

# 高速向流クロマトグラフを用いた環境水中の農薬類等の濃縮法

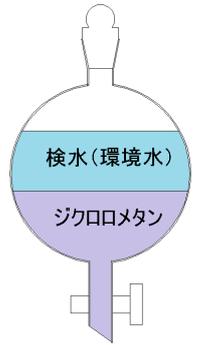
環境水中の農薬類等(有機物)の濃縮は、固相カートリッジ(PS-2等)に吸着させ、ジクロロメタンで溶出して処理されている。しかし、回収率の良くない農薬類等も存在している。原因として、固相カートリッジへの吸着および脱着時のロスが考えられる。

そこで、固相カートリッジを使わず、効率良くジクロロメタンに直接分配させ、さらに濃縮を行う方法について解説する。

- ①高速向流クロマトグラフを用い、固定相にジクロロメタンを導入し、検水をカラム内に通すことで、農薬類等をジクロロメタンに分配及び濃縮を効率よく、同時に行う。
- ②官能基の選択、コンディショニングやカートリッジの個体差を考慮する必要がない
- ③高い回収率
- ④ランニングコストが安価
- ⑤固定相が液体であるため取り出しが容易(N<sub>2</sub> or 溶液)

## 高速向流クロマトグラフ(HSCCC)は

向流クロマトグラフは図1の様に分液ロートの原理をを細管チューブ内で行う装置です。図2の様に少量のジクロロメタンの下側から環境水をゆっくり導入すると水は上へあがっていきます。水中の有機物はジクロロメタン相で留まり水と分離します。(ドロップレット式向流クロマトグラフ)



高速向流クロマトグラフは細管チューブをさらに細く長くする事が可能です。細管チューブを巻いた回転体(カラム)が公転( $\omega$ )自転( $2\omega$ )をシンクロ

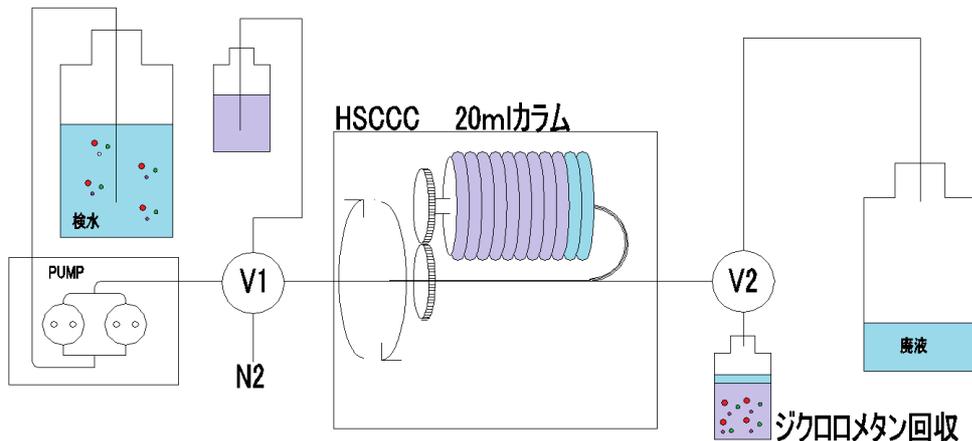
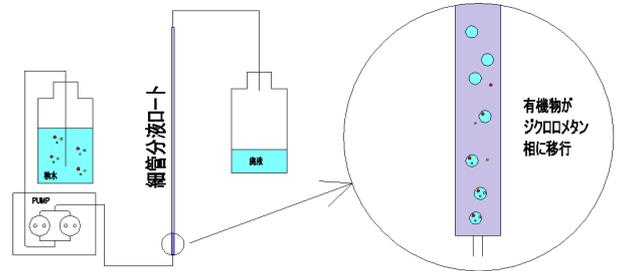
しながら、高速回転することでチューブ内は(1000RPMで16回/秒以上攪拌)することで、固定相と移動相は

細かい液滴状態で効率良く分配を繰り返し、固定相と移動相は異なった挙動を示す(アルキメデスのスクリュウ効果)

固定相(ジクロロメタン)はポンプ側に逆流し、移動相(検水の水)は固定相の後に追従し出口側に出て行きます。細く長いチューブ内でジクロロメタン相が細かい液滴のバリアー

(数メートル長)を形成し、その中を環境水が細かい液滴状態で通過していくイメージです。

殆どの有機物が少量のジクロロメタンで分配(トラップ)されます。



HSCCC 環境水中の有機物濃縮 構成図

### 【精製用機器及び概要】

検体:ジクロベニル DBN 100ppb 100ml水 (10ppmジクロロメタン溶液 1ml 注入)

固定相:水飽和ジクロロメタン 10ml

使用装置:高速向流クロマトグラフ装置 Easy-PREP H 型

カラム:20mlのコイルプラネット型

実験条件:TAIL to HEAD 1200rpm ポンプ 5ml/min

固定相導入:ガラス製注射器 10ml

移動相送液ポンプ

### 【実験手順】

- 1 カラム内に固定相(水飽和ジクロロメタン 10mlを導入)
- 2 検体(100ml)をセット
- 3 高速向流クロマトグラフを運転
- 4 検体用送液ポンプを運転
- 5 検体通液完了後、で容器を洗浄、洗浄液も、検水と同様に高速向流クロマトグラフカラム内を通過させる。
- 6 N<sub>2</sub> ガスを用いて固定相(ジクロロメタン相)を回収
- 7 ジクロロメタン相と調整済みサンプルを濃度を比較

### 【定量用機器】

1. Shimadzu LC-20A
2. Agilent 380-ELSD
3. マニュアルインジェクタ
4. データ処理装置 クロムステーション

### 結果

検水中のジクロベニル DBN はジクロロメタン相で 100%回収  
良好な結果が得られた。

### 参考文献

全国環境研究会誌 Vol.39 No.1(2014)

ジクロロメタンのほか、ヘキサン、ヘキサントルエンでも可能

