

## イソプロカルブ (MIPC)

### (1) 装置

窒素リン検出器 (NPD) 付きガスクロマトグラフ (GC) を用いる。

### (2) 試薬試液

アセトン：試薬特級

ヘキサン：試薬特級

塩化ナトリウム：試薬特級

無水硫酸ナトリウム：試薬特級

フロリジル (60~100mesh)：和光純薬工業(株)製 (130℃、15 時間活性化)

イソプロカルブ標準品

### (3) 試験溶液の調製

- ① ヘキサン抽出： 試料 500mL を 1L 容分液ロートに量りとり、アセトン 5mL、飽和塩化ナトリウム溶液 80mL、ヘキサン 100mL を加えて 10 分間振とう抽出する。静置分離後、ヘキサン層は無水硫酸ナトリウムをのせたろ紙 (No.5A) を通過させ、脱水しながら 300mL 容ナス型フラスコに受ける。水層には新たにヘキサン 100mL を加えて同様の操作を繰り返す。ヘキサン層を合せ、ロータリーエバポレーター (水浴 40℃以下) を用いて約 5mL まで減圧濃縮する。
- ② フロリジルカラムクロマトグラフィーによる精製： 少量のヘキサンを入れたクロマトグラム管の底部に無水硫酸ナトリウム約 5g を敷いた後、フロリジル 5g をヘキサンを用いて湿式充填する。更にその上に無水硫酸ナトリウム約 5g を積層した後、先の濃縮液をヘキサン 20mL を用いてナス型フラスコを洗いながらカラムに移し入れ、流速 2~3mL/分でカラムの上端まで流下させた後、5%アセトン含有ヘキサン 50mL を同様に流下させ流出液は棄てる。受器を 200mL 容ナス型フラスコに替え、10%アセトン含有ヘキサン 60mL を同様に流下させ、イソプロカルブを溶出する。溶出液はロータリーエバポレーター (水浴 40℃以下) を用いて数 mL まで減圧濃縮後、ヘキサンを用いて 2mL に容溶解し、測定溶液とする。

### (4) ガスクロマトグラフ (GC) 操作条件

カラム : 5% OV-17/Chromosorb W (H.P) 100~120 mesh、内径 2.0mm x 1.2m

キャリアーガス : ヘリウム 30 mL/min

オープン温度 : 185℃

注入口温度 : 280℃

検出器温度 : 280℃

注入量 : 4  $\mu$ L

(5) 検量線の作成

イソプロカルブ標準品 25mg を正確に量りとり、アセトンに溶解し、250mL に定容して 100ppm 標準原液とする。この原液をヘキサンで希釈し、0.025, 0.10, 0.20, 0.30, 0.40, 0.50ppm 標準溶液を調製する。この各 4 $\mu$ L を前記 (4) の操作条件に設定した GC に注入し、ピーク高さを測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から 4 $\mu$ L ずつ取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりイソプロカルブ量を求め、これに基づき試料中のイソプロカルブ濃度を算出する。