

Agilent EnviroPrep を用いた 農薬分析における 1 ステップ抽出精製

アプリケーションノート

食品分析および農薬分析

著者

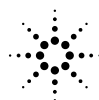
Greg Saunders、Ben MacCreath
Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19809-1610
USA

はじめに

高性能ゲル浸透クロマトグラフィー (GPC) を用いれば、土壌や動物組織といったさまざまな有機マトリックスに含まれる農薬の測定において、簡単な 1 ステップ精製手順が実現します。GPC により、マトリックスが抽出され、脂質、ポリマー、天然樹脂、分散高分子量成分などの高分子量フラクションが除去されます。これらの物質は揮発性が比較的低いため、農薬や他の汚染物質の GC/MS 分析の前に抽出液から除去すれば、GC カラムの寿命が延び、分析の効率が高まります。

土壌抽出液の精製における分取 GPC の適用は、EPA メソッド SW846-3640 と、US EPA CLP 有機分析のための作業指示文書番号 OLM01.0 で記述されています。分取 GPC の利点は、優れたサンプルロード性能とフラクション収率が得られることです。この点は、微量の汚染物質を分析する場合に特に威力を発揮します。また、分析 GPC メソッドの適用により [1]、精製時間や溶媒消費量の削減という利点が得られます。

Agilent EnviroPrep GPC は、ポアサイズが比較的小さく (100Å)、排除限界が低い (4,000 g/mol) ことから、この種の分取アプリケーションに最適なカラムです。粒子径分布の最適化により、高い分離能とローディング性能 (この分析では各成分のオンカラムローディングが 10 mg 以上) が実現しています。GPC カラムとシステムの性能の評価方法としては、テスト溶液の分離が推奨されています。



Agilent Technologies

メソッドと結果

この分析ではジクロロメタンを使用しましたが、この種の簡単な GPC 精製には、酢酸エチル/シクロヘキサン混合物 (1:1) などの非塩素化溶媒も使用できます。図 1 のクロマトグラムは、混合溶液に含まれる主成分が良好に分離されていることを示しています。

1. コーンオイル (25,000 mg/L)
2. ビス (2-エチルヘキシル) フタル酸 (1,000 mg/L)
3. メトキシシクロル (200 mg/L)
4. ベリレン (20 mg/L)
5. 硫黄 (80 mg/L)

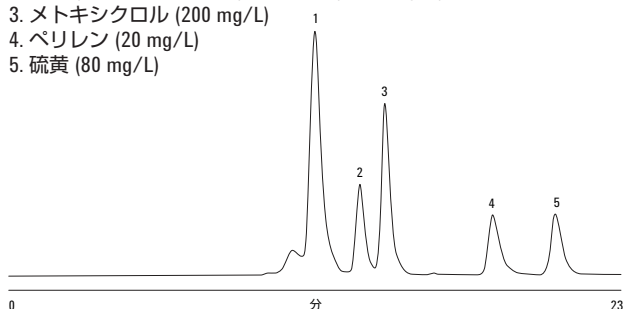


図 1. 2つのカラムで構成される EnviroPrep カラムセットにおいて、5成分混合物が良好に分離されています。この分離結果は、分子量の小さい分析対象成分と、分子量の比較的大きい成分を容易に分離できることを示しています

条件

| | |
|------|--|
| カラム | 2 x EnviroPrep、 300 x 25 mm (部品番号 PL1210-6120EPA) |
| 溶媒 | ジクロロメタン |
| 注入量 | 2 mL |
| 流速 | 10 mL/min |
| 検出器 | Agilent 1260 Infinity 可変波長検出器 VL、 254 nm |
| システム | Agilent 1260 Infinity アイソクラティック ポンプおよびマニュアルインジェクタ |

結論

この分析では、サンプル中の各ピークを分離できることが基準となります。EnviroPrep を使えば、明確に分離されたシャープなピークが得られます。このことは、EPA メソッドで規定されたアプリケーションにおいて、このカラムが有効であることを示しています。安定性の高い EnviroPrep カラムでは、最高 2,200 psi (150 bar) の圧力と 10 mL/min の溶媒流速を用いて、精製時間を短縮し、スループットを最大限に高めることができます。また、適切な流速のアイソクラティックフローに対応するあらゆる液体クロマトグラフィーシステムで使用することが可能です。

参考文献

1. A. Khoshaband and R. Teasdale. (1994) Journal of Chromatography, 660, 195-198.

詳細情報

これらのデータは、代表的な結果を示したものです。アジレントの製品およびサービスの詳細については、アジレントの Web サイト (www.agilent.com/chem/jp) をご覧ください。

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

本文書に記載の情報、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。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本文書を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc., 2011
Printed in Japan
March 8, 2011
5990-7585JAJP



Agilent Technologies