

カルフェントラゾンエチルの測定法

(1) 装置

NPD 検出器付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

カルフェントラゾンエチル標準品

アセトン、ヘキサン、アセトニトリル、塩化ナトリウム、無水硫酸ナトリウム：試薬特級

(3) 試料溶液の調製

試料 10mL を 200mL 容の分液漏斗に分取後、アセトン 2mL、ヘキサン 50mL、飽和塩化ナトリウム溶液 30mL を加えて 10 分間振とう抽出する。静置分離後、ヘキサン層を無水硫酸ナトリウムを載せたろ紙 (No.5A) により脱水ろ過し、200mL 容のナス型フラスコに受ける。分液漏斗に残った水層にヘキサン 50mL を新たに加え、同様に振とう抽出操作を繰り返す。ヘキサン層を合わせ、ロータリーエバポレーター(水浴 40℃以下)を用いて減圧濃縮後、抽出物をアセトンに転溶させて 5mL 容の試験管に移し、窒素気流下で 2mL に定容し、測定溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフの操作条件

装置：ヒューレット パッカー社製 5890 (NPD 検出器付)

カラム：ジーエルサイエンス(株)製 G-250 カラム(内径 1.2mm、長さ 20m)

温度：カラム 240℃、注入口 280℃、検出器 280℃

ガス流量：ヘリウム 20mL/min、水素 3mL/min、空気 100mL/min

注入量：4 μ L

感度：カルフェントラゾンエチルの 0.1ng 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

カルフェントラゾンエチル標準品 100mg をアセトンで溶解し、100mL に定容し、1000 mg/L の標準原液を調製する。この原液をアセトンで希釈し、0.0025～0.5mg/L の標準溶液を調製する。これらの標準溶液 4 μ L をガスクロマトグラフに注入し、(4) の操作条件に従って分析する。データ処理装置を用いて、得られたクロマトグラムピーク高さを測定し、横軸に重量(ng)、縦軸にピーク高さをプロットして検量線を作成する。

(6) 定量試験

(3) に従って調製した試料のアセトン溶液 4 μ L を (4) の操作条件に従って分析し、データ処理装置を用いてクロマトグラムピーク高さを測定し、あらかじめ作成した検量線を用いて試料溶液中の濃度を算出する。