

クロラントラニリプロールの測定方法

(1) 装置

紫外分光光度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：残留農薬試験用

アセトニトリル：高速液体クロマトグラフィー用

ギ酸：特級またはこれと同等のもの

クロラントラニリプロール標準品

(3) 試験溶液の調製

ア カラムクロマトグラフィー

試料100mLにギ酸0.1mLを添加する。0.1%ギ酸含有アセトニトリル及び0.1%ギ酸を順次5mLずつ流下し前処理したC18ミニカラムに試料を流下する。水/アセトニトリル/ギ酸

(70:30:0.1, v/v/v) 混液10mLで容器内を洗浄し、これをC18ミニカラムに移して流下し、それらの流出液を捨てる。次に水/アセトニトリル/ギ酸 (40:60/0.1, v/v/v) 混液12mLを流下し、溶出液をとる。

イ 濃縮

アで得られた溶出液を50℃以下の水浴中で減圧濃縮し、窒素気流下で溶媒を留去する。残留物を2～40mLのアセトニトリル/水 (50:50, v/v) 混液に溶解し試験溶液とする。

(4) 測定機器の操作条件

カラム：内径4.6mm、長さ250mm

溶離液：A:0.1%ギ酸

B:0.1%ギ酸含有アセトニトリル

A/B ; 8:2— (39min) —0:10— (1min) —8:2

流量：1.5mL/min

測定波長：254nm

カラム温度：40℃

保持時間：17.6min

感度：クロラントラニリプロールの2.5ng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

クロラントラニリプロール標準品の0.0125～1.0mg/Lアセトニトリル溶液を数点調製し、それぞれ100μLずつ高速液体クロマトグラフに注入し、データ処理装置を用いてピーク高を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から100μLを取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりクロラントラニリプロールの重量を求め、これに基づき、試料中のクロラントラニリプロールの濃度を算出する。