

クロリムロンエチルの測定方法

(1) 装置

紫外分光光度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

アセトン、n-ヘキサン、酢酸エチル、2-プロパノール、ベンゼン、ジクロロメタン、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用

アセトニトリル、メタノール：高速液体クロマトグラフィー用

リン酸水素二ナトリウム、塩酸、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、氷酢酸、リン酸：特級またはこれと同等のもの

クロリムロンエチル標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料100mLを固相抽出カラムに移し、アセトニトリル5mLで溶出する。この溶出液に2%リン酸水素二ナトリウム水溶液15mL及びベンゼン2.5mLを加えて振とうし、静置後、ベンゼン層は捨てる。得られた水層にベンゼン2.5mLを加えて、同様の操作を行う。

イ 濃縮

アで得られた水層に濃塩酸を6滴添加し、ベンゼン2.5mLを加え振とう抽出を2回繰り返す、それぞれベンゼン層を分取する。あわせたベンゼン層を濃縮し、窒素気流下で乾固した後、溶離液0.5mLに溶解し試料とする。

(4) 測定機器の操作条件

カラム：内径4.6mm、長さ250mmのODSカラム

溶離液：アセトニトリル/水/リン酸（60:40:0.5）

流量：1mL/min

測定波長：230nm

注入量：20 μ L

カラム温度：40 $^{\circ}$ C

保持時間：15.9min

感度：クロリムロンエチルの0.2ngが十分に確認できるよう感度を調節する。

(5) 検量線の作成

クロリムロンエチル標準品をアセトニトリルに溶解し1000mg/Lの標準液を調製する。これをアセトニトリルで段階的に希釈し、0.01~0.5 μ g/mLの検量線用標準液を数点調製する。それぞれ高速液体クロマトグラフに注入し、データ処理装置を用いてピーク高を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液を高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりクロリムロンエチルの重量を求め、これに基づき、試料中のクロリムロンエチルの濃度を算出する。