

高速向流クロマトグラフを用いた残留農薬の精製法 ネギ中のクロロタロニル (TPN) の精製

○岡田 靖則 岡田 吉弘
クツワ産業株式会社

【目的】クロロタロニル (以下TPN 農薬_殺菌剤ダコニール1000) はホームセンターで販売されており、広く使用されている。



食品中の残留農薬分析の前処理では、色素を除去するためにグラファイトカーボン (固相カートリッジ) を使用するが、分子構造が平面であるTPNは、色素除去の際、グラファイトカーボンに吸着する為、回収率が極めて悪い。厚労省の通知試験法にも分析法が見当たらない。そこで、高速向流クロマトグラフを用いる簡便な方法で、TPNを分離できたので報告する。

【方法】ネギアセトニトリル抽出液中のTPNと水溶性葉緑素クロロフィルbの分離をアセトニトリルとヘキサンとの二層溶媒と高速向流クロマトグラフを用いて行う。

使用機器 高速向流クロマトグラフ E a s y - P R E P 30mlカラム ID1.0mm

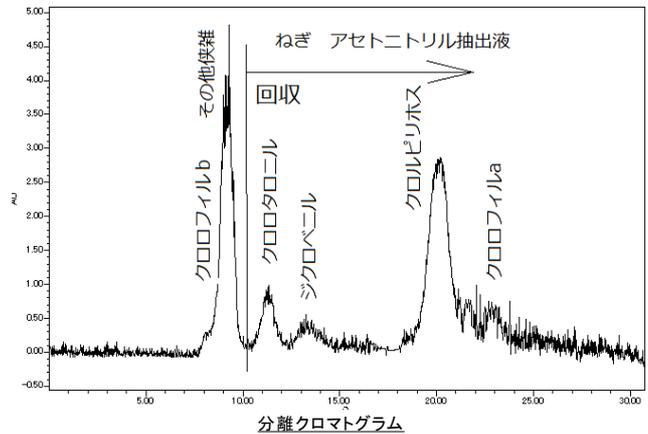
回転数 1250RPM MODE Head TO Tail

固定相 ヘキサン30ml 移動相アセトニトリル 流速0.8ml/min

PUMP LC20A DET PDA

添加農薬 適当量 INJECTION 500uL

サンプル ネギアセトニトリル抽出液



水溶性狭雑物溶出後、農薬を回収したのちに、固定相を押出することで農薬は回収できた。脂溶性狭雑物が含まれても良い場合、水溶性狭雑物を選択的に回収したのちに、N2ガスパージでカラム内のTPNを含む溶液を全量回収することも可能である。

【結果】

グラファイトカーボンの代替方法として、高速向流クロマトグラフを用い、色素クロロフィルbとTPNを分離できた。高速向流クロマトグラフィーはチューブ式の連続分液ローテで分配係数の差が0.1有れば分離できる。固定相の回収も容易であるため、用途は広い。本条件では、沸点が低い溶媒を用いており、後処理が容易になると予測される。

GCMS一斉分析に加えられるか否かは今後の課題と考える。

クロロタロニル (TPN).

融点252.1℃ 沸点>300℃

水溶解度 $8.1 \times 10^{-2} \mu\text{g/L}$

半減期 15時間 (25℃ 水)

