

トリクロピル

(1) 装置

ガスクロマトグラフ質量分析計及び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

アセトニトリル、アセトン、塩酸、酢酸エチル、水酸化カリウム、無水硫酸ナトリウム、リン酸
：試薬特級又はこれと同等のもの

ジエチレングリコール：純度 98%以上のもの

水：蒸留水又は精製水

0.01Mリン酸緩衝液：1Mリン酸 10mL に水約 950mL を加え、10M水酸化カリウム溶液を加えて pH を 3.3 に調整した後水を加えて 1L としたもの

トリクロピル酸標準品

トリクロピルブトキシエチル標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料 250mL を 500mL の分液漏斗に量り取り、2M塩酸 5mL 及び酢酸エチル 50mL を加え、振とう機を用いて 5 分間激しく振とうし、暫時放置した後、酢酸エチル層を分取する。残った水層についても、酢酸エチル 50mL を加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全酢酸エチル層を 300mL 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 20g を加え、時々振り混ぜながら 30 分間放置した後、300mL のナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコを酢酸エチル 20mL で洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、2%ジエチレングリコールアセトン溶液 0.5mL を加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて 40 以下で 25mL に濃縮する。この濃縮液の 10mL を 100mL 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 以下で溶媒を留去する。この残留物に水及びアセトニトリルの混液 (3:2) 1mL を加えて溶解し、トリクロピル酸の試験溶液とする。25mL とした濃縮液の 10mL を別の 100mL 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 以下で溶媒を留去する。この残留物に、ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる場合は、アセトン 1mL を加えて溶解し、高速液体クロマトグラフを用いる場合は、アセトニトリル及び水の混液 (4:1) 1mL を加えて溶解し、トリクロピルブトキシエチルの試験溶液とする。

(4) 測定機器の操作条件

1) 高速液体クロマトグラフ

充てん剤：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用いる。

カラム：内径 2~6mm、長さ 15~30cm のステンレス管を用いる。

カラム槽温度：40

溶離液：トリクロピル酸の場合は、0.01Mリン酸緩衝液及びアセトニトリルの混液 (3:2) を用い、トリクロピル酸が 8~10 分で流出するように流速を調整する。トリクロピルブトキシエチルの場合は、アセトニトリル及び 0.01Mリン酸緩衝液の混液 (4:1) を用い、トリクロピルブトキシエチルが 8~10 分で流出するように流速を調整する。

検出器：波長 295nm で測定する。

感度：トリクロピル酸及びトリクロピルプトキシエチルのそれぞれ 2ng が十分確認できるように感度を調整する。

2) ガスクロマトグラフ質量分析計

カラム：内径 0.2～約 0.7mm、長さ 10～30mの溶融シリカ製の管の内面に 50% フェニルメチルポリシロキサンを 0.1～1.5 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：高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、内径 0.2～約 0.7mm のカラムに対して線速度を毎秒 20～40cm とする。

試料導入部温度：スプリットレス方式の場合は 200～270、コールドオンカラム方式の場合は 50～100

カラム槽昇温プログラム：50 で 2 分保ち、50～約 280 の範囲で毎分 2～20 の昇温を行う。

インターフェース部温度：200～270

イオン源温度：150 以上

測定質量数：85、182、210

感度：トリクロピルプトキシエチルの 0.4ng 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

トリクロピル酸の検量線の作成

トリクロピル酸標準品の 500mg/L アセトニトリル溶液を調製し、この溶液を水及びアセトニトリルの混液 (3:2) で希釈して 0.1～2mg/L 溶液を数点調製し、それぞれを 20 μL ずつ高速液体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。

トリクロピルプトキシエチルの検量線の作成

1) ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる場合

トリクロピルプトキシエチル標準品の 0.2～4mg/L アセト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質量分析計に注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

2) 高速液体クロマトグラフを用いる場合

トリクロピルプトキシエチル標準品の 500mg/L アセトニトリル溶液を調製し、この溶液をアセトニトリル及び水の混液 (4:1) で希釈して 0.1～2mg/L 溶液を数点調製し、それぞれを 20 μL ずつ高速液体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

トリクロピル酸の試験溶液から 20 μL を取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりトリクロピル酸の重量を求め、これに基づき、試料中のトリクロピル酸の濃度を算出する。

また、トリクロピルプトキシエチルの試験溶液から、ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる場合は 2 μL を、高速液体クロマトグラフを用いる場合は 20 μL を取り、ガスクロマトグラフ質量分析計又は高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりトリクロピルプトキシエチルの重量を求め、これに基づき、試料中のトリクロピルプトキシエチルの濃度を算出する。

このトリクロピル酸の濃度の値とトリクロピルプトキシエチルの濃度の値に係数 0.72 を乗じてトリクロピルの濃度に換算したものを和し、試料中のトリクロピルの濃度を算出する。