

Agilent Intuvo 9000 デュアル ECD GC システムを用いた 有機塩素系農薬分析

革新技术:デュアルカラム分析用の
GC フローチップモジュール構成



はじめに

有機塩素系農薬は多くの場合、米国環境保護庁¹の Contract Laboratory Program (CLP) のプロトコルに基づいて測定されます。CLP の目的は環境汚染の特定および定量に携わるラボを支援することです。これは汚染現場の清浄のために取るべき改善手順を定める場合に重要になります。有機塩素系農薬は土や堆積物に留まり、水源に影響を与えうため、しばしば標的となります。有機塩素系農薬分析を CLP プロトコル (EPA SW-846 テストメソッド 8081B²) に従って行うラボには、分析コストを最小限に抑えつつ、堅牢でスループットの高い分析を可能にするメソッドが必要です。一般的で非排他的なパラメータで書かれたメソッドでは、消耗品やキャリブレーションプロトコルは選択することができませんが、デュアルエレクトロンキャプチャディテクタ (ECD) によるデュアルカラムで確認をするよう定められています。また、エンドリンと DDT の分解率から測定される不活性度も規定されます。

この設定には、付加価値の高い Agilent Intuvo 9000 GC システムによって容易に対応できます。分解率を限界内に収めつつ 1 回の分析で同定と定量が可能になるように、モジュラ型の不活性フローチップでデュアルカラムを容易に設定することができます。予測されるサンプル (水から土や堆積物まで) の性質を考慮すると、ガードチップがメンテナンスの簡素化に役立ちます。ガードチップを定期的に交換することで、下流のコンポーネントがマトリックスから保護され、カラムのトリミングが不要になります。これによって、リテンションタイムを変えずに、ダウンタイムを短縮することができます。

詳細については、以下をご覧ください。
www.agilent.com/chem/jp

実験方法

Intuvo GC システムは、デュアル ECD 検出器を組み合わせて使用し、注入口スプリッタの構成で使用しました。Agilent CLP1 および CLP2 カラム (123-8336-INT および 123-8232-INT) を用いました。2 ppm に希釈した、カスタム仕様の CLP 農薬標準を用いて、クロマトグラフィーの性能を実証しました。エンドリンと DDT を含む標準を用いて、システム不活性度を検証しました。表 1 に、分析条件を示します。

種々のニーズを満たすために、2 種のメソッドを開発しました。1 番目のメソッドは分析時間 30 分以内に必要な分離度を提供します。2 番目のメソッドは分析時間 11 分で、スピードを重視したものです。選択した分析対象物によっては、分離度要件を満たさない場合があります。

結果と考察

塩素系農薬 20 種を含む標準 (表 2) は、30 分および 11 分の両メソッドを用いて評価しました。30 分メソッドは評価対象の農薬 20 種に対して優れた分離度を示しました。このメソッドにより最適な分離度をもたらされ、分析対象物の多くを分離することができました (図 1)。

GC 分析条件

表 1. Agilent Intuvo 9000 GC システムのパラメータ

パラメータ	30 分メソッド	11 分メソッド
注入口	240 °C	
バルスドスプリットレス	60 psi (0.3 分間)、75 mL/min、0.5 分	
カラム 1	Agilent DB-CLP 1 (30 m × 320 μm、0.25 μm)	
カラム 2	Agilent DB-CLP 2 (30 m × 320 μm、0.50 μm)	
カラム流量	3 mL/min	3 mL/min
オープン	100 °C (1 分間)、 10 °C/min で 225 °C まで昇温 (8 分間)、 30 °C/min で 300 °C まで昇温 (5.25 分間)	120 °C (0.2 分間)、 45 °C/min で 250 °C まで昇温、 18 °C/min で 300 °C まで昇温 (5 分間)
ガードチップ	トラックオープン	
バス	260 °C	
ECD	300 °C、30 mL/min メイクアップ流量	

表 2. 多くの塩素系農薬を含む分析対象物 20 種

分析対象物	分析対象物
1 α-BHC	11 4,4'-DDE
2 γ-BHC	12 ディルドリン
3 β-BHC	13 エンドリン
4 ヘプタクロル	14 4,4-DDD
5 δ-BHC	15 エンドスルファン II
6 アルドリン	16 4,4'-DDT
7 ヘプタクロルエポキシド	17 エンドリンアルデヒド
8 γ-クロルデン	18 硫酸エンドスルファン
9 α-クロルデン	19 メトキシクロル
10 エンドスルファン I	20 エンドリンケトン

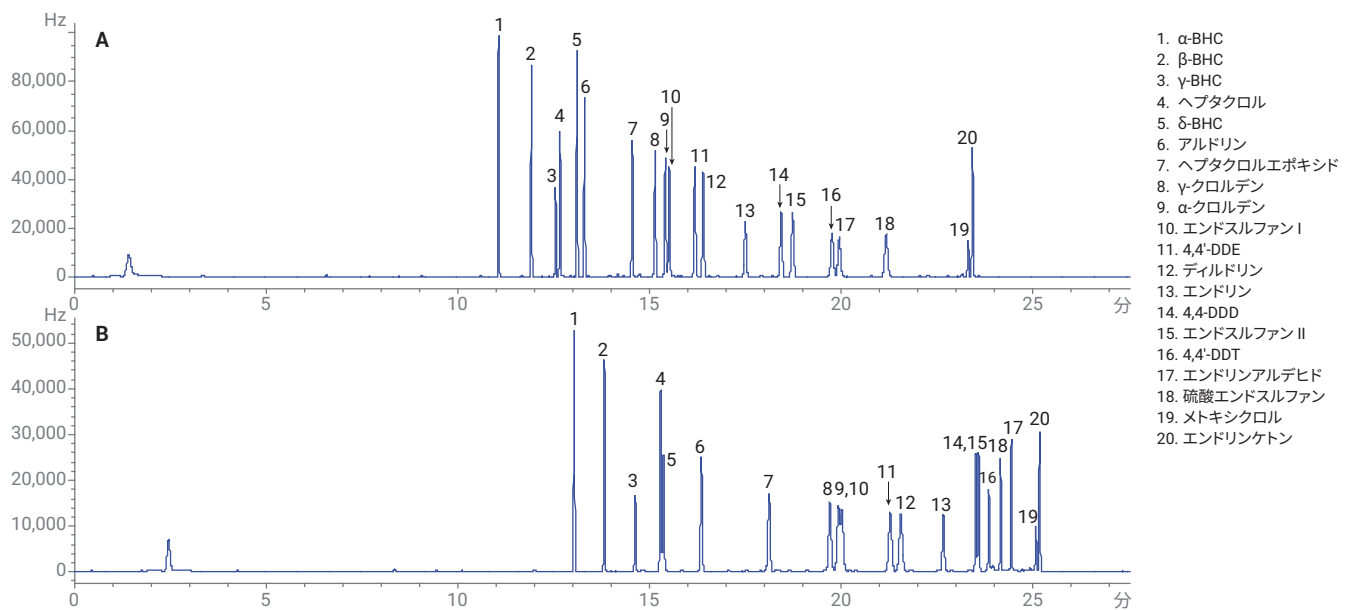


図 1. 分析対象物 20 種に対する優れた分離を示す Agilent DB-CLP1 (A) カラムおよび DB-CLP2 (B) カラム

30 分メソッドでは、エンドリン分解は 7 %、DDT 分解は 2 % でした。EPA 8081B では、分解が 15 % を超えてはならないと規定されており、超えた場合はメンテナンスまたは是正措置を実施しなければなりません。

11 分メソッドは評価対象の農薬 20 種に対して優れた分離度を示しましたが、昇温速度が高速なため、ピークキャパシティが低くなりました。しかし、結果として、農薬 20 種が 9 分以内に分離され

ました (図 2)。分析時間はカラム流量を 6 mL/min に増加させることにより、さらに短縮することができます。

このメソッドでは、エンドリン分解は 8 %、DDT 分解は 3 % でした。堅牢性テストについても、このメソッドで行い、複数回の注入におけるエンドリン分解および DDT 分解をモニタリングしました。エンドリン分解は、注入 100 回後に 15 % (メソッド限界) に達しましたが、これは注入口ライナの交換により改善され、エンドリン分解は 5 % 未満に戻りました。

結論

Agilent Intuvo 9000 GC システムは、塩素系農薬の CLP ガイドラインに基づいたシンプルでわかりやすい評価方法を提供します。ターゲット化合物 20 種に対する適切な分離度は 30 分および 11 分の両メソッドで達成されました。エンドリンと DDT は許容可能な分解レベルであり、システム不活性度を実証しました。エンドリンレベルは 100 回注入後にメソッド限界に達しましたが、注入口メンテナンス (注入口ライナおよびセプタムの交換) を行ったところ、分解はメソッド限界内に戻りました。

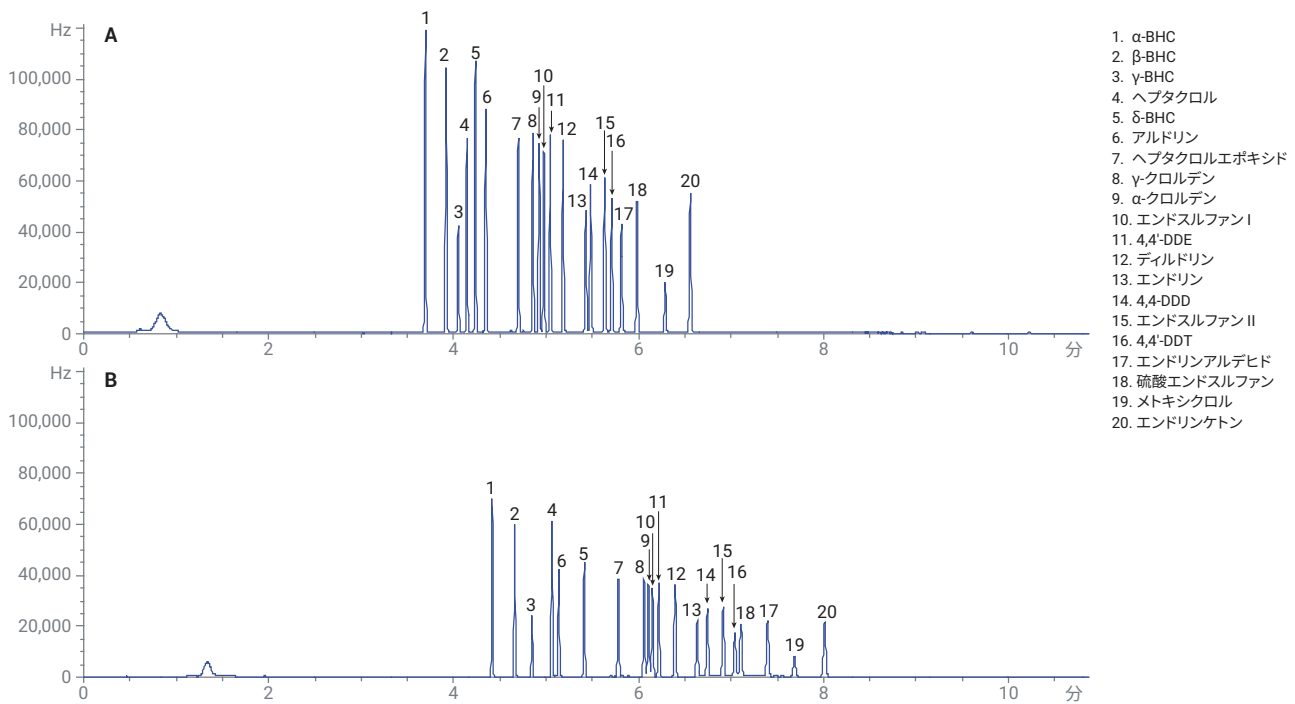


図 2. 9 分以内に優れた分離度を示す Agilent DB-CLP1 (A) カラムおよび DB-CLP2 (B) カラム

参考文献

1. Introduction to the Contract Laboratory Program, EPA 540-R-07-02, January **2007**.
2. Organochlorine Pesticides by Gas Chromatography, EPA Method 8081B, February **2007**.

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2018
Printed in Japan, February 23, 2018
5991-9000JAJP