

オキサジアルギル

(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、アセトン、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

リン酸：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

固相抽出カラム：内径 15mm、長さ 65mm のカラムにカラムクロマトグラフィー用 C₁₈ シリカゲル(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) 1000mg を充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

シリカゲルミニカラム：内径 10mm、長さ 25mm のカラムにカラムクロマトグラフィー用シリカゲル 690mg を充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

オキサジアルギル標準品

(3) 試験溶液の調製

A法 溶媒抽出法

ア 抽出

試料 200mL を 500mL の分液漏斗に量り取り、ヘキサン 100mL を加え、振とう機を用いて 5 分間激しく振とうし、暫時放置した後、ヘキサン層を分取する。残った水層についても、ヘキサン 100mL を加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全ヘキサン層を 300mL の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム適量を加え、時々振り混ぜながら 15 分間放置した後、500mL のナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコをヘキサン 20mL で洗い、その洗液で残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせる。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。この残留物にヘキサン 5mL を加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

あらかじめ、シリカゲルミニカラムにヘキサン 5mL を流し入れ、洗浄しておく。これにナス型フラスコ中の溶液を流し入れ、ヘキサン 5mL で展開し、流出液を捨てる。次いでヘキサン及びアセトンの混液(7:3) 10mL 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(3:2) 2mL を加えて溶解し、試験溶液とする。

B法 固相抽出法

試料 200mL を、あらかじめアセトニトリル 5mL 及び水 5mL を順に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、次いで水 5mL を流し、流出液を捨てた後、約 1 分間吸引を続け水分を除去する。アセトニトリル 10mL で展開し、溶出液を 50mL のナス型フラスコに取る。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。

この残留物にヘキサン 5mL を加えて溶解する。以下、この溶液について A 法のウと同様の操作を行う。

(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 2~6mm、長さ 15~30cm 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：40

溶離液：アセトニトリル、水及びリン酸の混液（60：40：0.1）を用いる。

検出器：波長 230nm で測定する。

感度：オキサジアルギルの 2ng 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

オキサジアルギル標準品より 0.1~2mg/L のアセトニトリル及び水の混液（3：2）溶液を数点調製し、それぞれ 20 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 20 μ L を取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりオキサジアルギルの重量を求め、これに基づき、試料中のオキサジアルギルの濃度を算出する。