

HPLC による動物用医薬品等の一斉試験法 II (畜水産物)

筋肉・肝臓・腎臓・乳及びその他の食用部位 試料 5g

脂肪 試料 5g

95% アセトニトリル水溶液 30mL

95% アセトニトリル水溶液
および n-ヘキサン 30mL

ホモジナイズ

2,500rpm × 5分間遠心分離し、アセトニトリル層を分取

残留物に95% アセトニトリル水溶液
30mL添加

2,500rpm × 5分間遠心分離し、アセトニトリル層を分取

残留物とヘキサン層に
95% アセトニトリル水溶液
30mLを添加し激しく振とう

フロリジル (8g)

フロリジルをアセトニトリルに懸濁し、
内径 15mm × 長さ 300mmのクロマトグラフ管に
湿式充填

1) コンディショニング・・・アセトニトリル 100mL

2) サンプルロード・・・上記溶液 30mL

3) 溶出・・・アセトニトリル 30mL

n-ヘキサン 100mL 添加後、振とう機で3分間
激しく振とう

静置後、アセトニトリル層を分取し 40°C以下で濃縮

残留物をリン酸緩衝液 (pH5) 4mLで溶解し、
水 6mLを添加

C18 (360mg)

1) コンディショニング

(1) メタノール 10mL

(2) 水 10mL

(3) リン酸緩衝液 (pH5) 2mL

2) サンプルロード・・・上記溶液

3) 洗浄・・・リン酸緩衝液 (pH5) 5mL

4) 溶出

(1) 40% メタノール水溶液 10mL

(2) 70% アセトニトリル水溶液 10mL

※溶出液は別々に採る

40°C以下で濃縮

4)-(1)液の残留物は 5% メタノール水溶液 2mL で溶解

4)-(2)液の残留物は 35% メタノール水溶液 2mL で溶解

HPLC測定

使用カラム: オクタデシル化シリカゲルカラム
粒径 5 μm、内径 4.6mm、長さ 250mm