

代謝物は基準値に含量していないので、代謝物部分の測定法は削除した。

オキシポコナゾールフマル酸塩の測定方法

(1) 装置

高速液体クロマトグラフ（紫外分光光度計）

(2) 試薬試液

アセトン、ヘキサン、メタノール：試薬特級又はこれと同等のもの

アセトン、酢酸エチル：残留農薬試験用

水、メタノール：高速液体クロマトグラフィー用

多孔性ケイソウ土カラム：内径約 2 cm のカラムに 20 mL 保持量のカラムクロマトグラフィー用顆粒状多孔性ケイソウ土を充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

SI ミニカラム：シランをシリカゲルに結合させた固相を充てんしたカラムサイズ 1000mg のもの又はこれと同等の性能を有するもの

オキシポコナゾールフマル酸塩標準品

(3) 試験溶液の調製

試料 200 mL を 800 mL のナス型フラスコに量り取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて 40°C 以下で約 10～15 mL に濃縮する。これに、メタノール 2mL を加え、多孔性ケイソウ土カラムに移し、酢酸エチル 200mL を流下させてオキシポコナゾールフマル酸塩を溶出する。溶出液を 300mL のナス型フラスコに量り取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて 40°C 以下で約 3mL に濃縮後、酢酸エチルを用いて 10mL に定容する。

先の定容液から 5mL（試料 100mL 相当）を 300 mL のナス型フラスコに量り取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて 40°C 以下で約 2mL に濃縮後、窒素気流下で乾固する。残留物をアセトン-ヘキサン混液（5:95）5mL に溶解する。SI ミニカラムをミニカラム吸引装置に取り付け、ヘキサン 10mL で流下させてカラムを洗浄する。溶解液をアセトン-ヘキサン混液（5:95）20mL を用いてカラムに移し入れ、流下させ、流出液は捨てる。次いでアセトン-ヘキサン混液（10:90）40mL を流下させ、流出液は捨てる。更に、アセトン-ヘキサン混液（30:70）20mL を同様に流下させ、オキシポコナゾールフマル酸塩を溶出させ、200mL のナス型フラスコに受ける。溶出液を減圧濃縮器を用い 40°C 以下の水浴で溶媒を約 2mL まで濃縮し、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。残留物にメタノール 5mL を加えて定容し、高速液体クロマトグラフの試験溶液とする。

(4) 測定機器の操作条件

高速液体クロマトグラフ

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 4.6mm、長さ 15cm 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℃

波長：220nm

溶離液：水及びメタノールの混液 (30:70v/v) を流速 1.0mL/min. で通液する。

感度:オキスポコナゾールフマル酸塩 1.0ng が十分確認できるように感度を調製する。

(5) 検量線の作成

オキスポコナゾールフマル酸塩標準品 0.05~1.00mg/L メタノール溶液を数点調製し、それぞれ 20 μ L を高速液体クロマトグラフに注入し、ピーク高を測定しオキスポコナゾールフマル酸塩の検量線を作成する。

(6) 定量試験

(3)の試験溶液から各 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スポコナゾールフマル酸塩の重量を求め濃度を算出する。