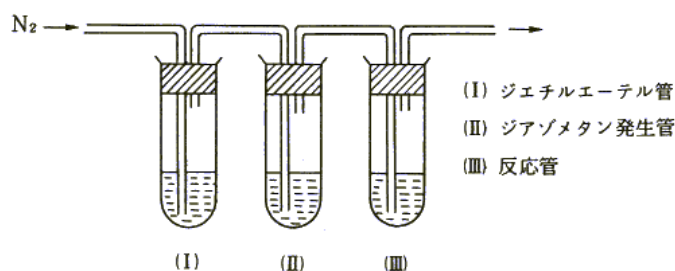


アシュラム

(1) 装置

高感度窒素リン検出器 (NPD) 又はアルカリ熱イオン型検出器 (FTD) 付きガスクロマトグラフ及びジアゾメタン発生装置 (別図) を用いる。

別図 メチル化装置の一例



(2) 試薬試液

アセトン、酢酸エチル、ヘキサン、メタノール、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

含水アルミナ：カラムクロマトグラフィー用酸性アルミナ 50g に水 2mL を加え 1 時間振とう後、16 時間放置したもの

ジアゾメタン アセトン溶液：別図の (I) にジエチルエーテル 50mL を入れ、(II) にカルビトール 6mL 及び 10M 水酸化ナトリウム溶液 3mL を入れ、(III) にアセトン 50mL を入れる。次に (I) に P トルエンスルホニル N メチル N ニトロソアミドの 2% ジエチルエーテル溶液 10mL を入れ、(II)、(III) を装置に設置した後、窒素ガスを通じて、発生したジアゾメタンを (I) のアセトンに捕集したもの (アセトンが濃黄色になるまで窒素ガスを通じる。)

アシュラム標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料 200mL をメスシリンダーに取り、500mL の分液漏斗に移す。2M 塩酸を用い pH2~3 とした後、酢酸エチル 50mL を加え、振とう機を用い 5 分間激しく振とうする。暫時放置し、分液後、酢酸エチル層を分取する。残った水層に酢酸エチル 50mL を加え、同様の振とう及び分取の操作を更に 2 回行う。全酢酸エチル層を 200mL の三角フラスコに合わせ、無水硫酸ナトリウム 20~30g を加え軽く振り混ぜ約 10 分間放置した後、ろ紙を用いてろ過する。ろ液は 200mL のナス型フラスコに受ける。10~20mL の酢酸エチルで数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。2% ジエチレングリコールアセトン溶液を数滴加えた後、

減圧濃縮器を用い、約 40 ℃ の水浴で酢酸エチルを約 1~2mL まで濃縮し、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。

イ メチル化

ジアゾメタン アセトン溶液 20mL を上記濃縮残渣に加え、密栓をし、ときどき軽く振り混ぜながら室温に 1 時間放置する。減圧濃縮器を用い、ジアゾメタン アセトン溶液を約 1~2mL まで濃縮する。残った溶媒は窒素気流をゆるやかにふきつけ、揮散させる。この残留物にアセトンヘキサン (15:85) 混液 10mL を加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

含水アルミナ 5g を内径 1.0cm、長さ 30cm のクロマト管にヘキサンの湿式法で充てんし、無水硫酸ナトリウム約 4g を積層する。これに、先の溶解液の 5mL (試料 100mL 相当) を注ぎ、流下させる。次にアセトンヘキサン (15:85) 混液 40mL、次いでアセトンヘキサン (30:70) 混液 50mL を流下させ、初めの 40mL は捨て、次の 50mL にアシュラムメチル化物を溶出させ、100mL のナス型フラスコに受ける。減圧濃縮器を用い、約 40 ℃ の水浴で溶媒を 1~2mL まで濃縮する。次いで残った溶媒に窒素気流をゆるやかにふきつけ、完全に揮散させる。この残留物にメタノール 1mL を加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径 0.53mm、長さ 10~15m のキャピラリー管

固体相液体：シリコン系、膜厚 1~1.5 μm

温度：注入口 250 ℃、検出器 280 ℃、カラム 180 ℃ 10 mL /分 240 5 分

ガス流量：キャリアーガスとしてヘリウムを用い、アシュラムメチル化物のピークが保持時間 5~6 分となるように調整するとともに水素及び空気の流量を至適条件となるように調整する。

感度：アシュラムの 0.2ng 相当のアシュラムメチル化物のピークが十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

アシュラム標準品の 100ppm メタノール溶液を調製し、その 1mL を 200mL のナス型フラスコに取り、窒素気流をゆるやかにふきつけメタノールを揮散させる。ここにジアゾメタン アセトン溶液 20mL を加え、(3)イと同様の操作を行い、メチル化を行った後、メタノールで 10mL に定容する。これをメタノールで希釈しアシュラムの 0.1~2.0 μg/mL 溶液を数点調製し、それぞれ 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)の検量線によりアシュラムの重量を求め、これに基づき試料中のアシュラム濃度を算出する。