

水中におけるテトラコナゾール分析法

(1) 装置

高感度窒素リン検出器 (NPD) 又はアルカリ熱イオン型検出器 (FTD) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトン、ジクロロメタン、アセトニトリル、塩化ナトリウム、無水硫酸ナトリウム：試薬特級
テトラコナゾール標準品

(3) 試験溶液の調製

試料 10 mL を 100mL の分液漏斗に量り取り、アセトン 2mL、飽和塩化ナトリウム溶液 20mL およびジクロロメタン 20 mL を加え、5 分間振とうする。暫時放置した後、ジクロロメタン層を無水硫酸ナトリウムにより脱水ろ過する。分液漏斗に再びジクロロメタン 50mL を加え、同様に抽出・脱水操作を行い、抽出液を合わせる。合わせた抽出液をロータリーエバポレーターで約 2mL まで濃縮後、通気で乾固し、アセトンで 10 mL としてガスクロマトグラフ用の分析試料とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

分離管：内径 1~3mm、長さ 20~40m の熔融シリカ製の管の内面に 30%フェニルメチルシリコンを 0.5~2.0 μm の厚さで被覆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。

試料導入部温度：250~300°C

分離管槽温度：250~300°C

検出器温度：250~300°C

ガス流量：キャリアーガスとしてヘリウムガスを用いテトラコナゾールのピークが保持時間 3~5 分となるようにする。

感度：テトラコナゾールの 0.1 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

テトラコナゾール標準品より 0.025~0.5 mg/L のアセトン溶液を数点調製し、それぞれ 4 μL ずつガスクロマトグラに注入し、縦軸にピーク高さ、横軸に重量を取ってテトラ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 4 μL を取り、ガスクロマトグラムに注入し、(5)の検量線によりテトラコナゾールの重量を求め、これに基づき、試料中のテトラコナゾール濃度を算出する。