

水中におけるアミカルバゾン分析法

(1) 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

トリフルオロ酢酸、無水硫酸ナトリウム：試薬特級

アセトニトリル、水：高速液体クロマトグラフ用またはこれと同等のもの
アミカルバゾン標準品

(3) 試験溶液の調製

試料 250mL を 500mL の分液漏斗に量り取り、ジクロロメタン 50 mL を加え、5 分間振とうする。暫時放置した後、ジクロロメタン層を無水硫酸ナトリウムにより脱水ろ過する。分液ロートに再びジクロロメタン 50 mL を加え、同様に抽出・脱水操作を行い、抽出液を合わせる。合わせた抽出液をロータリーエバポレーターで濃縮後、残留物をアセトニトリル/水 (1:1) に溶解し、高速液体クロマトグラフの分析試料とする。

(4) 高速液体クロマトグラフ操作条件

カラム：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを内径 2~6 mm、長さ 20~30cm のステンレス管に充てん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。

カラム槽温度：温度 40℃

溶離液：A (水+0.1%トリフルオロ酢酸)：B (アセトニトリル) = (50:50) を用い、アミカルバゾンが 3~4 分で流出するように流速を調整する。

検出器：波長 244nm で測定する。

感度：アミカルバゾンの 0.2 µg 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

アミカルバゾン標準品より 100 mg/L の水溶液を調整し、標準溶液原液とする。原液を水で希釈し、3.00~200 µg/L の溶液を調製し、それぞれ 100 µL ずつ直接高速液体クロマトグラフに注入し、ピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液の 100 µL を高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりアミカルバゾンの重量を求め、これに基づき、試料中のアミカルバゾン濃度を算出する。