

アトラジンの測定方法

(1) 装置

UV検出器付き高速液体クロマトグラフ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(パックドカラム又はキャピラリーカラム)を用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル:分光測定用

水、テトラヒドロフラン、メタノール:高速液体クロマトグラフ用

エタノール:無水及び分析用

O-リン酸:分析用(≥85%)

n-ヘキサン:残留分析用

ジクロロメタン:紫外分光測定用

アトラジン標準品

(3) 試験溶液の調製

Bond Elut C18 カートリッジを溶出系に取りつけ、湿らせたガラスウールでカートリッジに栓をする(カラムを詰まらせる可能性のある物質をトラップするため)。25cm のステンレス鋼チューブ(外径約 1.6mm、内径 0.8mm)を 50cm のテフロンチューブの一方に取り付ける。カートリッジアダプターを用いて前述のテフロンチューブのもう一方とカートリッジをしっかりとつなぎ合わせる。抽出前操作として、以下の 2 溶液をチューブとカートリッジに流しておく(5-10 cm³/min)。

a)10cm³ 高速液体クロマトグラフ用メタノール

b)10cm³ 高速液体クロマトグラフ用水

ステンレス鋼チューブを水試料に浸し、全試料(通常約 1dm³)をカートリッジにかけ、15-20 cm³/min で吸引する。アダプターとチューブをカートリッジから取り外し、最初にメタノール(0.5 cm³)、次にメタノール/ジクロロメタン(2cm³)でアトラジンを丸底フラスコに溶出する。ロータリー・エバポレーターを用いて試料を乾燥させる(水槽温度:40-45°C)。乾燥後の試料を、高速液体クロマトグラフ(UV 検出器)用には 5 cm³ の水/アセトニトリル(65: 35、v/v)に溶解し、ガスクロマトグラフ(アルカリ熱イオン化検出器)用には 2.5 cm³ のヘキサン/無水エタノール(1:1)で溶解する。

(4) 測定機器の操作条件

1)UV 検出器付き高速液体クロマトグラフ

高速液体クロマトグラフ部

カラム:長さ 12 cm、内径 4.0 mm のステンレス鋼管に、Nucleosil 5 C 18 (粒度 5µm)を充填したものをを用いる。

溶離液:最初にメタノール(0.5 cm³)、次にメタノール/ジクロロメタン(2cm³)を用いる。

流量:1.0 cm³ min⁻¹

UV 検出器部

測定波長:215 nm

移動相:水/アセトニトリル(65: 35、v/v)

感度:アトラジンの 2.5pg が十分確認できるよう感度を調整する。

2)アルカリ熱イオン型検出器(FTD)付きガスクロマトグラフ(パックドカラム)

ガスクロマトグラフ部(パックドカラム)

カラム:内径2mm、長さ1または2mのホウケイ酸ガラスまたはこれと同等の性能を有するものをを用いる。

カラムの先端より10cmは空、もしくは3% OV101/Gas Chrom Q.で充填し、のこりの90または190cmは3% Carbowax 20M /Gas Chrom Q(粒度 0.15~0.18mm、80~100 mesh)で充填する。

キャリアーガス:窒素を用い、線速度を毎分20~30cm³とする。

試料導入部温度:250°C

カラムオープン温度:210°C

検出部(アルカリ熱イオン型検出器)

インターフェース部温度:270℃

感度:アトラジンの0.25pgが十分確認できるよう感度を調整する。

3)アルカリ熱イオン型検出器(FTD)付きガスクロマトグラフ(キャピラリーカラム)

ガスクロマトグラフ部(キャピラリーカラム)

カラム:内径0.2mm、長さ12.5mの熔融シリカ製管の内面に、5% フェニルメチルシリコンを0.5μmの厚さ
で被覆したものまたはこれと同等の分離性機能を有するものを用いる。

キャリアーガス:窒素を用い、線速度を毎分1cm³とする。なお、カラムヘッド圧は105kpaとする。

試料導入部温度:260℃

カラム層昇温プログラム:120℃で30秒保ち、220℃まで毎分10℃の昇温を行い最終温度で1分保ち、も
しくは、120℃まで毎分30℃の昇温を行い最終温度で1~6分保ち。

検出部(アルカリ熱イオン型検出器)

検出器温度:300℃

感度:アトラジンの0.1pgが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

1)高速液体クロマトグラフ

アトラジン標準品を無水エタノールで 1000μg/cm³ となるように調製した後(保存溶液)、この溶液を水/
アセトニトリル(65: 35、v/v)混液で希釈して、0.01~0.4μg/cm³ の混合標準溶液を数点調製し、それぞ
れ 50 mm³ を注入し、ピーク高さを測定し検量線を作成する。

2) ガスクロマトグラフ

上記の保存溶液をヘキサン/無水エタノール(1:1、v/v)混液で希釈して、0.02~0.4 g/cm³ の混合標準
溶液を数点調製する。これらの溶液 5 mm³(パックドカラム)または 2 mm³(キャピラリーカラム)を注入
し、ピーク高さを測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

1)高速液体クロマトグラフ

試験溶液から 50 mm³ を取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線よりアトラジンの重量を求
め、これに基づき試料中のアトラジン濃度を算出する。

2)ガスクロマトグラフ

試験溶液から 5 mm³(パックドカラム)または 2 mm³(キャピラリーカラム)を取り、ガスクロマトグラフに
注入し、(5)の検量線よりアトラジンの重量を求め、これに基づき試料中のアトラジン濃度を算出する。