

ホスチアゼートの測定方法

(1) 装置

炎光光度検出器付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトン: 特級又はこれと同等のもの

アセトニトリル: 液体クロマトグラフ用又はこれと同等のもの

塩酸: 精密分析用又はこれと同等のもの

精製水: 超純水製造装置から得た水

ホスチアゼート標準品

(3) 試験溶液の調製

固相抽出法

試料 800 mL をガラス繊維ろ紙でろ過し、あらかじめアセトニトリル 5 mL、次いで精製水 5 mL でコンディショニングした固相抽出 (C18) ミニカラムに毎分 10 ~ 20 mL の流速で通水した後、約 1 分間吸引を続け水分を除去する。アセトニトリル 10 mL で溶出し、溶出液をナス型フラスコに取り、ロータリーエバポレーターを用いて水温 40 以下で濃縮し、室温で窒素ガスを通じて乾固する。残留物をアセトン 2 mL 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 0.53 mm、長さ 30 m のフェーズドシリカの管の内面にトリフルオロプロピルメチルポリシロキサンを 1.0 μm の厚さで被膜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。

カラム槽温度: 140 ~ 290 の範囲で毎分 15 で昇温を行い、290 で 5 分保つ。

注入口温度: 250

検出器温度: 300

注入方法: ダイレクト注入

キャリアーガス: ヘリウム

キャリアーガス流量: 20 mL/min

感度: ホスチアゼートの 0.08 ng 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

ホスチアゼート標準品をアセトンに溶解して 500 mg/L の標準原液を調製する。この標準原液をアセトンで希釈することにより 0.02 ~ 0.2 mg/L のアセトン溶液を数点調製し、それぞれ 4 μL ずつ炎光光度検出器付きガス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 4 μL を取り、炎光光度検出器付きガスクロマトグラフに注入し、(5) の検量線によりホスチアゼートの重量を求め、試料中のホスチアゼート濃度を算出する。