

インダジフラムの測定方法

(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

メタノール、アセトニトリル：高速液体クロマトグラフ用又はこれと同等のもの

ジクロロメタン、リン酸：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

インダジフラム標準品

(3) 試験溶液の調製

試料50mLを250mLの分液ロートにとり、ジクロロメタン20mLを分液ロートに加え緩やかに1分間振り混ぜインダジフラムを抽出する。分液後ジクロロメタン層を250mLのナス型フラスコに分取する。さらにジクロロメタンを用いて2回同様に抽出し同じナス型フラスコにジクロロメタン層を合わせる。すり合わせ減圧濃縮器を用いて40°C以下で約1mLまで溶媒を留去し、窒素ガス気流下で乾固する。この残留物にアセトニトリル及び水の混液(1:1)2mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) 高速液体クロマトグラフの操作条件

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2～6 mm、長さ15～30 cmのステンレス管に充填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：温度40°C

溶離液：アセトニトリル及び0.1%リン酸の混液(1:1)を用い、インダジフラムが3～6分で流出するように流速を調整する。

検出器：波長254nmで測定する。

感度：インダジフラムの1ng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

インダジフラム標準品より1000mg/Lのアセトニトリル及び水の混液(1:1)溶液を調製し、この溶液をアセトニトリル及び水の混液(1:1)で希釈して0.2～5mg/L溶液を数点調製し、それぞれ50 μLずつ高速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50 μLを取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりインダジフラムの重量を求め、これに基づき、試料中のインダジフラムの濃度を算出する。