

シアナジンの測定方法

(1) 装置

アルカリ熱イオン化検出器又は高感度窒素・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

塩化ナトリウム、酢酸エチル、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム、アセトン: 試薬特級又はこれと同等のもの
ケイ酸マグネシウム: カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウムを130°Cで16時間活性化後、放冷したもの
シアナジン標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料 100mL を予め 10%塩化ナトリウム溶液 100 mL を入れた 300 mL 容分液漏斗に量り取り、酢酸エチル及びヘキサンの混液(1:4)100 mL を加えて振とう機を用いて 5 分間激しく振り混ぜた後、静置し、酢酸エチル及びヘキサンの層を 300 mL 容三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル及びヘキサンの混液(1:4)50 mL を加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル及びヘキサンの層を上記の三角フラスコに合わせる。これに適量の無水硫酸ナトリウムを加え、時々振り混ぜながら 15 分間放置した後、すり合わせ減圧濃縮器中にろ過する。次いで酢酸エチル及びヘキサンの混液(1:4)20 mL を用いて三角フラスコを洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗う操作を 2 回繰り返す。両洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40°C以下で酢酸エチル及びヘキサンを除去する。この残留物にヘキサン 5 mL を加えて溶かす。

イ カラムクロマトグラフィー

内径 15mm、長さ 300mm のカラム管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 5 g をヘキサンに懸濁したもの、次いでその上に無水硫酸ナトリウム約 5 g を入れ、カラムの上端に少量のヘキサンが残る程度までヘキサンを流出させる。このカラムに先に得られた溶液を注入した後、アセトン及びヘキサンの混液(1:19)100 mL を注入し、流出液は捨てる。次いでアセトン及びヘキサンの混液(3:7)100 mL を注入し、流出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40°C以下でアセトン及びヘキサンを除去する。この残留物にアセトンを加えて溶かし、正確に 1 mL として、これを試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム: 内径 0.25mm、長さ 30m の溶融シリカ製の管の内面にガスクロマトグラフィー用 50%フェニルーメチルシリコンを 0.25 μ m の厚さでコーティングしたもの。

カラム槽昇温プログラム: 50°C で 2 分間保持し、その後毎分 15°C で昇温し、220°C に到達後 2 分間保持する。次に毎分 4°C で昇温し、240°C に到達後 2 分間保持し、さらに毎分 20°C で昇温し、280°C に到達後 10 分間保持する。

試料導入部温度: 180°C

検出器温度: 280°C

ガス流量: キャリヤーガスとしてヘリウムを用いる。シアナジンが約 20 分で流出する流速に調整する。空気及び水素の流量を至適条件に調整する。

感度: シアナジンの 0.02 ng が十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

シアナジン標準品の 0.01~2 mg/L アセトン溶液を数点調製し、それぞれを 2 μ L ずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高さ又はピーク面積を測定して検量線を作成する。

(6) 定量

試験溶液から 2 μ L を取りガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりシアナジンの重量を求め、これに基づき試料中のシアナジンの濃度を算出する。