

プロシミドン

(1) 装置

濃度分析には電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフ (GC/ECD) を、ピークの同定確認には窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ (GC/NPD) を用いる。

(2) 試薬試液

アセトン、メタノール、トルエン、ヘキサン (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)

水：蒸留水または超純水 (Milli-Q)

固相抽出カラム：SPE C18 (500 mg、3 mL) またはこれと同等の分離性能を有するもの

プロシミドン標準品

(3) 試験溶液の調製

試料 500 mL を 500 mL の三角フラスコに取り、予め吸引装置に取り付け、メタノール 5 mL、次いで蒸留水 10 mL を吸引・流下して洗浄した SPE C18 カラムに負荷し、流速 5~10 mL/分で吸引・流下する。その後カラムに蒸留水 10 mL を流し入れて洗浄し、カラムを 10 分間吸引して乾燥する。乾燥後ヘキサン 10 mL を加え、吸引・流下してプロシミドンを溶出し、25 mL のナシ形フラスコに取り、約 45°C で減圧濃縮してヘキサンを除去する。残った水をメタノール 2 mL に溶解し、これを約 45°C で減圧濃縮・乾固する。得られた残渣にトルエン 2.5 mL を加え、超音波処理してこれを溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

ガスクロマトグラフ (GC/ECD、濃度分析用)

カラム：32 m × 0.32 mm DB-5 (1.0 μm) またはこれと同等の分離性能を有するもの

キャリアーガス：水素、流量：100 kPa

温度： 注入口：240°C

カラム槽：60°C (1 分間保持) → 10°C/分で 300°C まで昇温 → 300°C (5 分間保持)。

検出器：300°C

注入量：1 μL (スプリットレス)

ガスクロマトグラフ (GC/NPD、確認用)

カラム：32 m × 0.32 mm DB-5 (1.0 μm) またはこれと同等の分離性能を有するもの

キャリアーガス：ヘリウム、流量：3 mL/分

温度： 注入口：240°C

カラム槽：60°C (1 分間保持) → 10°C/分で 300°C まで昇温 → 300°C (5 分間保持)。

検出器：300°C

注入量：2 μL (スプリットレス)

(5) 検量線の作成

プロシミドン標準品を用いて 500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ のアセトン溶液を調製し、これをアセトンで順次希釈し、0.1、1.0 および 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 原液を調製する。更にこの 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 原液をトルエンで順次希釈し、0.01~1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ の標準溶液を数点調製する。定量にはそれぞれ 1 μL ずつ電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフに、確認にはそれぞれ 2 μL ずつ窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフに注入して分析し、プロシミドンのピーク高さとその濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) から検量線を作成する。

(6) 定量試験

試料溶液から 1 μL を取り、電子捕獲型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プロシミドン濃度を求め、これに基づき試料中のプロシミドン濃度を算出する。また確認用には、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て分析し、同様にプロシミドン濃度を求める。