

## SPME-GC/MS による水質規制農薬分析の検討



＜要旨＞ SPME-GC/MS による水質規制農薬 80 成分の一斉分析の検討を行いました。SPME ファイバーは、Polyacrylate 及び DVB/PDMS を使い、どちらも塩析 30%により概ね 100ng/l (100ppt) レベルの検出が可能でした。

**Key Words:** 固相マイクロ抽出 (SPME)、農薬、塩析、GC/MS

\*\*\*\*\*

### 1. はじめに

固相マイクロ抽出 (SPME) 法は溶媒を用いずに抽出/濃縮が行える簡便な手法として、様々な分析に用いられています。SPME は、ファイバーが 7 種類 (無極性液相の分配タイプ及び DVB や CAR の吸着タイプ) あり、対象成分によって最適なものを使い分けることができます。本アプリケーションノートでは、分析の迅速化を目的に、SPME-GC/MS による水質規制農薬 80 成分の分析を検討しましたので報告します。

### 2. 測定条件

装置: Gerstel MPS2 + Agilent 7890A/5975C TAD (SPME)

SPME ファイバー: Polyacrylate 及び DVB/PDMS

試料: 15ml (塩化ナトリウムを最大 4.5g による塩析) / 20ml バイアル

SPME 条件: バイアル加熱温度 30 °C、抽出時間 30 分間 (アジテーション ON)、浸漬法 (GC)

注入法: パルスドスプリットレス、1min

注入口温度: 250°C

カラム: HP-5msi 30m, 0.25mm, 0.25 μm

オープン: 70°C (2min) - 25°C/min - 150°C (0min) - 3°C/min - 200°C (0min) - 8°C/min - 280°C (10min)

リテンションタイムロッキング使用、chlorpyrifos methyl = 16.593min

インターフェース温度: 280°C

(MS)

イオン化モード: EI, 電子エネルギー: 70eV

イオン源温度: 230°C

測定モード: 選択イオン検出法 (SIM)

### 3. 結果及び考察

SPME では農薬分析一般に用いられている

Polyacrylate ファイバーを用い、塩析 0、5、30% (塩化ナトリウム) で検討を行いました。Fig. 1 に、有機リン系農薬のオキソン体 9 成分の各塩析濃度における絶対回収率を示しました (濃度 100ng/l)。塩析により回収率の改善が見られ、30%で 9 成分中 6 成分の検出が可能でした。しかしながら、Diazinon-oxon、Malaoxon、Isoxathion-oxon は不検出だったため、吸着型機能を持つ DVB/PDMS ファイバーで検討を行いました。

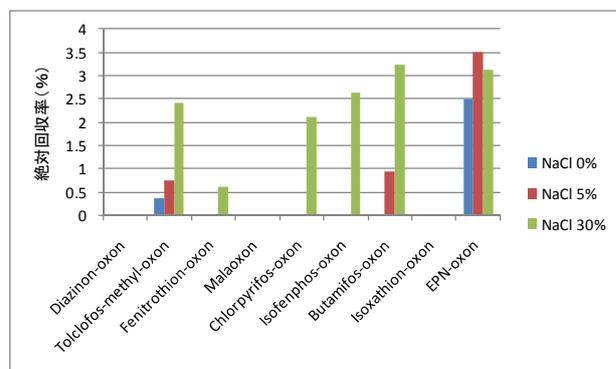


Fig. 1 SPME による農薬の絶対回収率 (ファイバー: Polyacrylate、濃度 100ng/l)

Fig. 2 に、その 9 成分の塩析 30%における Polyacrylate 及び DVB/PDMS による絶対回収率を示しました (100ng/l)。DVB/PDMS では、8 成分の検出が可能でしたが、Fenitrothion-oxon は不検出でした。Fig. 3 に、農薬 80 成分の塩析 30%における Polyacrylate 及び DVB/PDMS によるクロマトグラム (SIM 積算) を示しました (100ng/l)。農薬 80 成分 (100ng/l) において、Polyacrylate では 72 成分、DVB/PDMS では 73 成分の検出が可能でした。農薬 80 成分 (100ng/l) の Polyacrylate 及び DVB/PDMS によ



る絶対回収率を Fig. 4 に示しました。なお、いずれの SPME でも不検出なのは Trichlorfon、Dimethoate のみでした。また、Dichlobenil の絶対回収率は Polyacrylate では妨害があり、値が高くなっています。

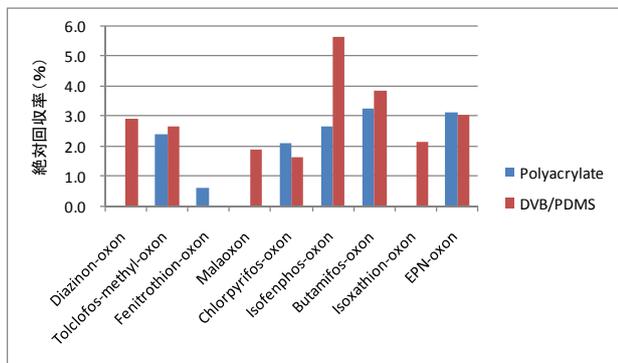


Fig. 2 SPME による農薬の絶対回収率 (塩析: 30%、濃度 100ng/l)

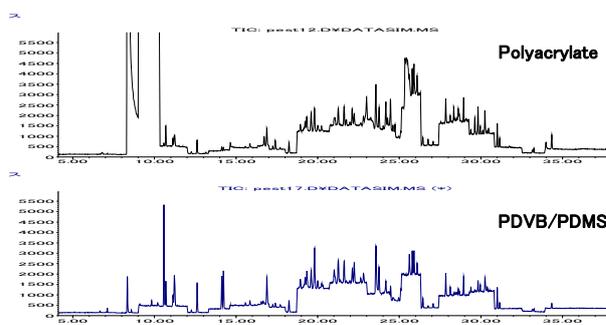


Fig. 3 SPME による農薬 80 成分のクロマトグラム (SIM 積算) (塩析: 30%、濃度 100ng/l)

#### 4. まとめ

Polyacrylate ファイバーでは、塩析 30%により有機リン系農薬のオキソン体 9 成分の回収率が大幅に改善しました。Polyacrylate 及び DVB/PDMS ファイバーとも塩析 30%により、概ね農薬 100ng/l (100ppt) レベルの検出が可能でした (農薬 80 成分中 Polyacrylate は 72 成分、DVB/PDMS は 73 成分の検出が可能でした)。

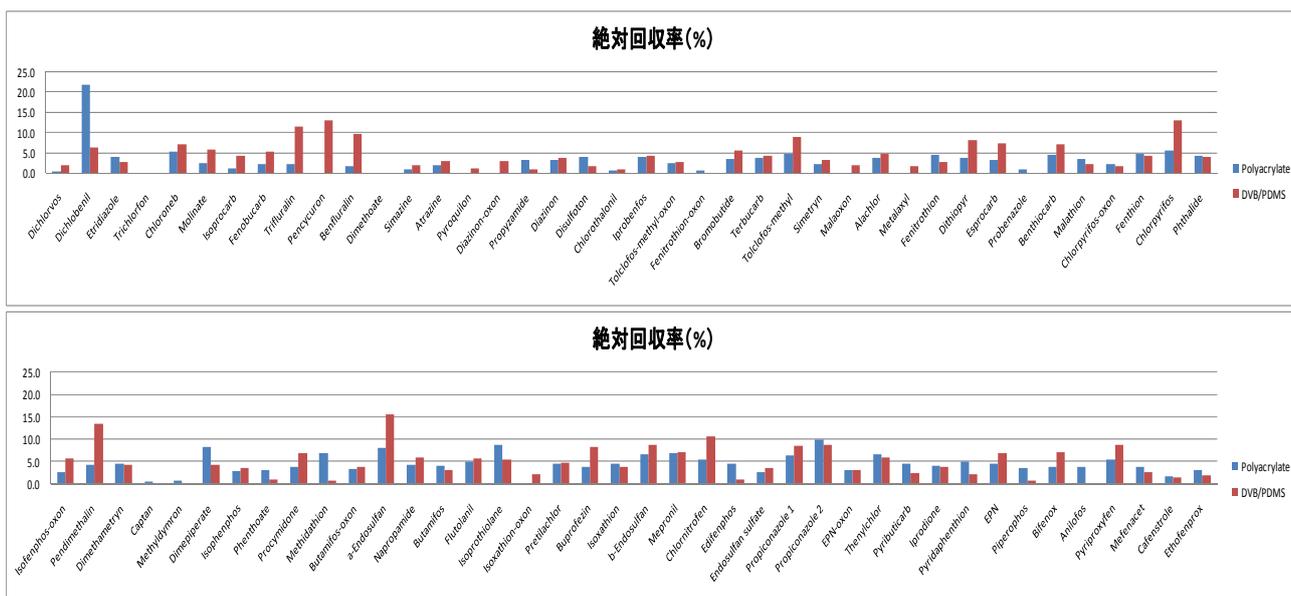


Fig. 4 SPME による農薬 80 成分の絶対回収率 (塩析: 30%、濃度 100ng/l)

#### 【GCMS-201110NK-002】

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社  
〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1  
www.agilent.com/chem/jp