



有機リン剤のSep-PakC18による分離とワイドボアキ ャピラリーガスクロマトグラフィー

メタデータ	言語: Japanese 出版者: 日本法中毒学会 公開日: 2013-08-27 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: 関, 俊亭, 熊澤, 武志, 妹尾, 洋, 鈴木, 修 メールアドレス: 所属:
URL	http://hdl.handle.net/10271/1672

有機リン剤のSep-Pak C18による分離とワイドボアキャピラリーガスクロマトグラフィー

浜松医大 ○劉 俊亭, 熊沢武志, 妹尾 洋, 鈴木 修

SEPARATION WITH SEP-PAK C18 CARTRIDGES AND WIDE-BORE CAPILLARY GAS CHROMATOGRAPHY FOR ORGANOPHOSPHATE PESTICIDES

Jinting Liu, Takeshi Kumazawa, Hiroshi Seno, and Osamu Suzuki

Department of Legal Medicine
Hamamatsu University School of Medicine

1. はじめに

有機リン剤は最初殺虫剤として開発されたが、現在では殺菌剤、除草剤として利用されているものもあり、法医学上最も問題となる農薬である。従来の有機リン剤の抽出は殆どが有機溶媒によって行われてきた¹⁾。今回の報告では有機リン剤について従来の方法よりもはるかに簡便迅速なSep-pak C18 カートリッジによる抽出分離法と、法中毒学の分野でもますます繁用されつつあるワイドボアキャピラリーガスクロマトグラフィー (GC) において良好な結果を得たので報告する。

2. 実験方法

使用した有機リン剤はDDVP, IBP, parathion methyl, parathion, ethion, fenitrothion, malathion, ENP, phosalone, methidathion, isoxathion の11種類であり、それぞれの純品を各メーカーより入手した。Sep-Pak C18 カートリッジはウォーターズ社製、使用したカラムはSupelco 製フューズドシリカワイドボアキャピラリーカラムSPB-1 とSPB-5 の2種類で、共に15m×0.53mm i.d., film thickness 1.5μmである。健康人より採取した尿と血漿、さらに死後30時間程度の解剖死体より採取した全血を試料として使用した。

有機リン剤を含む人体試料1mLに9mLの蒸留水に混ぜる。Sep-Pak C18 カートリッジの前処理として、10mLクロロホルム/イソプロパノール (9:1)、10mLアセトニトリル、10mL50%アセトニトリル水溶液、次ぎに10mL蒸留水をカートリッジに流す。上記人体試料液をカートリッジにゆっくり流す (5mL/分以下)、カートリッジに10mL蒸留水を流し洗浄する。最後に3mLクロロホルム/イソプロパノール (9:1) を流し、有機リン剤を溶出する。水層を除去し、有機層を窒素気流下で蒸発乾かし、残渣を0.1mLアセトニトリルに溶かし、GC分析に供する。

GC分析は島津GC-4CMガスクロマトグラフを用い、元素検出器 (FID) を用いて行った。ワイドボアキャピラリーGCはSPB-1 カラムの場合は注入温度300℃、カラム温度80~290℃、15℃/分の昇温で行った。SPB-5 カラムでは100~275℃、10もしくは15℃/分の昇温条件で行い、窒素流量はいずれも20mL/分である。

3. 結果

図1に無極性ワイドボアキャピラリーカラムSPB-1 を用いた場合の尿、血漿、全血についてのガスクロマトグラムを示す。11種類の有機リン剤の各ピークの分離は良好であり、回収率も優れており、いずれの薬剤に関しても60%以上であった。有機リン剤を添加しないブランクのガスクロマトグラムを測定したところ、不純ピークの大きさは小さく殆ど問題とならなかったが、Sep-Pak C18 由来と思われる1個のピークだけが比較的大きく現れた。このピークの大きさは、カートリッジの洗浄や、再利用を繰返すことに小さくなり、再利用の回数を重ねたカートリッジを用いた場合は問題にならない。カートリッジは目づまりを起こさない限り、5回以上使用可能であった。不純ピークは図1中のピーク9すなわちethionに重複するが、もしこの不純ピークとの分離が必要な場合には微極性のSPB-5 カラムの使用が有効であり、この場合methidathionとethionの間に分離して現れた。

4. 考察

本報告では、Sep-Pak C18 カートリッジを用いて、有機リン剤について人体試料からの簡易迅速分離法を設定し、ワイドボアキャピラリーGCで分析を行った。有機リン剤のSep-Pak C18 カートリッジによる分離に関して唯一報告がある²⁾。この報告ではazinphos methyl をカートリッジにかけ、型どおりアセトニトリルで溶出している。われわれもアセトニトリル溶出を試みたが回収率は50%以下であり、さらに不純ピークが多く現れ、今回のクロロホルム/イソプロパノール (9:1) を用いた方法に比べてはるかに劣っていた。今回のGCではFIDにて検出したが、窒素リン検出器の使用によってはるかに感度を上げる事が可能であり、法中毒学のみならず、環境化学の分野でも、本報告内容は利用価値が高いものと思われる。

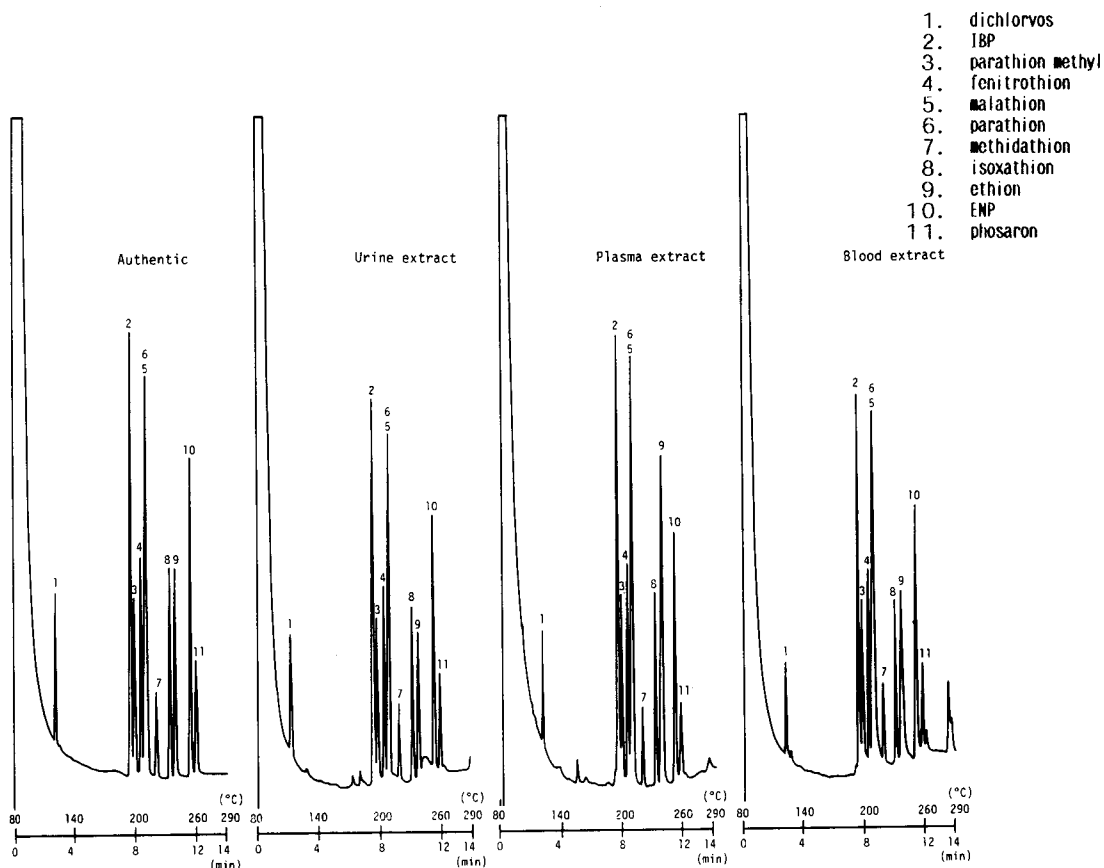


図1. Sep-Pak C18 カートリッジ分離による有機リン剤のワイドボアキャピラリーGC

S U M M A R Y

A method for isolation of various organophosphate pesticides from human samples with Sep-Pak C18 cartridges, before wide-bore capillary gas chromatography, is presented. The pesticide-containing sample, after dilution with water was applied to cartridges and eluted with chloroform/isopropanol(9:1). The recoveries were satisfactory for each pesticide. We can recommend our isolation method because of its simplicity and rapidity

5. 文献

- 1) 日本薬学会編、薬毒物化学試験法注解、第3版、南山堂、東京、1985, pp. 271- 286.
- 2) R. J. Bushway, J. Liquid Chromatogr., 5, 49(1982).