

チオファネートメチル

(1) 装置

液体クロマトグラフタンデム型質量分析計を用いる。

(2) 試薬試液

ジクロロメタン、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

メタノール：高速液体クロマトグラフ用又はこれと同等のもの

アスコルビン酸ナトリウム、塩化ナトリウム、塩酸、酢酸アンモニウム、水酸化ナトリウム：
試薬特級

チオファネートメチル標準品

カルベンダジム標準品

(3) 試験溶液の調製

試料 50mL を 200mL の分液漏斗に量り取り、塩化ナトリウム 5g 及びアスコルビン酸ナトリウム 1g を加え振とう機を用いて 5 分間激しく振とうする。暫時放置した後、0.1mol/L の塩酸及び 0.1mol/L の水酸化ナトリウム溶液で pH を 6.8 から 6.9 に調整する。ジクロロメタン 50mL を加え振とう機を用いて 5 分間激しく振とうし、暫時放置した後、ジクロロメタン層を分取する。残った水層についてもジクロロメタン 50mL を加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全ジクロロメタン層を 200mL の三角フラスコに合わせ、無水硫酸ナトリウム適量を加え、時々振り混ぜながら 15 分間放置した後、200mL のナス型フラスコにろ過する。使用した三角フラスコをジクロロメタン 20mL で洗い、その洗液で残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせる。すり合わせ減圧濃縮器を用いて 40 以下で約 1mL まで溶媒を留去し、窒素ガス気流下で乾固する。この残留物にメタノール 25mL を加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計操作条件

液体クロマトグラフ部

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 2 ~ 2.1mm、長さ 10 ~ 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

溶離液：2mmol/L 酢酸アンモニウム溶液及びメタノールの混液（60：40）を 5 分間保持し、（60：40）から（5：95）までの濃度勾配を 5 分間で行い、さらに 5 分間保持する。

質量分析部

イオンモード：ESI（+）

測定質量数：チオファネートメチル；343.1 151.2（定量）

343.1 93.1（確認）

カルベンダジム；192.1 160.2（定量）

192.1 132.2（確認）

感度：チオファネートメチルの 0.02ng 及びカルベンダジムの 0.01ng 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

チオファネートメチル標準品より 0.01 ~ 0.1mg/L の水溶液を数点調製し、カルベンダジム標準品より 0.005 ~ 0.05mg/L の水溶液を数点調製し、それぞれ 2 μ L ずつ液体クロマトグラフタンデ

△型質量分析計に注入し、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 2 μL を取り、液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、(5) の検量線によりチオファネートメチル及びカルベンダジムの重量を求め、これに基づき、各成分の濃度を算出する。チオファネートメチルの濃度と、カルベンダジムの濃度に係数 1.79 を乗じてチオファネートメチルの濃度に換算したものを和し、試料中のチオファネートメチル(カルベンダジムを含む)の濃度を算出する。