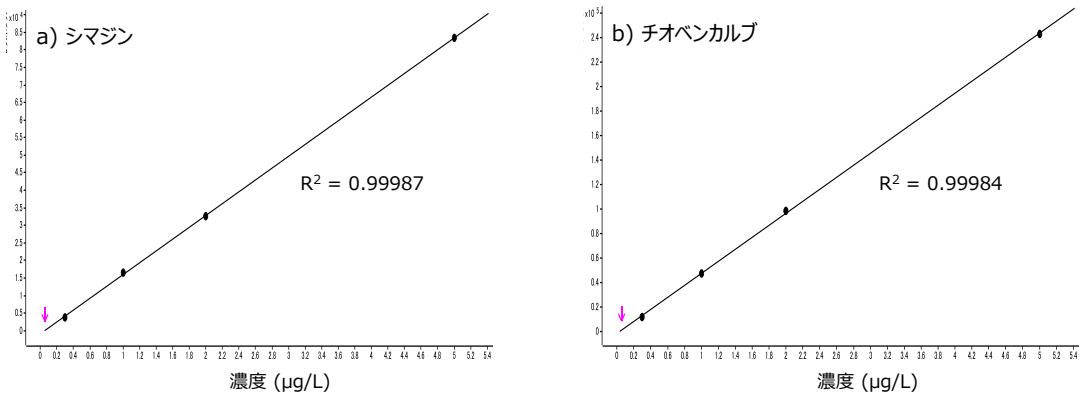


Fig. 1 SPE-GC/MSによる a) シマジンと b) チオベンカルブの検量線

Table 1 SPE-GC/MSによる検量線の妥当性評価（真度、室内精度、キャリーオーバー）

検量線濃度 ($\mu\text{g/L}$)	シマジン			チオベンカルブ		
	真度 (%)	室内精度 (%)	キャリーオーバー	真度 (%)	室内精度 (%)	キャリーオーバー
0.3	99.2	5.4	N.D.	102	3.8	N.D.
1.0	97.9	4.0	N.D.	99.1	2.0	N.D.
2.0	96.8	4.6	N.D.	97.6	3.3	N.D.
5.0	101	0.75	N.D.	100	0.47	N.D.

【環境試料への添加試験】

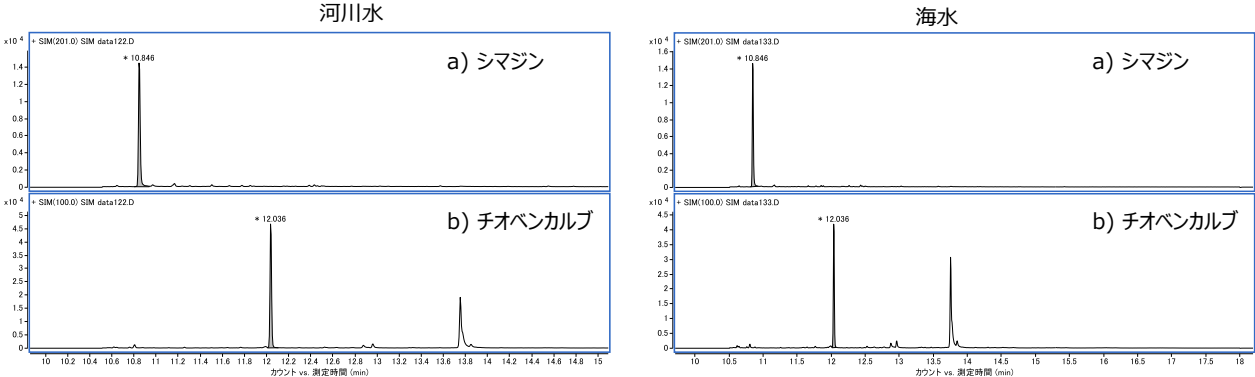


Fig. 2 SPE-GC/MSによる 河川水と 海水にa) シマジンと b) チオベンカルブを添加して得られたSIMクロマトグラム

Table 2 SPE-GC/MSによる環境水中 a) シマジンと b) チオベンカルブの添加回収試験の結果

a) シマジン						b)チオベンカルブ					
試料	n	濃度(μg/L)		回収率 (%)	RSD. (%)	試料	n	濃度(μg/L)		回収率 (%)	RSD. (%)
		添加	定量値					添加	定量値		
河川水	2	-	N.D.	107	6.7	河川水	2	-	N.D.	101	7.4
	7	1.00	1.07±0.07				7	1.00	1.01±0.07		
海水	2	-	N.D.	101	5.6	海水	2	-	N.D.	96.2	3.6
	7	1.00	1.01±0.06				7	1.00	0.962±0.04		

まとめ

本全自動SPE-GC/MSシステムは、環境水中のシマジンとチオベンカルブ分析法として有効であることが分かった。また、本システムにおける分析操作の自動化により、迅速化・簡略化が図れるだけでなく、人為的誤差を小さく抑えることができ、メソッドバリデーションへの対応も容易となった。さらに、試料採取量も大幅に削減でき、採取作業及び試料運搬の効率も改善できると思われる。