

## ヘキサコナゾールの測定方法

### (1) 装置

ガスクロマトグラフ質量分析計(GC/MS)を用いる。

### (2) 試薬試液

アセトニトリル、アセトン、酢酸エチル、メタノール：試薬特級又はこれと同等のもの  
ヘキサコナゾール標準品

### (3) 試験溶液の調製

HLB固相抽出(SPE)カートリッジを1 mLのメタノールと水をそれぞれ吸引させて洗浄する。100mLの試料をカートリッジに移した後、抽出液を取り除く。その後、1 mLの水を加えてカートリッジを洗浄後、10分減圧乾燥する。1 mLの酢酸エチルをカートリッジに加え、抽出液を分析用バイアルに採取した後に、同様に0.5 mLのメタノールを加えて、抽出液を同じバイアルに採取する。混液が0.9 mLになるまで室温で濃縮後に、酢酸エチルを加えて1 mLとなるよう調整し、試験溶液とする。

### (4) ガスクロマトグラフ質量分析計操作条件

ガスクロマトグラフ部

カラム：SGE BPX-50(長さ15 m、内径0.25 mm、膜厚0.25  $\mu$ m)又はこれと同等の分離性能を有するもの

カラム温度：60°Cで1分保持後、20°C/分の割合で320°Cまで昇温させ、1分保持後注入

注入口温度：250°C

キャリアガス流量：ヘリウム 1.0 mL/分

注入量：2  $\mu$ L

質量分析部

測定質量数：定量214m/z、確認216m/z

感度：ヘキサコナゾールの0.01 ng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

ヘキサコナゾール標準品を用いて1000  $\mu$ g/mLのアセトン溶液を調整し、これをアセトンで順次希釈し数点の検量線用標準液を調整する。それぞれ2  $\mu$ Lずつガスクロマトグラフ質量分析計に注入し、ピーク高又はピーク面積を測定しヘキサコナゾールの検量線を作成する。

### (6) 定量試験

試験溶液から2  $\mu$ Lを取り、ガスクロマトグラフ質量分析計に注入し、(5)の検量線によりヘキサコナゾールの重量を求め、これに基づき試料中のヘキサコナゾール濃度を算出する。