

トラロメリンの測定方法

(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

アセトン、ジエチルエーテル、ジクロロメタン、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用

塩化ナトリウム：試薬特級又はこれと同等のもの

フロリジルミニカラム：フロリジル約1 gを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

トラロメリン標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 転溶

試料200 mLを500 mLの分液漏斗に量り取り、塩化ナトリウム10 g及びジクロロメタン50 mLを加えて振とう機を用いて5分間激しく振とうする。暫時放置後ジクロロメタン層を分取し、水層にあらたにジクロロメタン50 mLを加え、同様の操作を繰り返す。全ジクロロメタン層を無水硫酸ナトリウム約50 gのをせたガラスろ過機を用いて脱水ろ過し、ろ過機上をジクロロメタン20 mLで洗浄する。ろ液、洗液を200 mLのナス型フラスコに合わせ、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40°C以下で溶媒を約1 mLまで濃縮し、室温で窒素ガスを通じて乾固する。残留物をヘキサン/ジエチルエーテル(95:5 V/V)5 mLに溶解する。

イ カラムクロマトグラフィー

これを予めヘキサン/ジエチルエーテル(95:5 V/V)5 mLで洗浄したフロリジルミニカラムに流し入れ、フラスコを同混液5 mLで2回洗い込み、フロリジルミニカラムに流し入れ、流出液を廃棄する。次いでヘキサン/ジエチルエーテル(85:15 V/V)20 mLを流下させ、トラロメリンを溶出させる。溶出液を50 mLのナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40°C以下で溶媒を約1 mLまで濃縮し、室温で窒素ガスを通じて乾固する。残留物をヘキサンに溶解し、8 mL定容とする。

(4) 測定機器の操作条件

ガスクロマトグラフ部

カラム：内径0.25 mm、長さ30 mの溶融シリカ製の管の内面に(5%-フェニル)-メチルポリシロキサンを0.25 μm の厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

キャリアーガス：ヘリウム 2.0 mL/分

追加ガス：窒素 60 mL/分

アノードパージガス：窒素 6 mL/分

試料導入部温度：250°C

カラム槽昇温プログラム：100°Cで1分保ち、毎分30°Cの昇温を280°Cまで行い、280°Cで10分保持する。

検出部

検出器温度：300°C

感度：トラロメリンの0.0005 ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

トラロメリン標準品のそれぞれ0.00025～0.005 mg/Lヘキサン溶液を数点調製し、それぞれを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トラロメリンの検量線を作成する。

(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)の検量線によりトラロメリンの重量を求める。これに基づき、試料中のトラロメリンの濃度を算出する。