

# 農薬分析で用いられる クリーンアップ固相に関する基礎的検討

○井口 えい子、西村泰樹、馬場則幸、陳杏玲、小野壮登、高柳学、  
宮林武司、古庄義明  
(ジーエルサイエンス株式会社)

Basic examination of solid phase extraction used by pesticides  
cleanup analysis

Noriyuki BABA, Eiko Iguchi, Yasuki NISHIMURA, Manabu TAKAYANAGI,  
Takeshi MIYABAYASHI, Yoshiaki FURUSHO (GL Sciences INC.)

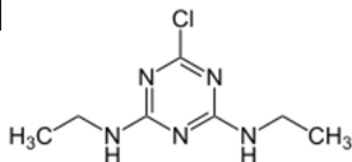


# 目的

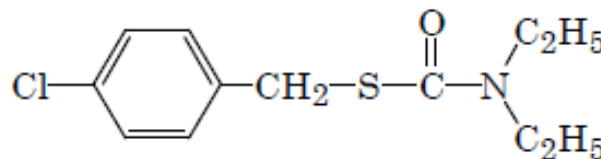
水道水や環境水中に存在する微量有害物質の前処理において固相抽出法は広く用いられており、逆相系と呼ばれる化学結合型シリカゲルや、ポリスチレン系のゲルを充填した固相抽出製品が使用されていることが多い。逆相系の固相は目的成分に対する選択性が低いため、環境水のサンプルを処理した場合、多くの夾雑成分も保持・溶出され、測定に大きな障害となる場合があることから、クリーンアップを行う必要がある。『用水・排水中の農薬分析方法 (JIS K 128)』や、『水質汚濁に係る環境基準について (環境省告示第59号)』には、シマジンとチオベンカルブに関してシリカゲルカラムクロマトもしくはフロリジルカラムクロマトによるクリーンアップ方法が規定されている。しかし、操作が煩雑なことから、クリーンアップ操作に関して、簡便な固相抽出を用いたいという要望が強い。今回はクリーンアップ固相を用い、より簡易的な精製方法に関する基礎的検討を行うものとした。

# 測定条件

## 【対象成分】



シマジン



チオベンカルブ

## 【使用機器】

AQUATrace ASPE799 (GL Sciences社製)

AQUALoader III (GL Sciences社製)



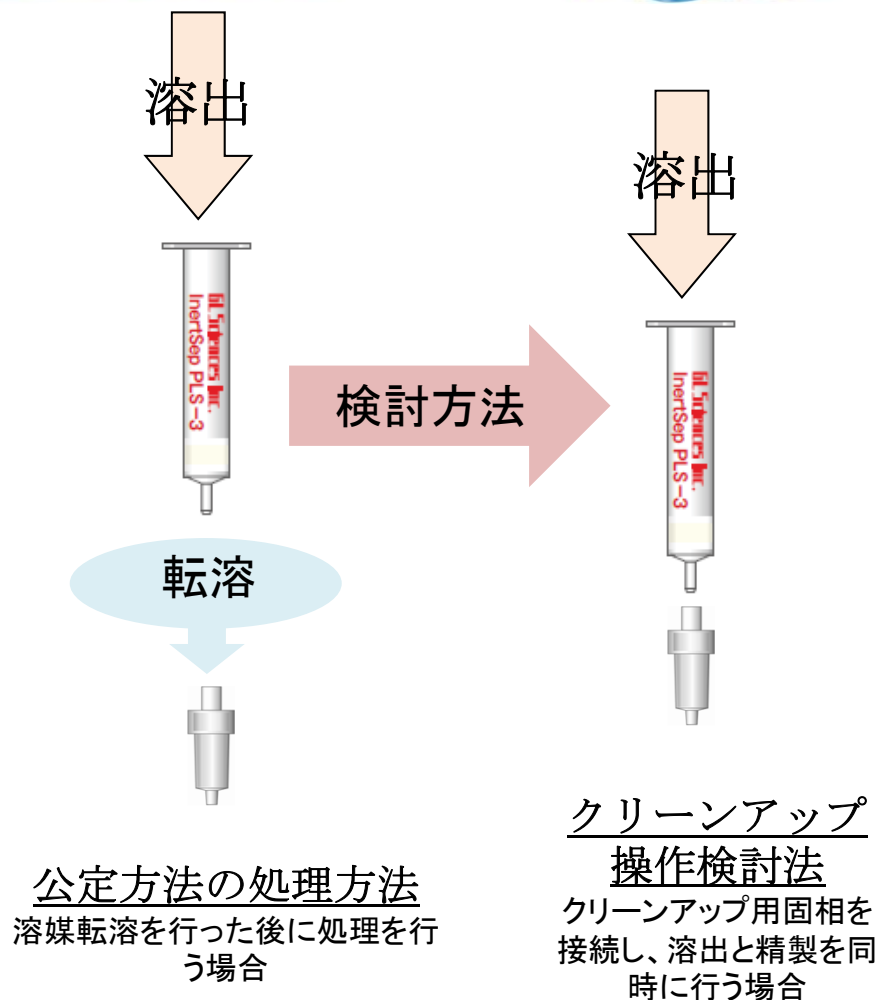
## 【測定】

- GC-FID (GC-323, GL Sciences社製)
- GC / MS (ISQ, Thermo Fisher Scientific)
- Column InertCap 5MS/NP

(0.25mm I.D. x 30m df=0.25um)(GL Sciences 社製)



# クリーンアップ操作検討

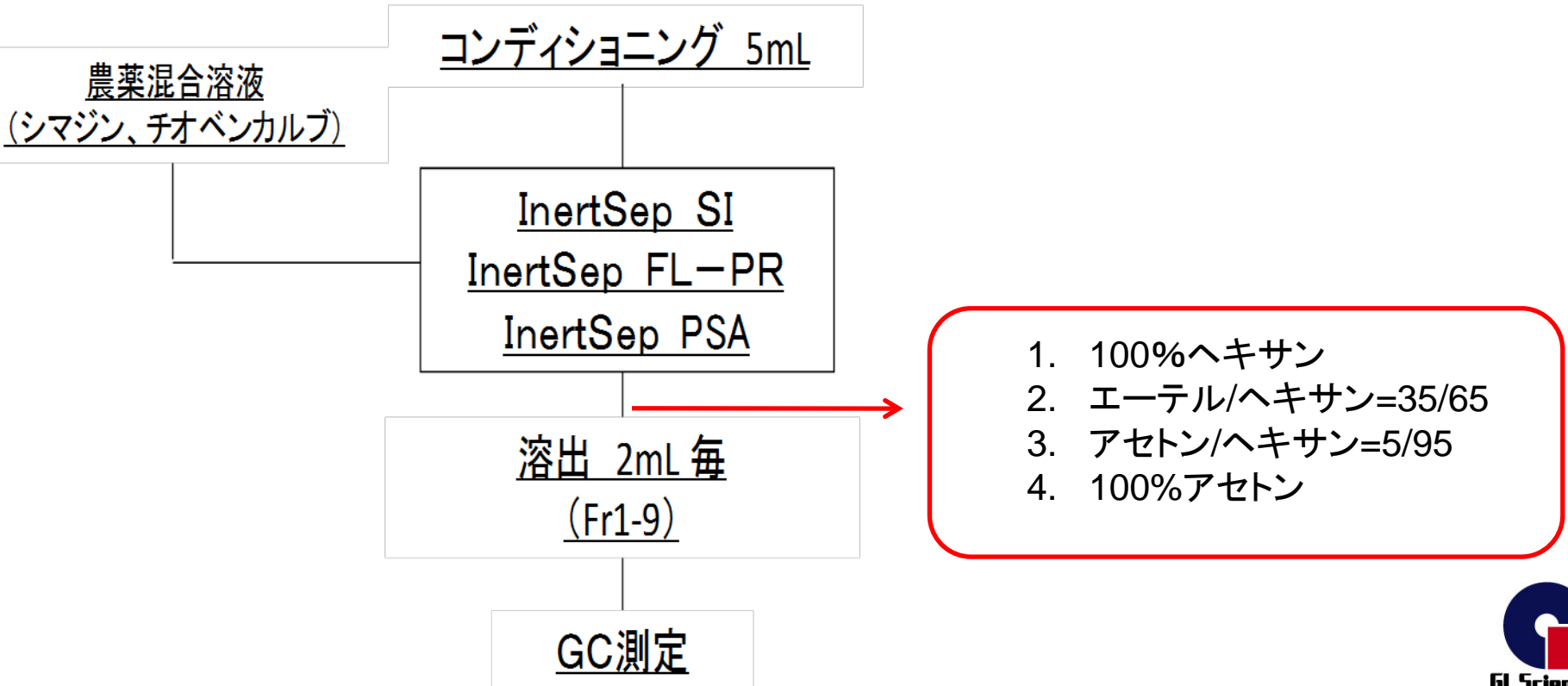


|                 |                     |
|-----------------|---------------------|
| <b>逆相ポリマー固相</b> |                     |
| コンディショニング       |                     |
|                 | アセトン 5mL<br>精製水 5mL |
| 試料負荷 (200mL)    |                     |
| 洗浄              |                     |
|                 | 精製水 10mL            |
| 脱水・乾燥           |                     |
|                 | ← クリーンアップ操作検討法      |
| 溶出              |                     |
|                 | ← 公定方法の処理方法         |
| 濃縮・定容           |                     |
| 測定              |                     |

# クリーンアップ固相の検討

クリーンアップ用として検討した固相は以下の3種類とした。

|                       |                        |                 |
|-----------------------|------------------------|-----------------|
| InertSep Slim J SI    | (500mg, GL Sciences 製) | シリカゲル           |
| InertSep Slim J FL-PR | (500mg, GL Sciences 製) | フロリジル-PR        |
| InertSep Slim J PSA   | (500mg, GL Sciences 製) | エチレンジアミン-N-プロピル |



# 河川水添加回収結果 (n=5,基準値)

## PLS-3のみによる回収結果

| 化合物名       | n=1 | n=2 | n=3 | n=4 | n=5 | Ave | CV  |
|------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| Simazine   | 93  | 95  | 86  | 94  | 95  | 93  | 4.2 |
| Tiobencarb | 80  | 68  | 73  | 71  | 70  | 72  | 6.2 |

## 固相処理条件検討1法(PLS-3 + SI)による回収結果

| 化合物名       | n=1 | n=2 | n=3 | n=4 | n=5 | Ave | CV  |
|------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| Simazine   | 97  | 103 | 99  | 100 | 104 | 101 | 2.8 |
| Tiobencarb | 89  | 80  | 80  | 82  | 80  | 82  | 4.7 |

\*: ヘキサン洗浄5mL

## 固相処理条件検討法(PLS-3 + PSA)による回収結果

| 化合物名       | n=1 | n=2 | n=3 | n=4 | n=5 | Ave | CV  |
|------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| Simazine   | 93  | 90  | 91  | 91  | 95  | 92  | 2   |
| Tiobencarb | 78  | 76  | 81  | 79  | 73  | 77  | 4.2 |