

アミスルブロムの測定方法

(1) 装置

紫外分光光度型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：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

グラファイトカーボンミニカラム(500mg)：内径12～13 mmのポリエチレン製のカラムに、グラファイトカーボン500 mgを充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

アミスルブロム標準品

(3) 試験溶液の調製

グラファイトカーボンミニカラム(500 mg)に、アセトニトリル及び水各5 mLを流下させ、流出液は捨てる。このカラムに試料10 mLを流下させ、流出液は捨てる。次いでアセトニトリル及び水(2:3)混液5 mLをカラムに2回流下させ、流出液を捨てる。さらにアセトニトリル10 mLを流下させ、アミスルブロムを溶出させ、50 mLのナス型フラスコに受ける。溶出液を減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を除去する。残留物をアセトニトリル及び水(1:1)混液1 mLに溶解し、試験溶液とする。

(4) 液体クロマトグラフ操作条件

カラム：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを内径4.6mm、長さ25 cmのステンレス管に充てん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：40℃

溶離液：アセトニトリル及び水(7:3)混液

検出器：波長255nmで操作する。

感度：アミスルブロムの0.8 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

アミスルブロム標準品より0.02～1 mg/L溶液(アセトニトリル及び水(1:1)混液)を数点調製し、それぞれ40 µLずつ液体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40 µLを取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりアミスルブロムの重量を求め、試料中のアミスルブロム濃度を算出する。