

## オキシリニック酸

### (1) 装置

分光蛍光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

ジクロロメタン、水酸化ナトリウム、塩酸、アセトン、塩化ナトリウム、無水硫酸ナトリウム、メタノール、水酸化カリウム、水  
オキシリニック酸標準品

### (3) 試験溶液の調製

#### ア 抽出

試料 200 mL を分液漏斗に取り、1 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液 5 mL 及びジクロロメタン 100 mL を加え 10 分間振盪し、下層のジクロロメタン層は廃棄する。残った水層に塩酸 5 mL、アセトン 5 mL、飽和食塩水 80 mL 及びジクロロメタン 100 mL を加え 10 分間振盪し、下層のジクロロメタン層を採取する。残った水層に新たにジクロロメタン 100 mL を加え 10 分間振盪し、ジクロロメタン層を先のジクロロメタン層と合わせる。

#### イ 脱水、濃縮

合わせたジクロロメタン層を約 50 g の無水硫酸ナトリウムでろ過し、ろ液を減圧濃縮・乾固する。残渣にメタノール/4 mol/L 水酸化カリウム (3/1) を適量加えて溶解し、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：Inertsil ODS-2、4.6 mm (内径) × 25 cm (長さ) 又はこれと同等の分離性能を有するもの

移動相：20 mM クエン酸水溶液/メタノール=54/46 (v/v)

流速：1.0 mL/分

測定波長：励起；330 nm、蛍光；365 nm

注入量：20 μL

### (5) 検量線の作成

オキシリニック酸標準品を用いて標準溶液を数点調製し、それぞれ 20 μL ずつ分光蛍光検出器付き高速液体クロマトグラフに注入して分析し、オキシリニック酸のピーク面積又はピーク高さとその重量 (ng) から検量線を作成する。

### (6) 定量試験

試料溶液から 20 μL を取り、分光蛍光検出器付き高速液体クロマトグラフに注入し、(5) の検量線により注入試料中のオキシリニック酸の重量 (ng) を求め、これに基づき試料中のオキシリニック酸濃度を算出する。