

ペンシクロン

(1) 装置

高感度窒素リン検出器 (NPD) 又はアルカリ熱イオン型検出器 (FTD) 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、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

ベンゼン、ヨウ化メチル、塩化ナトリウム：試薬特級

ジメチルスルホキシド：水分が0.1%以下のもの

水素化ナトリウム：ヘキサンで洗浄し、同溶媒中に保存したもの

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 で 16 時間活性化後、放冷したもの

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を用いる。

ペンシクロン標準品

(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、ヘキサン 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、ヘキサン層を 200mL の三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層にヘキサン 50mL を加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、ヘキサン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 をヘキサン層に加え、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 のヘキサン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 の水浴でヘキサンを 1~2mL まで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にアセトン ヘキサン (15:85) 混液 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 (15:85) 混液 50mL を流下させペンシクロンを溶出させ、200mL のナス型フラスコに受ける。減圧濃縮器を用い、約 40 の水浴で溶媒を約 10mL まで濃縮し、これを 20mL の共栓付き試験管に少量のヘキサンを用い洗い移す。減圧濃縮器を用い約 1~2 mL まで濃縮し、更に窒素气流をゆるやかにふきつけ完全に溶媒を揮散させる。

エ メチル化

ベンゼン 0.5mL を濃縮残留物に加えて溶かし、ジメチルスルホキシド 0.5mL、ヨウ化メチル 0.5mL、水素化ナトリウム約 0.2g を加え、栓をして時々振り混ぜながら 30 で 30 分間放置する。ヘキサン 5mL を加え、約 1 分間振とう後、水約 10mL を徐々に滴下し、過剰の水素化ナトリウムを分解する。少量のヘキサンを用い 100mL の分液漏斗に移し、振とう機を用い 5 分間振

とうする。分液後、ヘキサン層を 50mL の三角フラスコにとり、無水硫酸ナトリウム 5~10g を加え、軽く振り混ぜ約 10 分間放置後ろ紙を用いてろ過し、100mL のナス型フラスコに受ける。5~6mL のヘキサン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う液に合わせる。減圧濃縮器を用い完全に揮散させる。この残留物にヘキサン 4mL 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 100~150cm 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ヘリウム又は高純度窒素ガスを用い、ペンシクロンメチル化物のピークが保持時間 2~4 分となるように調整するとともに水素及び空気の流量を至適条件となるように調整する。

感度：ペンシクロン 0.2ng から誘導されるペンシクロンメチル化物のピークが十分確認できるような感度を調整する。

(5) 検量線の作成

ペンシクロン標準品の 50 μg を(3)エと同様の操作でメチル化を行い、これをヘキサンで希釈して 0.05~1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ の溶液を数点調製し、それぞれ 4 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 4 μL を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりペンシクロンの重量を求め、これに基づき試料中のペンシクロン濃度を算出する。