

トリフロキシストロビンの測定方法

(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

水：蒸留水又は精製水

固相抽出カラム：内径9mm、長さ60mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用ジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体60mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

トリフロキシストロビン標準品

(3) 試験溶液の調製

試料200mLを500mLの三角フラスコに量り取り、あらかじめメタノール3mL、アセトニトリル3mL、次いで水3mLを流し入れ洗浄した固相抽出カラムに毎分10～20mLの流速で流し入れ、約1分間吸引を続け水分を除去する。アセトニトリル4mLで展開し、溶出液を50mLのナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で溶媒を留去する。この残留物にアセトニトリル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：温度40℃

溶離液：アセトニトリル及び水の混液(1:1)を用い、トリフロキシストロビンが8～10分で流出するように流速を調整する。

検出器：波長255nmで測定する。

感度：トリフロキシストロビンの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

トリフロキシストロビン標準品より1000mg/Lのアセトニトリル溶液を調製し、この溶液をアセトニトリルで希釈して0.2～4mg/L溶液を数点調製し、それぞれ30 μ L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30 μ Lを取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりトリフロキシストロビンの重量を求め、これに基づき、試料中のトリフロキシストロビンの濃度を算出する。