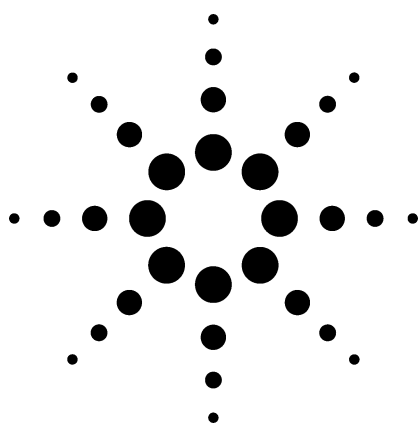




シャンプーおよびローション中に含まれる 合成ピレスロイド殺虫剤の HPLC 定量 アプリケーション

環境、生活科学

著者

Coral Barbas and Luis Saavedra
Facultad de CC Experimentales y de la Salud
Universidad San Pablo-CEU
Urbanización Montepríncipe,
Boadilla del Monte, 28668 Madrid,
Spain

Andre Dams*
Agilent Technologies, Inc.
Amstelveen
The Netherlands

Ronald E. Majors
Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19808-1610
USA

*Present address:
Andre Dams
Analytical Consultancy, Amstelveen
The Netherlands

はじめに

ペルメトリン (図 1A および 1B) は、塩素化合成体であるピレスロイド系殺虫剤で、これらの殺虫剤は菊の花から抽出された天然殺虫剤としてよく知られている除虫菊 (*pyrethrum*) 成分を模したものです。ペルメトリンには、家庭用の殺虫噴霧剤、庭やペット用のダニ除けやノミ除けスプレー、農作物や家畜用のスプレー、蚊の駆除とさまざまな用途があります。ペルメトリン製剤は、さまざまな種類の殺虫剤の効果を強化するために用いられるピペロニルブトキシド (図 1C) と併用して、主に毛ジラミの退治として使用され、液体やゲル、シャンプーの形で提供されます。近年は、HIV 感染患者における疥癬などの日和見感染の増加により、こうした物質を製品に配合することに関心が高まっています。そのため、ペルメトリンおよびペルメトリンの共力剤であるピペロニルブトキシド (PBO) の分析は、微量レベルだけでなく製品配合レベルでも重要となっています。

要旨

シャンプーおよびローション中に含まれている合成ピレスロイドである *cis*- および *trans*-ペルメトリン、ならびに共力剤ピペロニルブトキシドは、製品を希釈、濾過の後、RPC HPLC カラム ZORBAX Eclipse XDB-C18 に注入することによって容易に分離できました。すべての化合物は、水-メタノールのアイソクラティック移動相を使用して、ベースラインに上に対称形のピークとして分離できました。



Agilent Technologies

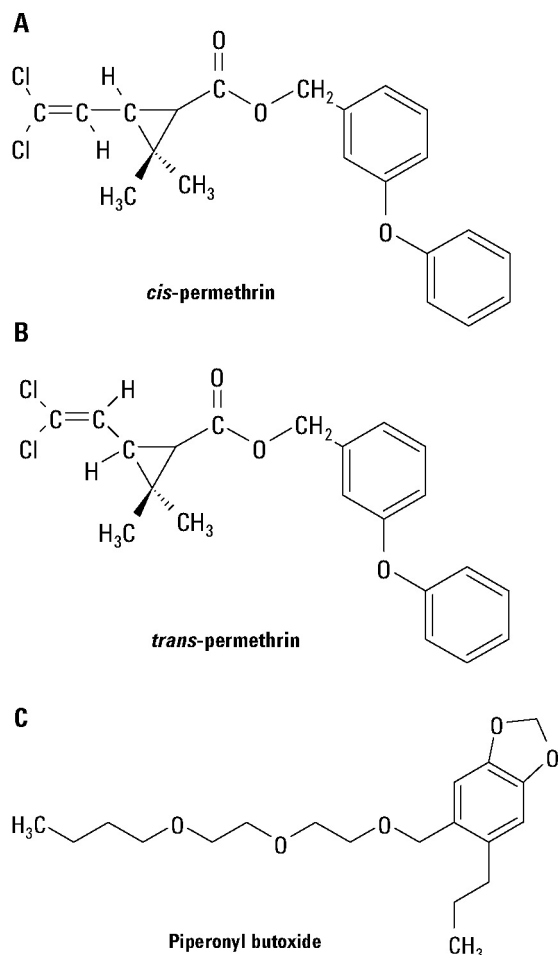


図 1 *cis*-ペルメトリン (A)、*trans*-ペルメトリン (B)、ピペロニルブトキシド (C) の化学構造式

化学的特性

ペルメトリンが有する 2 種類のジアステレオマーは、化学的特性、物理的特性、および毒物学的特性が異なります。ペルメトリンおよび PBO はともに疎水性であり、極性官能基は有しません。これらは水には不溶性で、水混和性の有機溶媒によく溶けます。また、これらの物質は、バッファを使用せずに逆相クロマトグラフ (RPC) で分離できます。しかし、pH の調整は、マトリックスによりますが、殺虫剤からマトリックス成分を分離する際に便利となる場合があります。

クロマトグラフのメソッドとアプリケーション

本例で行ったシャンプーおよびローションに含まれる上記化合物の分析では、異常なマトリックス効果は認められませんでした。そのため、試料の調製は、メタノールによるサンプル希釈の後、0.45 μm メンブレンフィルタによる濾過のみで、そのまま HPLC カラムへ注入しました。図 2 に、3 種類の標準品について RPC 分離を示します。3 種類の化合物とも、3.5 μm 粒径、4.6 $\times$ 150 mm の ZORBAX Eclipse XDB-C18 カラムにて 35 $^{\circ}\text{C}$ で良好に分離されました。水-メタノールの移動相を使用すると、ピークは高い対称性を示し、分離に要した時間はわずか 6 分間でした。ダイオードアレイ検出器 (DAD) により 272 nm で検出しました。図 2 では、少量の不明な不純物が認められます。分析条件を表 1 に示します。

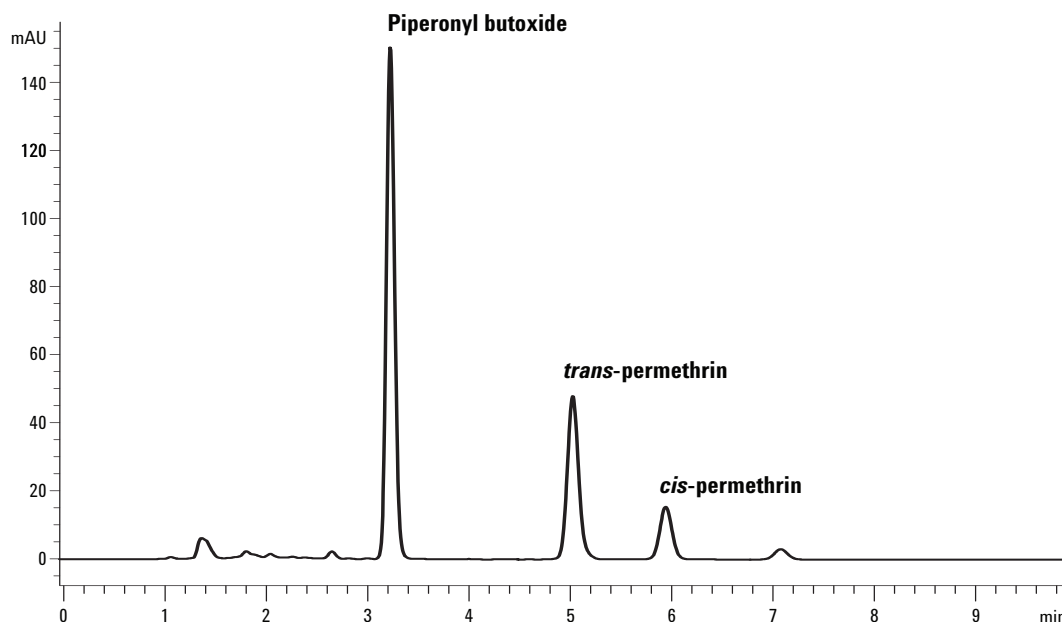


図 2 ペルメトリンとピペロニルブトキシド標準品を分離したクロマトグラム

表 1 分析条件

装置	Agilent シリーズ 1100
カラム	4.6×150 mm、3.5 µm (ZORBAX Eclipse XDB-C18)
移動相	水-メタノール (10:90 V/V) (G1311A クォータリポンプ)
流量	1 mL/min
温度	35 °C (G1316A カラムコンパートメント)
検出器	シリーズ 1100 ダイオードアレイ検出器 (DAD) (G1315A)、 272 nm (10): Ref. 360 nm (100)
注入量	20 µL
標準試料	ペルメトリン 0.064 mg/mL、PBO 0.24 mg/mL
標準試料の調製	ペルメトリン 40 mg、ピペロニルブトキシド 120 mg を 100 mL メタノールに溶解し、その 4 mL をメタノールにて 25 mL に希釈。
サンプルの調製	シャンプーまたはローション 160 mg を 25 mL メタノールに 溶解した後、0.45 µm メンブレンフィルタで濾過。

図 3 に、希釈および濾過したローションサンプルの HPLC クロマトグラムを示します。このサンプルには、ペルメトリンの *cis*- および *trans*- ジアステレオマーならびに PBO が含有されています。このクロマトグラムでは、空隙容積 (1.4 min) の直後に小規模の不明なピーク溶出が 1 つ認められるもののかなり明解なチャートになっています。図 4 に示すシャンプー抽出物では、PBO の後に溶出している化合物が 1 つ存在し、また、空隙容積の直後に若干量の保持力の弱い複数の化合物が存在していることが分かります。

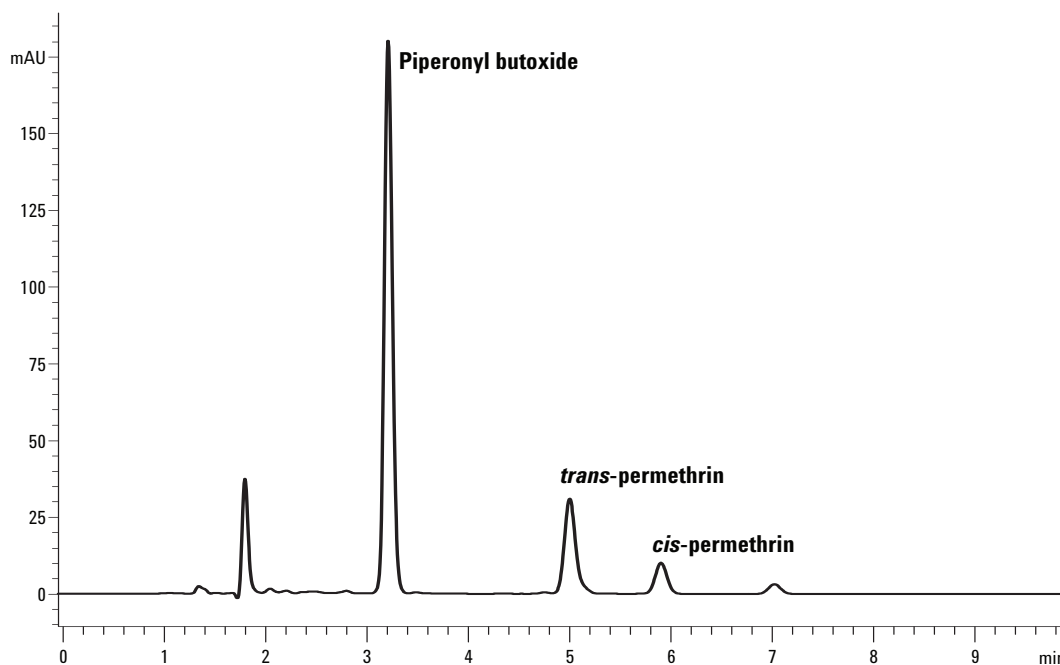


図 3 ローション中に含まれるペルメトリンとピペロニルブトキシドについての定量結果

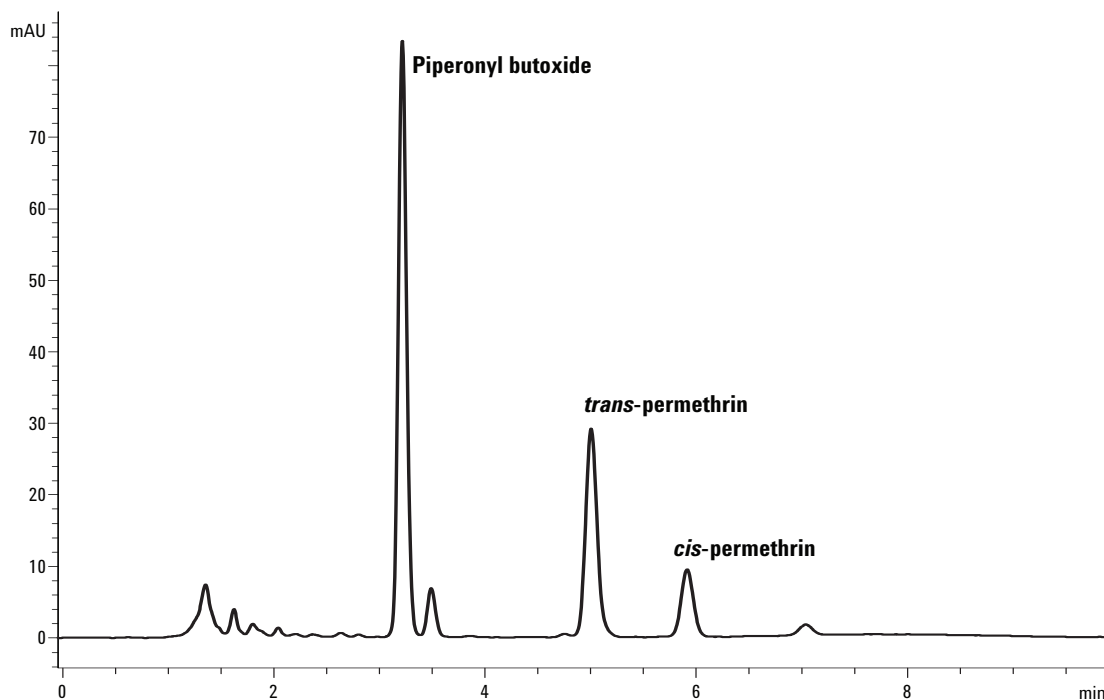


図4 シャンプー中に含まれるベルメトリンとピペロニルブトキシドについての定量結果

結論

シャンプーおよびローションに含まれている合成ピレスロイドの *cis*- および *trans*-ベルメトリン、ならびに共力剤 PBO は、製品を希釈、濾過の後、そのまま C18 RPC HPLC カラムに注入することによって容易に分離できました。すべての化合物は、水-メタノールのアイソクラティック移動相を使用して、ベースライン上に対称形のピークとして分離できました。

詳細情報

弊社製品とサービスについて更に詳しい情報をご希望のお客様は弊社Web サイト (www.agilent.com/chem/jp) をご覧ください。

お問い合わせは： 0120-477-111

横河アナリティカルシステムズ株式会社

〒192-0033 東京都八王子市高倉町9-1

Agilent は、万一この資料に誤りが発見されたとしても、また、本資料の使用により付随的または間接的に損害が発生する事態が発生したとしても一切免責とさせていただきます。

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります

© Agilent Technologies, Inc. 2005

Printed in Japan
October 14, 2005
5989-3633JAJP



Agilent Technologies