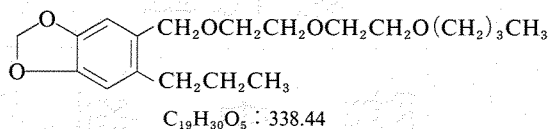


73 ピペロニルブトキシド

Piperonyl Butoxide

別名：ピペロニルブトキサイド



1. 試験法の概要

食品中のピペロニルブトキシドは、ガスクロマトグラフィーにより定量する。

2. 試験法 (ガスクロマトグラフィー)

(1) 検体の採取と試料の調製

一般試料採取法を準用する。

(2) 試料液の調製

試料約 10g を精密に量り、水 20ml を加え、ホモジナイズした後、水 20ml を用いて 100ml の分液漏斗に入れ、*n*-ヘキサン 40ml を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後、*n*-ヘキサン層を分取し、水層に *n*-ヘキサン 40ml を加え、同様の操作を更に 2 回繰り返す。すべての *n*-ヘキサン層を合わせ、無水硫酸ナトリウム 2g を加えて脱水し、減圧濃縮¹⁾、約 2ml とする。この液を *n*-ヘキサン少量を用いてあらかじめ用意した合成ケイ酸マグネシウムカラムに注入し、次に *n*-ヘキサン・エチルエーテル混液 (1:1) 100ml を流速 1~1.5ml/分で流し洗浄する。次に受器として濃縮器を置き *n*-ヘキサン・アセトン・エチルエーテル混液 (3:3:1) 150ml を通過させ、流出液を集める。この液を減圧乾固後、*n*-ヘキサン液を加えて溶かして正確に 2ml とし、試料液²⁾とする。

(3) 検量線用標準液の調製

ピペロニルブトキシド 0.100g を正確に量り、*n*-ヘキサンを加えて溶かして正確に 100ml とする。この液 20ml を正確に量り、*n*-ヘキサンを加えて正確に 100ml とし、標準液とする (この液 1ml は、ピペロニルブトキシド 200 μ g を含む)。

標準液 0.25, 0.5, 1, 1.5ml 及び 2ml をそれぞれ正確に量り、*n*-ヘキサン液を加えてそれぞれ

れ正確に 2ml とし、検量線用標準液とする（これらの液 1ml は、それぞれピペロニルプトキシド 25, 50, 100, 150 μ g 及び 200 μ g を含む）。

(4) 測定法

① 測定条件

水素炎イオン化型検出器付ガスクロマトグラフ (FID-GC) を用い、次の条件によって測定する。

カラム充てん剤：60~80 メッシュのシラン処理されたガスクロマトグラフ用ケイソウ土担体にシリコーン OV-1 を 2% コーティングしたもの。

カラム管：ガラス製、内径 3~4mm、長さ 2m

カラム温度：210~230 $^{\circ}$ C

キャリアーガス：窒素、上記の条件でピペロニルプトキシドが約 10 分間後に現われるよう流速を調整する。

② 検量線

検量線用標準液 5 μ l ずつをそれぞれ正確に量り、ガスクロマトグラフに注入し、得られたピーク高さ又はピーク面積から検量線を作成する。

③ 定量

試料液 5 μ l を正確に量り、ガスクロマトグラフに注入し、得られたピペロニルプトキシドのピーク高さ又はピーク面積と検量線から試料液中のピペロニルプトキシド濃度 (μ g/ml) を求め、次式によって検体中のピペロニルプトキシド含量 (g/kg) を計算する。

$$\text{ピペロニルプトキシド含量 (g/kg)} = \frac{C \times 2}{W} \times \frac{1}{1,000}$$

C：試料液中のピペロニルプトキシド濃度 (μ g/ml)

W：試料の採取量 (g)

試薬・試液等

1. カラムクロマトグラフ用合成ケイ酸マグネシウム：66~100 メッシュのクロマトグラフ用合成ケイ酸マグネシウムを 130 $^{\circ}$ C で 15 時間活性化する。
2. 合成ケイ酸マグネシウムカラム：内径 20mm、長さ 30cm のカラム管に、あらかじめ *n*-ヘキサンに懸濁したカラムクロマトグラフ用合成ケイ酸マグネシウム 20g を入れ、その上に、同様に *n*-ヘキサンに懸濁した無水硫酸ナトリウム約 5g を重層させる。カラムの上端に少量の *n*-ヘキサンが残る程度まで *n*-ヘキサンを毎分 1~1.5ml の流速で流出させた後を用いる。
3. 無水硫酸ナトリウム：硫酸ナトリウム（無水）[特級]

[注]

- 1) ロータリーエバポレーターを用いる。
- 2) 試料液のガスクロマトグラム上に妨害ピークがみられた場合は、次の精製を行う。

試料液をあらかじめ用意したシリカゲルカラムに入れ、1~1.5ml/分の流速（以下同）で通過させる。更に、*n*-ヘキサン・アセトン混液（10：1）30mlを通過させ、最初の流出液10mlは捨て、次の20mlを分取し、濃縮装置に入れ蒸発乾固した後、*n*-ヘキサン液を加えて溶かして正確に2mlとし、試料液とする。

ここで用いるシリカゲルカラムは内径12mm、長さ30cmのカラム管にあらかじめ*n*-ヘキサンに懸濁した30~70メッシュのカラムクロマトグラフ用シリカゲル（130℃で3時間活性化したもの）5gを入れ、カラムの上端に少量の*n*-ヘキサンが残る程度まで*n*-ヘキサンを流出させたものを用いる。