

## ペンディメタリン

### (1) 装置

高感度窒素リン検出器 (NPD) 又はアルカリ熱イオン型検出器 (FTD) 付きガスクロマトグラフを用いる。

### (2) 試薬試液

ヘキサン、アセトン、ジエチルエーテル、酢酸エチル、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

5%含水ケイ酸マグネシウム：ケイ酸マグネシウム 100g を 130 で 16 時間活性化し、放冷した後、水 5mL を加え、密栓をして 1 時間振とうしたもの

ガスクロマトグラフィー用担体：ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土を 6M 塩酸で 2 時間還流して洗い、次いで水で洗液が中性になるまで洗った後乾燥し、メチルシラザン処理したものをを用いる。

ペンディメタリン標準品

### (3) 試験溶液の調製

#### ア 抽出

試料 400mL をメスシリンダーに取り、500mL の分液漏斗に移す。塩化ナトリウム 20g、酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mL を加え、振とう機を用い 5 分間振とうする。暫時放置し、分液後、有機溶媒層を 200mL の三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) 50mL を加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、有機溶媒層を先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 20~30g を有機溶媒層に加え、軽く振り混ぜ、約 10 分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mL のナス型フラスコに受ける。10~20mL の酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) で数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約 40 の水浴で酢酸エチル及びヘキサンの混液 (1:1) を 1~2mL まで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。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

5%含水ケイ酸マグネシウム 5g を内径 1.5cm、長さ 30cm のクロマト管にヘキサンの湿式法で充てんし、無水硫酸ナトリウム約 4g を積層する。これに先の溶解液の 5mL (試料 200mL 相当) を注ぎ、流下させる。次いでジエチルエーテル ヘキサン (5:95) 混液 50mL を流下させペンディメタリンを溶出させ、200mL のナス型フラスコに受ける。減圧濃縮器を用い、約 40 の水浴で溶媒を 1~2mL まで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にアセトン 4mL を加えて溶解し、試験溶液とする。

### (4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径 2~3mm、長さ 100~150cm のガラス管

固体相液体：5%シリコン系

温度：注入口・検出器 250~300、カラム 180~220

ガス流量：キャリアーガスとしてヘリウム又は高純度窒素ガスを用い、ペンディメタリンのピークが保持時間 2～4 分となるように調整するとともに水素及び空気の流量を至適条件となるように調整する。

感度：ペンディメタリンの 0.2ng が十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

ペンディメタリン標準品より 0.05～1.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$  のアセトン溶液を数点調製し、それぞれ 4  $\mu\text{L}$  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 4  $\mu\text{L}$  を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりペンディメタリンの重量を求め、これに基づき試料中のペンディメタリン濃度を算出する。