

イソウロン

(1) 装置

高速液体クロマトグラフィー (HPLC) を用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル：高速液体クロマトグラフ用又はこれと同等のもの

水：蒸留水又は精製水

硫酸アンモニウム

酢酸エチル

蒸留水

イソウロン標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

0.05 mg/L 以上の試料は、そのまま水で希釈して試験溶液とする。0.05 mg/L 未満の試料は、100 mL をフラスコにとり、硫酸アンモニウム 70 g、酢酸エチル 30 mL を加えて振とうする (10 分間)。

イ 精製、濃縮

酢酸エチル層を回収し、窒素気流下、40°C で乾固し、蒸留水約 3 mL を添加した後、超音波照射し (約 1 分間)、蒸留水にて 5 mL に定容したものを、試験溶液とする。

(4) 分析条件

機器	: 高速液体クロマトグラフ
ポンプ	: 島津製作所製 LC-10AD
検出器	: 島津製作所製 SPD-10AV
オートインジェクター	: 島津製作所製 SIL-10A _{XL}
カラム	: L-columnODS 15cm × 4.6 mm φ ステンレス製
カラム温度	: 45°C
溶離液	: アセトニトリル/蒸留水 4/6 (v/v)
流量	: 1.0 mL/min
測定波長	: 220 nm
注入量	: 200 μL
感度	
検出器	: 0.5 AU/1V

(5) 検量線の作成

精秤したイソウロン標準品（約 20mg）をアセトニトリルに溶解し 1000mg/L の標準溶液を調製した。これをアセトニトリルで段階希釈して 20.0mg/L の標品溶液を調製した。さらに 20.0mg/L の標品溶液を水で希釈して 0.00400,0.0200,0.0400 及び 0.0800mg/L の標準溶液を調製した。これらを(3)の条件に従って分析し、得られたそれぞれのクロマトグラム上のピーク面積とイソウロン濃度により検量線を作成した。

(6) 定量試験

試験溶液から 200 μ L ずつ取り、高速液体クロマトグラフィーに注入し、(5)の検量線によりクロマトグラム上のイソウロンのピーク面積を濃度既知の標準溶液のピーク面積と比較し、比例計算後、純度補正して求める。