

アラニカルブの測定方法

(1) 装置

ガスクロマトグラフ (GC)

(2) 試薬試液

ドデシル硫酸ナトリウム、ジクロロメタン、硫酸ナトリウム、エチレングリコール、アセトン、シリカゲル、四塩化炭素、ヘキサン、酢酸エチル、水酸化ナトリウム、: 試薬特級
又はこれと同等のもの

メソミルオキシム標準品

(3) 試験溶液の調製

2 リットルの試料を 3L の分液漏斗に取り、ドデシル硫酸ナトリウム 10g およびジクロロメタン 500ml を漏斗に加える。漏斗を 10 分間振とうし、混合物を 2 相に分離するために静置する。下相 (ジクロロメタン) を取り、残りの水相を 300 mL のジクロロメタンで 2 回抽出する。ジクロロメタン抽出物を合わせ、硫酸ナトリウムで乾燥させ、2ml の 2% エチレングリコールアセトン溶液を加え、次に 40 °C 未満でロータリーエバポレーターにより濃縮乾固させる。得られた残留物を四塩化炭素 10ml に溶解する。

7 グラムのシリカゲルを四塩化炭素で満たされたクロマトグラフィーカラムに移す。シリカゲルが落ち着き、気泡がすべて取り除かれるまで、カラムを穏やかに振とうする。カラムの内壁を 2~3 mL の四塩化炭素ですすぎ、溶媒表面がシリカゲル床の上部に到達するまで、溶媒をカラムから排出する。

抽出溶液 (四塩化炭素溶液) をカラムの上部に添加し、最初にヘキサン-酢酸エチル (6 : 4) 60 ml ですすぐ。次に、アラニカルブをヘキサン-酢酸エチル (6 : 4) 40 ml で溶出する。各溶出液に 2ml の 2% エチレングリコールアセトン溶液を加え、40 °C 以下でロータリーエバポレーターで濃縮乾固し、残留物を 2ml のアセトンに溶解する。

アセトン溶液に 0.1 N 水酸化ナトリウム溶液を加え、水浴を 80 °C で加熱してアラニカルブをメソミルオキシムに加水分解する。反応混合物を室温に冷却し、1N 硫酸溶液で酸性化し、100 mL の酢酸エチルで 2 回抽出し、合わせた抽出物を濃縮し、ガスクロマトグラフィー分析のために 2 mL のアセトンに溶解する。

(4) 測定機器の操作条件

検出器 : FTD

カラム : 溶融シリカキャピラリーカラム (粒径 5 μm)、内径 0.32 mm、長さ 30 m

液相 : DB-1

層の厚さ : 1 μm

カラム温度 : 130 °C

注入口温度：250 °C

検出器温度：250 °C

キャリアガス：窒素 60 kPa

空気：350 mL/min

水素ガス：0.5 mL/min

注入量：2 μ L

Attenuation：4 V

Range：10 M

感度：メソミルオキシム 0.1ng が十分確認できるように感度を調製する。

(5) 検量線の作成

メソミルオキシム標準品 0.05~1.00mg/L のアセトン溶液を数点調製する。それぞれ 2 μ L を GC に注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液 2 μ L を HPLC に注入し、(5)の検量線でメソミルオキシムの含量を求める。

アラニカルブの量は、メソミルオキシムの量に係数 3.8 (アラニカルブとメソミルオキシム間の分子量の比) を掛けることによって得る。