

## ピラゾスルフロンエチルの測定方法

### (1) 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

### (2) 試薬試液

アセトン、アセトニトリル： 残留農薬試験用又はこれと同等のもの

酢酸、塩酸、リン酸： 試薬特級

ピラゾスルフロンエチル標準品

### (3) 試験溶液の調製

試料50 mLに1N-酢酸水溶液1 mLを加え、これをC<sub>18</sub>ミニカラム (1 g) に入れ、流下させる。続いてアセトン/0.1N-酢酸 (60/40, v/v) 混液8 mLを流下し、それらの流出液を捨てる。次いで、アセトン/0.1N-酢酸 (80/20, v/v) 混液6 mLを流下し、その流出液を50 mL容の試験管に採取し、ロータリーエバポレーターを用いて40℃以下で減圧留去し、約0.5 mLまで濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を流下する。試料残留物にアセトニトリル/水/リン酸 (50/50/0.4, v/v/v) 混液1 mLを加え、試験溶液とする。

### (4) 液体クロマトグラフ操作条件

カラム： シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを内径4.6mm、長さ25 cmのステンレス管に充てん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。

カラム槽温度： 40℃

溶離液： アセトニトリル/水/リン酸 (50/50/0.4, v/v/v) 混液

検出器： 波長250nmで操作する。

感度： ピラゾスルフロンエチルの0.5 ng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

ピラゾスルフロンエチル標準品より0.05～2.0 mg/L溶液 (アセトニトリル/水/リン酸 (50/50/0.4, v/v/v) 混液) を数点調製し、それぞれ10 μLずつ液体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10 μLを取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりピラゾスルフロンエチルの重量を求め、試料中のピラゾスルフロンエチル濃度を算出する。