

キャピラリーGCにおける分析時間の短縮（その2） ショートキャピラリーカラムによる農薬分析

Reduction of Analysis Time in Capillary GC Pesticides Analysis Using a Short Capillary column

分析試料の多様化，分析項目の増加，分析試料数の増加等に伴い，生産性の向上に対して関心が非常に高まっています。ガスクロマトグラフィーにて生産性を向上させるためには，分析時間を短縮することが最も簡便な解決策です。そのためにはカラムを短くする，カラム流量を増加する，カラム温度を高くする等いくつかの方法が考えられます。本アプリケーションニュースでは，内径0.22mm×長さ8m以下のショートキャピラリーカラムを利用し，有機塩素系および有機リン系農薬の分析時間短縮例を紹介します。

一般的に短いキャピラリーカラムの液相絶対量は，通常長さのキャピラリーカラムに比べ相対的に少なくなるため，カラムに対する試料負荷量がより小さくなると考えられます。また短いキャピラリーカラムは，通常長さのものに比べ，低沸点化合物の保持能力は低く，高沸点化合物の溶出も早くなります。

多くの場合，農薬分析は低濃度の分析が要求されます。また，農薬は比較的高沸点化合物が多く，溶出させるために高い温度が必要です。農薬は非常に多くの種類があり，同一の前処理法で抽出，クリーンアップするのは

困難で，単成分～十数成分程度毎に抽出法，クリーンアップ法を変える必要があります。これらの理由から，農薬は，液相絶対量が少なく高沸点化合物の溶出の速いショートキャピラリーカラムの分析対象に適していると考えられます。

これまで農薬の分析には内径0.25～0.53mm，長さ15～30m程度のキャピラリーカラムがよく使用されており，一般的に分析時間は20分以上必要です。

内径0.22mm×長さ25mのキャピラリーカラムで，BHC，ディルドリン，DDT等の代表的な有機塩素系農薬混合試料をスプリットレス分析した例をFig.1に示しました。内径0.22mm×長さ8mのショートキャピラリーカラムで同試料を分析した例をFig.2に，内径0.22mm×長さ4mのショートキャピラリーカラムにて分析した例をFig.3に示しました。4mと8mのカラムとも，25mカラムの分析時間の1/3以下と非常に短時間で分析出来ることがわかります。8mのカラムは4mのカラムに比べ，若干分離は向上していますが分析時間は若干長くなります。4mと8mのカラムの分析とも，カラムが短いと分離能力は低下していますが，それでも13成分の分離は比較的良好です。

(T. Wada)

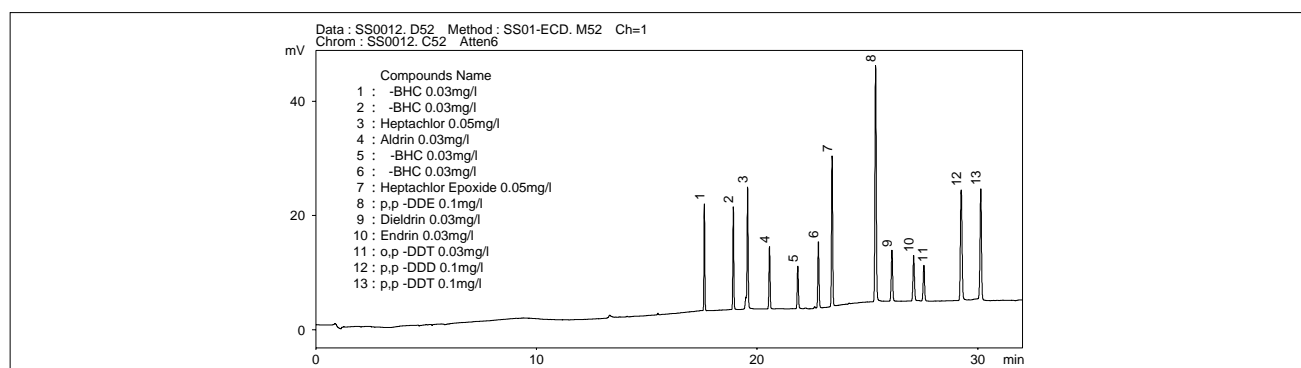


Fig.1 有機塩素系農薬混合標準溶液のクロマトグラム (Column Length 25m, 0.03～0.1mg/l)
Chromatogram of Organochlorine Pesticides Standard Solution

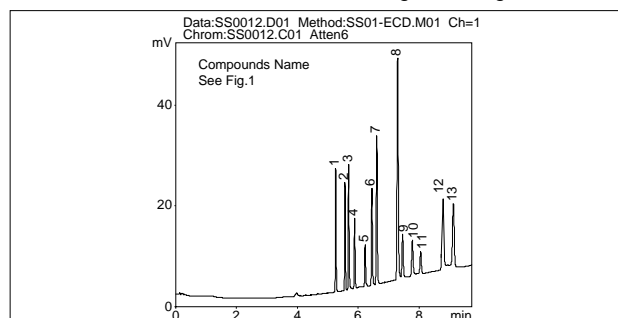


Fig.2 有機塩素系農薬混合標準溶液のクロマトグラム (Column Length 8m, 0.03～0.1mg/l)
Chromatogram of Organochlorine Pesticides Standard Solution

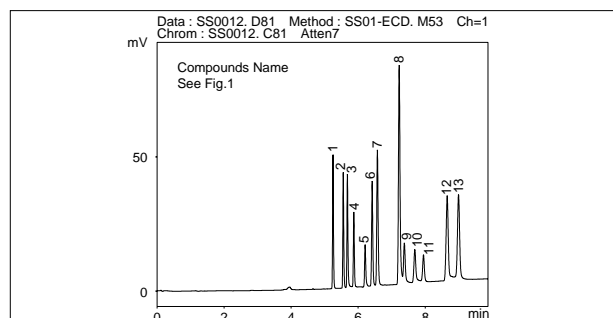


Fig.3 有機塩素系農薬混合標準溶液のクロマトグラム (Column Length 4m, 0.03～0.1mg/l)
Chromatogram of Organochlorine Pesticides Standard Solution

内径0.25mm×長さ30mのキャピラリカラムで、代表的な有機リン系農薬混合試料をスプリットレス分析した例をFig.4に示しました。内径0.22mm×長さ8mのショートキャピラリカラムにて同試料を分析した例をFig.5に、内径0.22mm×長さ4mのショートキャピラリカラムにて分析した例をFig.6に示しました。有機リン系農薬混合試料でも、4mと8mカラムとも30mカラムの分析時間の1/3以下と非常に短時間で分析出来ることがわかります。有機塩素系農薬の分析時と同様、8mのカラムは4mのカラムに比べ、若干分離は向上していますが、分析時間が若干長くなります。両カラムとも、分離能力は低下していますが、それで

も有機リン系農薬12成分の分離は比較的良好です。

実際の環境試料の場合は、クリーンアップで除去しきれないマトリクスが含まれている場合があり、ショートキャピラリカラムでは分離しない成分が出てくる可能性もあります。しかしショートキャピラリカラムで分離しない成分が出てきた場合だけ、25～30mのキャピラリカラムで再分析する、あるいはGC/MSで確認試験をすればより分析効率が向上すると考えられます。

このようにショートキャピラリカラムによる分析をスクリーニング目的として活用すると非常に生産性が向上します。

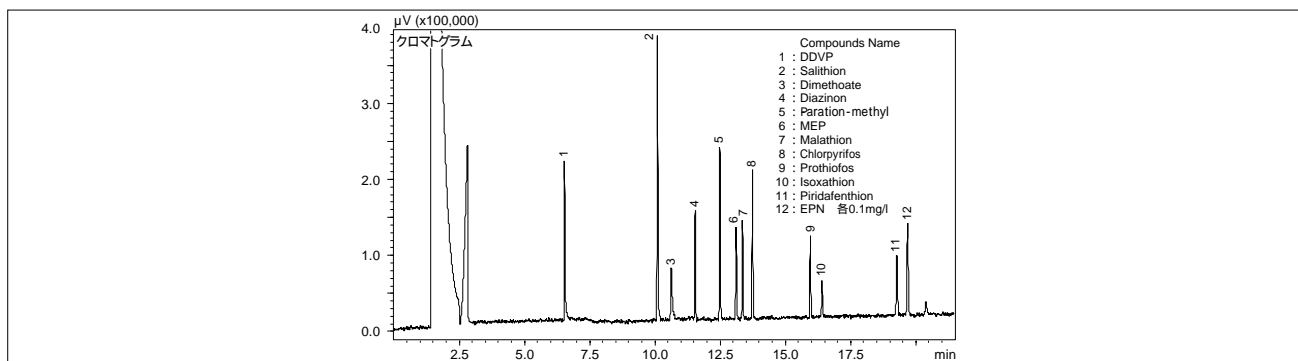


Fig.4 有機リン系農薬混合標準溶液のクロマトグラム (Column Length 30m, 0.1mg/l)
Chromatogram of Organophosphorus Pesticides Standard Solution

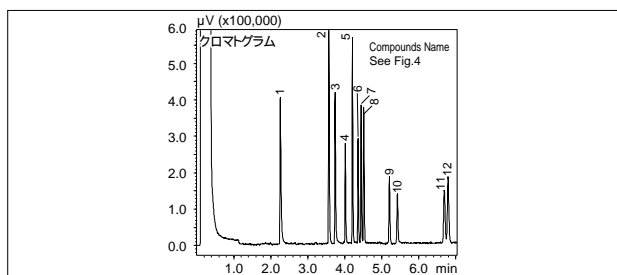


Fig.5 有機リン系農薬混合標準溶液のクロマトグラム (Column Length 8m, 0.1mg/l)
Chromatogram of Organophosphorus Pesticides Standard Solution

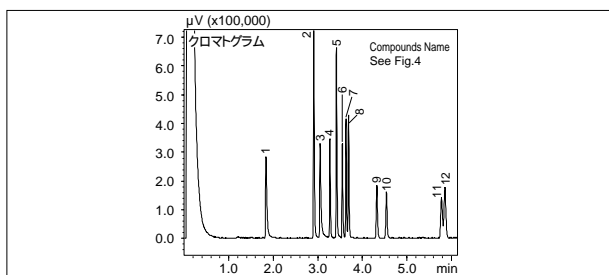


Fig.6 有機リン系農薬混合標準溶液のクロマトグラム (Column Length 4m, 0.1mg/l)
Chromatogram of Organophosphorus Pesticides Standard Solution

Table 1 分析条件 (Fig.1)

Analytical conditions (Fig.1)

Column : CBP10 (OV-1701相当) 0.22mm×25m, df=0.25μm
Col.Temp. : 60 (2min) 10 /min 200 2 /min 250
Carrier Gas : He, 180kPa (2.5ml/min)
Inj.Temp. : 200 , Det : ECD, Det.Temp. : 250 ,
Splitless法 : (Sampling Time : 1min), Inj.Vol. : 1μL

Table 2 分析条件 (Fig.2)

Analytical conditions (Fig.2)

Column : CBP10 (OV-1701相当) 0.22mm×8m, df=0.25μm
Col.Temp. : 60 (1min) 30 /min 200 3 /min 230
Carrier Gas : He, 150kPa (4.7ml/min)
Inj.Temp. : 200 , Det : ECD, Det.Temp. : 250 ,
Splitless法 : (Sampling Time : 1min), Inj.Vol. : 1μL

Table 3 分析条件 (Fig.3)

Analytical conditions (Fig.3)

Column : CBP10 (OV-1701相当) 0.22mm×4m, df=0.25μm
Col.Temp. : 60 (1min) 30 /min 200 3 /min 230
Carrier Gas : He, 40kPa (2ml/min)
Inj.Temp. : 200 , Det : ECD, Det.Temp. : 250 ,
Splitless法 : (Sampling Time : 1min), Inj.Vol. : 1μL

Table 4 分析条件 (Fig.4)

Analytical conditions (Fig.4)

Column : DB-1 0.25mm×30m, df=0.25μm
Col.Temp. : 60 (1min) 20 /min 180 7 /min 260
Carrier Gas : He, 120kPa (1.5ml/min)
Inj.Temp. : 250 , Det : FPD2010, Det.Temp. : 260
Splitless法 : (Sampling Time : 1min), Inj.Vol. : 1μL

Table 5 分析条件 (Fig.5)

Analytical conditions (Fig.5)

Column : CBP1 0.22mm×8m, df=0.25μm
Col.Temp. : 60 (1min) 40 /min 190 7 /min 260
Carrier Gas : He, 150kPa (4.7ml/min)
Inj.Temp. : 250 , Det : FPD2010, Det.Temp. : 260
Splitless法 : (Sampling Time : 1min), Inj.Vol. : 1μL

Table 6 分析条件 (Fig.6)

Analytical conditions (Fig.6)

Column : CBP1 0.22mm×4m, df=0.25μm
Col.Temp. : 60 (1min) 50 /min 180 7 /min 260
Carrier Gas : He, 50kPa (2.3ml/min)
Inj.Temp. : 250 , Det : FPD2010, Det.Temp. : 260
Splitless法 : (Sampling Time : 1min), Inj.Vol. : 1μL

 島津製作所 分析機器事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(075)813-1691

SHIMADZU CORPORATION
INTERNATIONAL MARKETING DIVISION

3, Kanda-Nishikicho 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 101-8448, Japan
Phone : (03) 3219-5641 FAX : (03) 3219-5710
Cable Add. : SHIMADZU TOKYO

3100-10107-18A-1K
2001.10