

## ピリプチカルブ

### (1) 装置

ガスクロマトグラフ質量分析計又はアルカリ熱イオン型検出器若しくは高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフを用いる。

### (2) 試薬試液

アセトン、塩化ナトリウム、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム：試薬特級又はこれと同等のもの  
ケイ酸マグネシウムミニカラム：内径 10mm、長さ 25mm のカラムにカラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム 900mg を充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの  
ピリプチカルブ標準品

### (3) 試験溶液の調製

#### ア 抽出

試料 100mL を 300mL の分液漏斗に量り取り、塩化ナトリウム 10g 及びヘキサン 100mL を加え、振とう機を用いて 5 分間激しく振とうし、暫時放置した後、ヘキサン層を分取する。残った水層についても、ヘキサン 50mL を加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全ヘキサン層を 300mL の三角フラスコに合わせる。

#### イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム 20g を加え、時々振り混ぜながら 30 分間放置した後、300mL のナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコをヘキサン 20mL で洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、すり合わせ減圧濃縮器を用いて 40 以下で溶媒を留去する。この残留物にヘキサン 10mL を加えて溶解する。

#### ウ カラムクロマトグラフィー

あらかじめ、ケイ酸マグネシウムミニカラムにヘキサン 10mL を流し入れ、洗浄しておく。これにナス型フラスコ中の溶液を流し入れ、ヘキサン及びアセトンの混液 (4:1) 20mL で展開し、溶出液を 100mL のナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて 40 以下で溶媒を留去する。この残留物にヘキサン 4mL を加えて溶解し、試験溶液とする。

### (4) 測定機器の操作条件

#### ガスクロマトグラフ部

カラム：内径 0.2~約 0.7mm、長さ 10~30m の溶融シリカ製の管の内面に 5% フェニルメチルポリシロキサンを 0.1~1.5 $\mu$ m の厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

キャリアーガス：高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、内径 0.2~約 0.7mm のカラムに対して線速度を毎秒 20~40cm とする。

試料導入部温度：スプリットレス方式の場合は 200~270、コールドオンカラム方式の場合は 50~100

カラム槽昇温プログラム：60 で 2 分保ち、60~約 260 の範囲で毎分 2~20 の昇温を行う。

#### 検出部

##### 1) 質量分析計

インターフェース部温度：200~270

イオン源温度：150 以上

測定質量数：165、108、181

感度：ピリプチカルブの 0.05ng が十分確認できるように感度を調整する。

2) アルカリ熱イオン型検出器又は高感度窒素・リン検出器

検出器温度：260～300

ガス流量：水素ガス、空気及び追加ガス（高純度窒素ガス又はヘリウムガス）の流量を至適条件になるように調整する。

感度：ピリプチカルブの 0.05ng が十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

ピリプチカルブ標準品の 0.025～0.5mg/L ヘキサン溶液を数点調製し、それぞれを 2 $\mu$ L ずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から 2 $\mu$ L を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりピリプチカルブの重量を求め、これに基づき、試料中のピリプチカルブの濃度を算出する。