

メタミホップの測定方法

(1) 装置

液体クロマトグラフィーAgilent1200シリーズ又は相当機種を用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル、アセトン、*n*-ヘキサン、純水：液体クロマトグラフ用又はこれと同等のもの

酢酸エチル：試薬特級

無水硫酸ナトリウム、NaCl：試薬1級

メタミホップ分析用標準品：純度 99.5%

(3) 試験溶液の調製

(i)ろ過および抽出

試料200 mLをろ紙でろ過し500 mL容の分液漏斗に移し、NaCl 40 g と酢酸エチル100mLを加えて250rpmで5分間激しく振とうする。暫時静置し2層が完全に分離した後、酢酸エチル層を無水硫酸ナトリウムを通して丸底フラスコに集める。抽出液はロータリーエバポレーターを用いて40°C以下で濃縮乾涸する。残渣はアセトニトリル/水(40/60, v/v) 5 mLに再溶解し試験溶液とする。

(ii)クリーンアップ

オクタデシルカートリッジ(500mg)をアセトニトリル/水(40/60, v/v)で活性化する。その後はアセトニトリル/水(40/60, v/v) 5 mLに再溶解した試験液をオクタデシルカートリッジに注ぐ。次にアセトニトリル/水(40/60, v/v) 10 mL及びアセトニトリル/水(50/50, v/v) 10 mLでオクタデシルカートリッジ洗浄し溶出液は廃棄する。メタミホップはアセトニトリル/水(70/30, v/v) 20 mLで溶出する。溶出液はロータリーエバポレーターを用いて40°C以下で濃縮乾涸する。残渣はアセトニトリル2.5 mLに再溶解し試験溶液とする。

(4) 液体クロマトグラフ分析操作条件

液体クロマトグラフ部

カラム：Atlantis dc 18.5µm,長さ250mm、内径4.6mm又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

移動相：アセトニトリル/水(80/20, v/v)

検出UV波長：240nm

流量：1.0mL/min

注入量：20µL

* 上記条件下でメタミホップの保持時間は約5.5分である。

感度：メタミホップの2.0ng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

メタミホップ分析用標準品を1005mgを秤取しアセトニトリル100mLに溶解し1000 mg/Lのストック溶液を作製する。その液をアセトニトリルで希釈して0.1、0.2、0.5、1.0および2.0 mg/L濃度の検量線用標準溶液を作る。これらの標準溶液20µLを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

試験溶液から20 µLを取り、液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりメタミホップの重量を求め、試料中のメタミホップ濃度を算出する。