

6 アシュラム、アゾキシストロピン、オキシシン銅、シデュロン、チウラム、トリクロピル酸、ハロ  
スルフロンメチル、フラザスルフロン及びメコプロップの測定方法

(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 アセトニトリル (特級)

アセトン アセトン (特級)

クロロホルム クロロホルム (特級)

ジエチレングリコール ジエチレングリコール (純度98%以上のもの)

水酸化カリウム 水酸化カリウム (特級)

リン酸 リン酸 (特級)

水: 蒸留水又は精製水

固相抽出カラム 内径10mm、長さ10mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用スチレンジビニルベンゼン共重合体 (ポリスチレン系ゲル、粒径50 $\mu$ m) 265mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

0.01Mリン酸緩衝液 1Mリン酸10mLに水約950mLを加え、10M水酸化カリウム溶液を加えてpHを3.3に調整した後水を加えて1Lとしたもの

アシュラム標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにアシュラム標準品0.1gを量り取り、アセトニトリルを標線まで加えたもの

アゾキシストロピン標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにアゾキシストロピン標準品0.1gを量り取り、アセトニトリルを標線まで加えたもの

オキシシン銅標準原液 (200mg/L) 全量フラスコ100mLにオキシシン銅標準品0.02gを量り取り、クロロホルムを標線まで加えたもの

シデュロン標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにシデュロン標準品0.1gを量り取り、アセトニトリルを標線まで加えたもの

チウラム標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにチウラム標準品0.1gを量り取り、クロロホルムを標線まで加えたもの

トリクロピル酸標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにトリクロピル酸標準品0.1gを量り取り、アセトニトリルを標線まで加えたもの

ハロスルフロンメチル標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにハロスルフロンメチル標準品0.1gを量り取り、アセトニトリルを標線まで加えたもの

フラザスルフロン標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにフラザスルフロン標準品0.1gを量り取り、アセトニトリルを標線まで加えたもの

メコプロップ標準原液 (1000mg/L) 全量フラスコ100mLにメコプロップ標準品0.1gを量り取り、アセトニトリルを標線まで加えたもの

混合標準原液 (アシュラム、アゾキシストロピン、オキシシン銅、シデュロン、チウラム、トリクロピル酸、ハロスルフロンメチル、フラザスルフロン及びメコプロップそれぞれ25mg/L)

全量フラスコ100mLにオキシシン銅標準原液12.5mL及びその他の標準原液各2.5mLを取り、アセトニトリルを標線まで加えたもの

(3) 試験溶液の調製

試料250mLを1Lの三角フラスコに量り取り、0.1mg/L塩酸を加え、pHを3.5に調整する。

あらかじめ固相抽出カラムにアセトニトリル5mL次いで水5mLを流し入れ洗浄しておく。これにpHを調整した試料を毎分10～20mLの流速で流し入れ、次いで水10mLを流し、流出液を捨てた後、約10分間吸引を続け水分を除去する。アセトニトリル5mLで展開し、溶出液を100mLのナス型フラスコに取り、2%ジエチレングリコールアセトン溶液0.5mLを加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて40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。この残留物に水及びアセトニトリルの混液（13:7）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

充てん剤 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用いる。

カラム 内径2～6mm、長さ15～30cmのステンレス管を用いる。

溶離液 0.01mg/Lリン酸緩衝液及びアセトニトリルの混液（13:7）を用いる。

検出器 アシュラムが流出するときは波長270nmで測定し、アゾキシストロピンが流出するときは波長235nmで測定し、オキシシン銅又はフラザスルフロンが流出するときは波長240nmで測定し、シデュロンが流出するときは波長255nmで測定し、トリクロピル酸、チウラム及びメコプロップが流出するときは波長230nmで測定し、ハロスルフロンメチルが流出するときは波長245nmで測定する。

感度 各分析対象農薬のそれぞれ5ng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

混合標準原液0.5～10mLを全量フラスコ100mLに段階的に取り、それぞれ水及びアセトニトリルの混液（13:7）を標線まで加える。この混合標準液を40μL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各分析対象農薬の検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から40μLを取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線により重量を求め、これに基づき、試料中の各分析対象農薬の濃度を算出する。