

# ジニトロアニリン系除草剤の迅速分離法とキャピラリーガスクロマトグラフィー

メタデータ	言語: jpn 出版者: 日本法医学会 公開日: 2013-08-27 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: 熊澤, 武志, 李, 暁鵬, 佐藤, 啓造, 石井, 晃, 妹尾, 洋, 鈴木, 修 メールアドレス: 所属:
URL	<a href="http://hdl.handle.net/10271/1816">http://hdl.handle.net/10271/1816</a>

## ジニトロアニリン系除草剤の迅速分離法とキャピラリーガスクロマトグラフィー

熊沢武志・李 暁鵬・佐藤啓造 (昭大医)  
石井 晃・妹尾 洋・鈴木 修 (浜松医大)

ジニトロアニリン系除草剤は法医毒物学上重要な農薬である。今回の実験では、benfluralin, ethalfluralin, isopropalin, nitralin, pendimethalin, profluralin, trifluralin の7種類について、Sep-Pak<sub>C18</sub> 固相抽出カートリッジによる迅速分離法とキャピラリーガスクロマトグラフィー(GC) 分析を設定したので報告する。

GCは島津製GC-14Bを使用し、カラムはJ&W社製DB-1フューズドシリカキャピラリカラム(長さ30m, 内径0.32mm, 膜厚0.25 $\mu$ m)を用いた。GCの条件は、注入口温度160 $^{\circ}$ C, カラム温度50-280 $^{\circ}$ C(10 $^{\circ}$ C/昇温), ヘリウムガス流量3ml/分, スプリッターはサンプル注入時にスプリットレスモードで、1分後スプリットモードに切り替えた。ジニトロアニリン系除草剤はFig. 1 に示すように、ニトロ基および3級アミン(pendimethalinは2級アミン)を有することから、検出器にはそれぞれに特異的な感度を持つ、島津製の電子捕獲型検出器(ECD)および表面電離検出器(SID)を用いた。Sep-Pakカートリッジは、前処理方法としてクロロホルム/メタノール(9:1), メタノール、蒸留水を順に流す操作を5回繰り返したものをを使用した。

1mlの人体試料(100ngの各除草剤もしくは非添加)に4mlの蒸留水を、全血の場合は9mlの蒸留水を加え、Sep-Pakカートリッジにゆっくり注入する。そのカートリッジを10mlの蒸留水で洗浄し、最後に4mlのクロロホルム/メタノール(9:1)を流し除草剤を溶出させる。溶出液から水層を除去した後、有機層のみを窒素気流下で蒸発乾固し、残渣を100 $\mu$ lメタノールで溶解した後、その1 $\mu$ lをECDあるいはSIDを装着したGCに供する。さらに、同一サンプルをヒューレットパッカード社製の窒素燐検出器(NPD)にて測定し、ECDおよびSIDとの比較を行った。

ECDでの測定では7種類すべての除草剤について比較的分離良く検出され、不純ピークの出現も少なく、除草剤ピークとの重複もほとんど問題にならなかった。回収率は7種類

すべての除草剤について全血の場合約80%以上、尿の場合も約90%以上の良好な結果を得た。検出限界は注入量で45-70pgであった。SIDの場合は不純ピークの出現は少なく、特に全血においてベースラインの安定性が良かったが、7種類のうちisopropalinのみが検出可能であった。検出限界は注入量で全血では約30pg, 尿では約150ngであった。さらに、同じサンプルをNPDで測定したところ、全血および尿由来の不純ピークが検出され、除草剤ピークとの重複も見られた。以上の結果からSep-Pak<sub>C18</sub> カートリッジを用いて人体試料から抽出した7種類のジニトロアニリン系除草剤のGC分析には、ECDを用いるのが最適方法と考えられる。

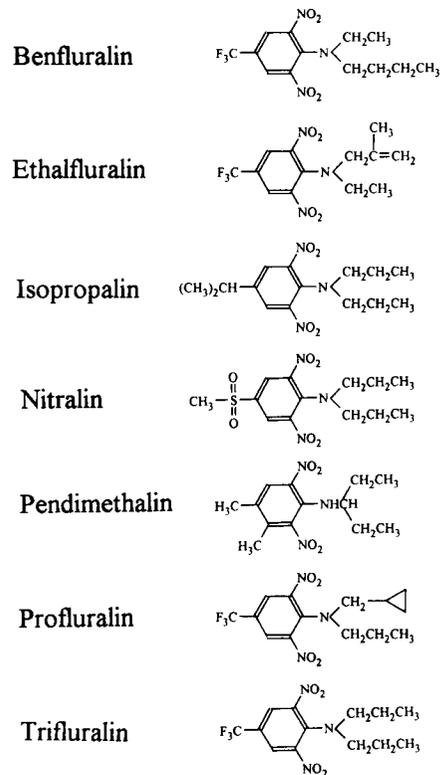


Fig. 1. Chemical structure of 7 dinitroaniline herbicides.