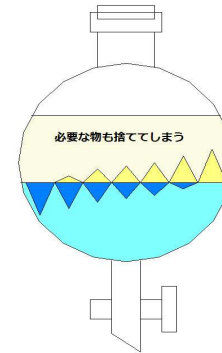


高速向流クロマトグラフ(HSCCC)を用いた 残留農薬・動物医薬品分析への活用法の検討

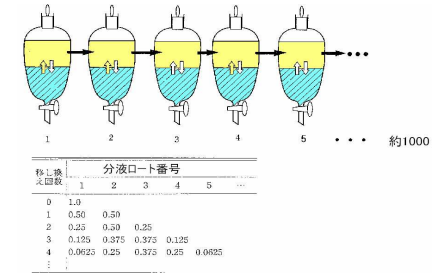
- 主成分の除去 10
分取して除去、他を回収
- ターゲット農薬 14
農薬100%回収(逃がさない)
- CCC_SEP-PAK 15
簡易精製 C18 PS-2 Silica MY-BREND

不可逆的吸着が無く、回収率100%分離法

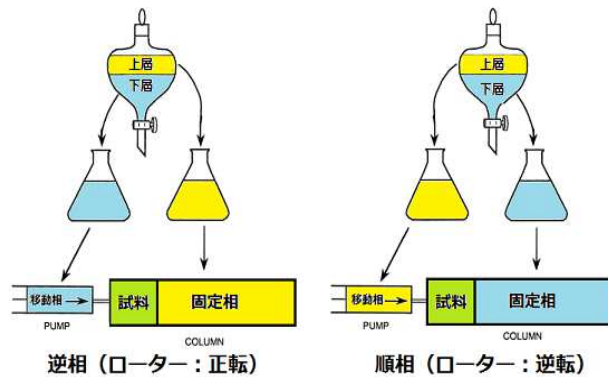
分液ロート



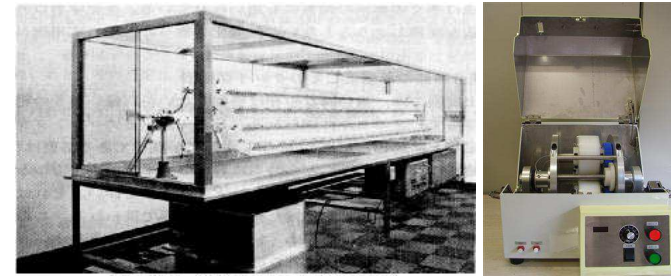
連続分液ロート



高速向流クロマトグラフ:HSCCC は連続分液ロート High-Speed Counter-Current Chromatography 同一溶媒で順相、逆相が可能

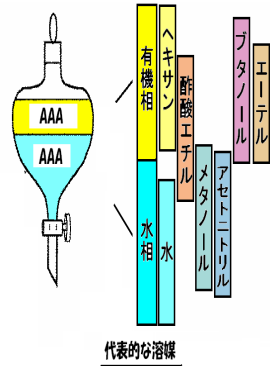


Craigモデル 1950年代 現在は



自動式クレイグ向流分配装置(1000セル)

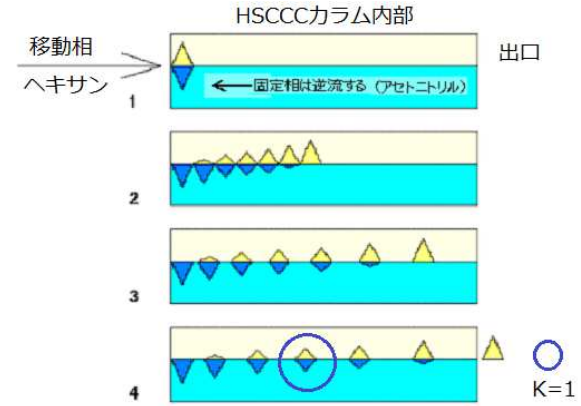
分取目的の溶媒調整



1. 上相 下相の分配係数 (K=0.5~1)なる様に溶媒を調整する。(Aは K=1)
2. K=1の溶媒を作れば溶出位置が決まってくる
固定相量と移動相量が等しい所に溶出 (分配係数の順)

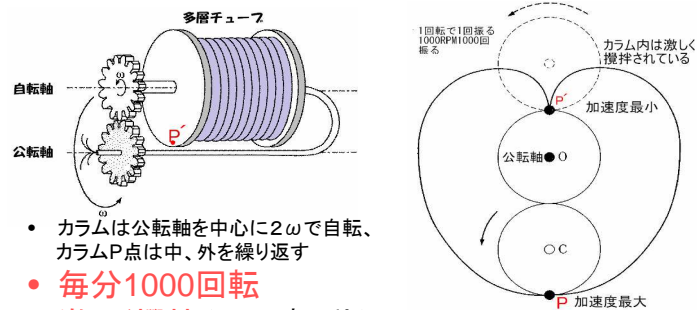
高速向流クロマトグラフとは チューブ式の連続分液ロート

ヘキサン/アセトニトリルの場合



6

メカニズム(コイルプラネットJ型)

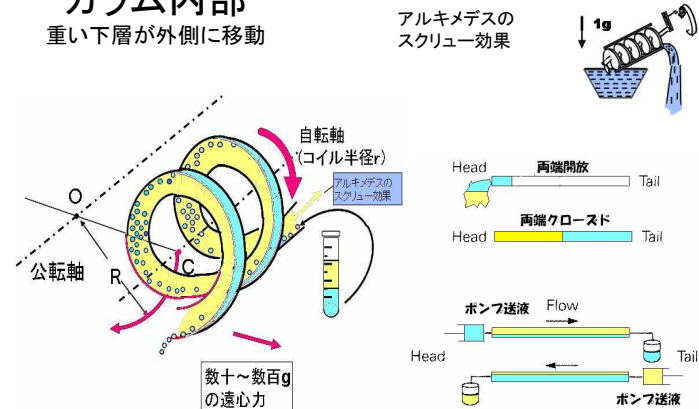


- カラムは公転軸を中心に 2ω で自転、カラムP点は中、外を繰り返す
- 毎分1000回転
- 激しく攪拌(16公転/秒)
- 細かい液滴で液液分配

7

カラム内部

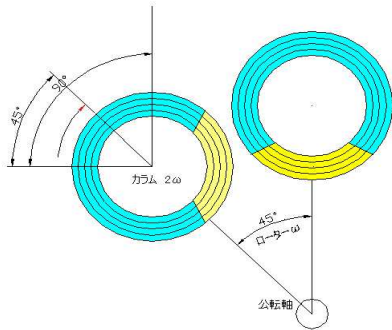
重い下層が外側に移動



8

回転すると固定相が逆流

カラムはローター1公転(ω)で2自転(2ω)
動的平衡が取れると固定相は保持され保持率は安定する



9

残留農薬精製例 (その1)

(主成分が邪魔になる場合)

黒コショウ中のピペリンを単離(除去)

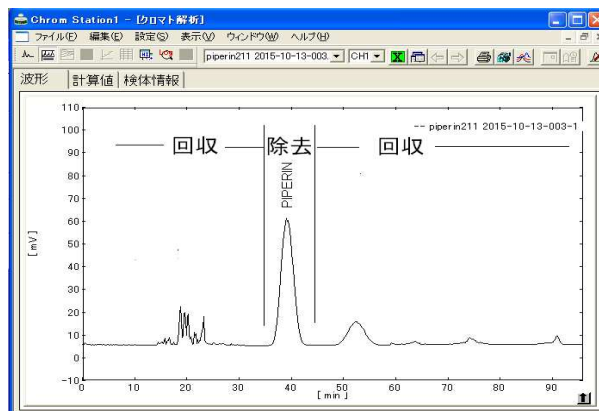
アセトニトリルに分配する為、除去が難しい

溶媒調整

ヘキサン:アセトニトリル:水
=4:1:4~4:1:3(早めに溶出)

10

ピペリン+農薬(MIX) ELSD



11

主成分を除去 ピペリン(黒コショウ)+農薬MIX

- | | |
|--|--|
| <ul style="list-style-type: none"> • Azamethiphos • Oxycarboxin • トリフミン • ダコニール1000 • スミチオン • メフェナセット70 • クロルピリホス | <ul style="list-style-type: none"> • Amprolium • Ciprofloxacin • メブロニル • オルトラン • スミレックス |
|--|--|

市販の農薬含む

HSCCCは粗精製で分離可

各1mg or 1uL

添加 /10mlアセトニトリル+2ml水

12

ピペリン+農薬MIX 分離条件

- サンプル ピペリン 1.7ml (8mg/20ml)
(アセトニトリル5ml+水15ml)
- 農薬 MIX 0.5ml 各1mg or 1 μ L
(アセトニトリル10+水2ml)ループ 2ml
- カラム容量 75ml ID1.0mm
- 流速 移動相下層 1.0ml/min
58分から上層(押出) 2.0ml/min HSCCC回転数 1200RPM
- ELSD NEB50°C EVAP75°C ガス流量1.5

13

ターゲット農薬精製 (その2)

生姜抽出液 精製後の夾雑物が少ない

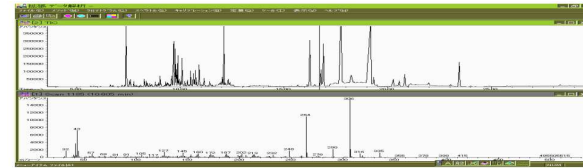


図1: 生姜抽出エキス通常精製 (SIMのトータルイオンクロマト; TIC)

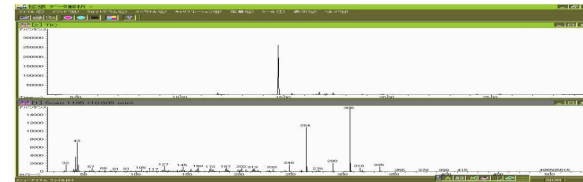


図2: 生姜抽出エキス+50ppm プロシミドンの向流クロマト精製 (SIMのTIC)

14

CCC_SEP-PAK (応用 その3)

固体充填剤を使わないSEP-PAK(固定相回収できる)

- SEP-PAK C18 ヘキサン 1cc(任意)を固定相に逆相
- SEP-PAK Silica 水層を固定相 移動相 ヘキサン、ヘプタン、ブタノール サクエチ tBMEなどで順相
- SEP-PAK PS-2 ジクロロメタンを固定相に水(検体)を移動相
カラム内で濃縮 ジクロロメタンに直接分配、固定相を回収
ジクロロメタン1ml(固定相) 水(検体:移動相) 100mlで100倍濃縮
- SEP-PAK MY-BREND 自在に調整 酸他
- 分配係数を出すのに便利 (2層溶媒のどちらも注入可能)
溶媒置換不要

15

まとめ

- 回収率100%
精製過程で吸着等のロスがない。
- 主成分の除去が可能
分取して除去、他を回収
- ターゲット農薬
農薬100%回収(逃がさない)
単離溶媒(例 K=1)なら他の物と重なりにくい
- 固定相の回収が可能

16