珪酸定着濾紙による Parathion の ペーパークロマトグラフィー¹

浅 川 勝・諏訪内正名

農林省農業技術研究所

parathion には異性体および類似化合物が多数あり、METCALF ら (1953, 1953a), GAGE(1953), COOK(1954) 等はペーパークロマトグラフィーにより数種の化合物を分離確認している。われわれも parathion および混在する異性体等を分離検出する目的で珪酸定着濾紙を用いてペーパークロマトグラフィーを行い、5種類の化合物を分離検出できたのでその概要を報告する。

実 験

供試薬剤は (1) *p*-nitrophenol (P.N.P.), (2) technical parathion (T.P.), (3) technical parathion の蒸溜残渣 (R.D.) をそれぞれ methyl alcohol に溶解して用いた。

珪酸定着濾紙は東洋濾紙 No. 50 を用い井上ら (1952) の方法により作成した。

展開溶媒は (1) *n*-hexan (b.p. 63~65°C), (2) 水飽和 *n*-hexan, (3) *n*-hexan : acetic acid : water (10:2:1), (4) petroleum ether (b.p. 20~60°C) : acetic acid : water (10:2:1) を用いた。

発色剤は 5% alcohol 性苛性カリを用いた。

珪酸定着濾紙に供試薬剤溶液を滴下後、風乾し、室温で上昇法により約 20 cm 展開後、風乾し、発色剤を噴霧し、105°C で約 5 分間加熱すれば、nitrophenol 部を含む化合物の存在する部分は黄色を呈する。結果は、第1表および第1図に示す。

technical parathion では 5 spot が検出された。

検出された各 spot について、A spot は *p*-nitrophenol, C spot は *O,S*-diethyl *O-p*-nitrophenyl thiophosphate (*O,S*-isomer), E spot は parathion と考えられる。B spot および D spot は不明である。なお C spot は T.P. と R.D. とで多少 *Rf* 値が異なる。

第1表 *p*-Nitrophenol, technical parathion およびその蒸溜残渣の *Rf* 値

濾紙 処理 No.	溶媒 No.	薬 剤 及 薬 量 μg		<i>Rf</i> 値					展開温度 °C
				A	B	C	D	E	
I	1	T.P.	50	0		0.02		0.59	22
		"	100	0		0.05	0.25	0.67	19
		"	200	0		0.03	0.17	0.62	17
		R.D.	10	0.01		0.06			19
	2	T.P.	50	0		0.02		0.48	22
		"	100	0		0.04	0.20	0.65	19
		"	200	0		0.03	0.13	0.60	17
		R.D.	10	0.01		0.05			19
	3	P.N.P.	0.1	0					19
		T.P.	10	呈色せず					19
		"	50	0		0.19		0.58	22
		"	100	0		0.21	0.34	0.66	19
		"	200	0.01	0.15	0.21	0.34	0.62	17
		R.D.	10	0.01		0.25			19
	4	T.P.	50	0		0.18		0.68	22
		"	100	0		0.21	0.42	0.77	19
		"	200	0.01	0.15	0.22	0.40	0.75	17
		R.D.	10	0.01		0.26			19
II	3	T.P.	100	0	0.07	0.11	0.27	0.63	9
		"	200	0	0.05	0.08	0.25	0.70	14
III	3	T.P.	100	0.01	0.15	0.22	0.46	0.76	13

¹Paper Chromatography of Parathion using the Filter Paper impregnated with Silicic Aid. By Masaru ASAKAWA, and Masana SUWANAI, National Institute of Agricultural Sciences, Nishigahara, Tokyo. Japanese Journal of Applied Entomology and Zoology, vol. 1, no. 1
日本応用動物昆虫学会誌第1巻 第1号 1957 (1957年1月19日受領)

第1図 溶媒 (3) による paper chromatogram

るが同一物質と考えられる。

供試溶媒中 (1), (2) は A, B, C の 3 spot が殆んど連続したが, (3), (4) は分離がよく *Rf* 値も再現性があった。

珪酸定着濾紙を用いることにより分離もよく, 呈色もはっきりしていた。同一処理濾紙からの截片間では *Rf* 値は再現性があったが, 処理が異なると第1表の I, II, IIIの如く *Rf* 値が異なり再現性がないので未知試料について行う場合は同一処理濾紙からの截片で既知物質と比較して行う必要がある。

引用文献

- 1) COOK, J. W. (1954) J. A. O. A. C. 37 : 984, 987.
- 2) GAGE, J. C. (1953) Biochem. J. 54 : 426.

- 3) 井上吉之, 野田万次郎 (1952) 農化 25 : 496.
- 4) METCALF, R. L. and MARCH, R. B. (1953) Sci. 117 : 527.
- 5) METCALF, R. L. and MARCH, R. B. (1953a) J. Econ. Entomol. 46 : 288.

Parathion および類縁化合物の ペーパークロマトグラフィー¹

小池久義

農林省農業技術研究所

殺虫剤の微量検出法としてのペーパークロマトグラフ法は重要なものであり, 特に昆虫のような比較的小型の動物における殺虫剤の体内分布, 代謝などを調べるにあたっては不可欠の手段である。

parathion のペーパークロマトグラフィーについては METCALF & MARCH (1953) が silicon 処理をした濾紙による 逆相クロマトグラフィーによって parathion およびその類縁化合物を分離している。更に GAGE (1953) は propylene glycol 処理した濾紙を用いて parathion と paraoxon を分離した。一方割石, 大恵, 稲川(1954) は parathion をジアゾ法によって呈色したのち展開している。また GRUCH (1954) は石油エーテル-エーテル混合物で処理した濾紙を用いて, parathion, DDT, BHC を分離している。

FIORI (1956) は酸性アルミナを用い, parathion を不純物より分離してのち, ペーパークロマトグラフにかけている。

ここでは比較的多く類縁化合物に適用できると思われる METCALF, および MARCH らの方法を検討し 2, 3 の改良を加え, 更に市販製品について適用した例について報告したい。

なお実施にあたって供試化合物の一部を提供下さった当所昆虫科尾崎幸三郎技官, paraoxon を分与下さった東亜農業株式会社研究所永江祐治, 小島建一の両氏に深甚の謝意を表する。

実 験

供試化合物 何れも精製品,あるいは原薬を使用した。

ethylparathion 純度 99.7%

methylparathion 原薬より主として HALL の方

¹ Paper Chromatography of Parathion and related Compounds. By Hisayoshi KOIKE, National Institute of Agricultural Sciences, Nishigahara, Tokyo. Japanese Journal of Applied Entomology and Zoology, vol. 1, no. 1