

ジエトフェンカルブ

(1) 装置

濃度分析には窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ (GC/NPD) を、ピークの同定確認にはガスクロマトグラフ質量分析計 (GC/MSD) を用いる。

(2) 試薬試液

ジエチルエーテル、ジクロロメタン、アセトン、ヘキサン、シクロヘキサノン、無水硫酸ナトリウム (全て残留農薬試験用または HPLC 用またはこれと同等のもの)

固相抽出カラム : Bakerbond SPE Silica gel (500 mg/3 mL) またはこれと同等の分離性能を有するもの

ジエトフェンカルブ標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料 1000 mL を 1200 mL の分液漏斗に取り、ジクロロメタン 100 mL を加え 1~2 分間振盪する。暫時放置して層が分離後、下層のジクロロメタン層を約 20~30 g の無水硫酸ナトリウムでろ過し、ろ液を 500 mL のナス型フラスコに取る。更に 2 回、ジクロロメタンをそれぞれ 100 mL ずつ加えて抽出を繰り返し、抽出液を同様に無水硫酸ナトリウムでろ過して先の 500 mL のナス型フラスコに合わせる。無水硫酸ナトリウムをジクロロメタン 50 mL で洗浄し、洗浄液をろ液に合わせる。合わせたジクロロメタン層を約 40°C で減圧濃縮してほぼ乾固し、更に窒素気流下で完全に乾固する。残渣にヘキサン 5 mL を加え、超音波処理して溶解する。

イ 精製、濃縮

得られたヘキサン溶液を、予めカラム吸引装置に取り付けた SPE シリカゲルカートリッジカラムに負荷し、軽い吸引下で通す。濃縮フラスコにヘキサン 5 mL を加えて超音波処理しながら洗浄し、洗浄液もカラムに通す。濃縮フラスコにヘキサン/ジエチルエーテル (9/1) 混液 10 mL を加え、超音波処理しながら洗浄し、洗浄液をカラムに加えて軽い吸引下で通し、全ての溶出液を廃棄する。更に濃縮フラスコにヘキサン/ジエチルエーテル (8/2) 混液 10 mL を加え、超音波処理しながら洗浄し、洗浄液をカラムに加えて軽い吸引下で通し、溶出液を 12 mL の試験管に取り、アセトン 5 mL を用いて 100 mL のナス型フラスコに移す。これを約 40°C で減圧濃縮してほぼ乾固し、更に窒素気流下で完全に乾固する。残渣にシクロヘキサノンを正確に 1.0 mL 加えて超音波処理により溶解し、試験溶液とする。試験溶液の一定量を 2 mL のクリンプトップバイアルに移した後、直ちにキャップを閉めて分析に供する。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

ガスクロマトグラフ (GC/NPD、濃度分析用)

カラム : 15 m × 0.53 mm RTX1 (3.0 μm) またはこれと同等の分離性能を有するもの

プレカラム : 不活性化フューズドシリカ (1 m × 0.53 mm)

キャリアーガス : ヘリウム (カラム流量 : 15 mL/分)

温度： 注入口：オーブントラック
カラム槽：60°C（2 分間保持）→20°C/分で 260°C まで昇温→260°C
（2 分間保持）→10°C/分で 290°C まで昇温→290°C（0 分間保持）。
検出器：300°C

注入量：2 μL、オンカラム

ガスクロマトグラフ質量分析計（GC/MSD、確認用）

ガスクロマトグラフ部

カラム：30 m×0.25 mm RTX5（0.25 μm）またはこれと同等の分離性能を有するもの
プレカラム：不活性化フューズドシリカ（1.5 m×0.32 mm）

キャリアーガス：ヘリウム、流量 2.0 mL/分

温度： 注入口：250°C
カラム槽：60°C（2 分間保持）→20°C/分で 260°C まで昇温→260°C
（5 分間保持）。

注入量：1 μL、スプリットレス

質量分析部

イオンモード：EI（-）

スキャンモード：フルスキャン m/z：10～550

SIM m/z：267（定量用）

SIM m/z：124、168、196、225（確認用）

スキャン時間：3.03 秒

MS 条件： 電子エネルギー：70 eV

EMV：約 1600 V

イオン源温度：230°C

トランスファーライン温度：300°C

四重極温度：150°C

(5) 検量線の作成

ジエトフェンカルブ標準品を用いて 100 μg/mL のアセトン溶液を調製し、これをアセトンで希釈して 1 および 10 μg/mL 原液を調製する。この 1 および 10 μg/mL 原液をシクロヘキサノンを用いて順次希釈し、0.01～1.0 μg/mL の標準溶液を数点調製する。定量にはそれぞれ 2 μL ずつ窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフに、確認にはそれぞれ 1 μL ずつガスクロマトグラフ質量分析計に注入して分析し、ジエトフェンカルブのピーク面積とその濃度（μg/mL）から検量線を作成する。

(6) 定量試験

試料溶液から 2 μL を取り、窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線により注入試料中のジエトフェンカルブ濃度を求め、これに基づき試料中のジエトフェンカルブ濃度を算出する。また確認用には、試料溶液から 1 μL を取りガスクロマトグラフ質量分析計に注入して分析し、同様にジエトフェンカルブ濃度を算出する。