

プロピザミド

(1) 装置

電子捕獲型検出器 (ECD) 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、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

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
用いる。

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 で 16 時間
活性化後、放冷したもの

プロピザミド標準品

(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、更に窒素気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

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。次いでアセトン ヘキサン (5:95) 混液 75mL を流下させプロピザミドを溶出させ、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、更に窒素気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 20mL 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 100~200cm 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高純度窒素ガスを用い、プロピザミドのピークが保持時間 2~4 分となるように調整する。

感度：プロピザミドの 0.02ng が十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

プロピザミド標準品より 0.01 ~ 0.2 $\mu\text{g/mL}$ のヘキサン溶液を数点調製し、それぞれ 2 μL 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 2 μL を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりプロピザミドの重量を求め、これに基づき試料中のプロピザミド濃度を算出する。