

オキシシン銅（有機銅）

(1) 装置

蛍光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

酢酸エチル、メタノール、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

塩化ナトリウム、塩酸、水酸化ナトリウム、硫酸銅、硝酸アルミニウム：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

オキシシン銅標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 濃縮、酢酸エチル洗浄

試料 1L を 1.5L のナス型フラスコに取り、減圧濃縮器を用い約 40 ℃ の水浴で約 20mL まで濃縮し、300mL の分液漏斗に移す。水 80mL でナス型フラスコを洗い、分液漏斗に合わせる。1M塩酸 2mL、1%硫酸銅溶液 0.5mL、塩化ナトリウム 30g 及び酢酸エチル 100mL を加え、振とう機を用い 5 分間振とうする。暫時放置し、分液後、酢酸エチル層を捨てる。

イ 酢酸エチル抽出

分液漏斗中の水層を 1M水酸化ナトリウム溶液で pH7～8 に調整する。酢酸エチル 100mL を加え振とう機を用い 5 分間激しく振とうする。暫時放置し、分液後下層の酢酸エチル層を 300mL の三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル 100mL を加え、同様の振とう及び分液の操作を行い酢酸エチル層を三角フラスコに合わせる。無水硫酸ナトリウム 20～30g を三角フラスコに入れ、軽く振りまぜ約 10 分間放置した後、ろ紙を用いてろ過する。ろ液は 300mL のナス型フラスコに受ける。10～20mL の酢酸エチルで数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約 40 ℃ の水浴で酢酸エチルを約 1～2 mL まで濃縮し、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ、残った酢酸エチルを完全に揮散させる。この残留物にメタノール 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操作条件

カラム：内径 3～5mm、長さ 15～25cm のステンレス管

カラム充填剤：多孔性スチレンジビニルベンゼン共重合体（平均粒径 10 μm）

移動相：硝酸アルミニウム 10g をメタノール 1L に溶解した溶液

流量：1.0mL/分

カラム恒温槽温度：40

測定波長：励起波長 380nm、蛍光波長 520nm

感度：オキシシン銅の 10ng が十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

オキシシン銅標準品より 0.5～10 μg/mL のメタノール溶液を数点調製し、それぞれ 20 μL 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 μL 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シシン銅の重量を求め、これに基づき試料中のオキシシン銅濃度を算出する。