

プロピコナゾール

(1) 装置

ガスクロマトグラフ質量分析計、アルカリ熱イオン型検出器又は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル、アセトン、塩化ナトリウム、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム：試薬特級
固相抽出カラム：内径 15mm、長さ 65mm のカラムにカラムクロマトグラフィー用 C₁₈ シリカゲル（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）500mg を充てんしたものの又はこれと同等の性質を有するもの

ケイ酸マグネシウムミニカラム：内径 10mm、長さ 25mm のカラムにカラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム 910mg を充てんしたものの又はこれと同等の性能を有するもの

水：蒸留水又は精製水

プロピコナゾール標準品

(3) 試験溶液の調製

A法 溶媒抽出法

ア 抽出

試料 200mL を 500mL の分液漏斗に量り取り、塩化ナトリウム 10g 及びヘキサン 100mL 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、ヘキサン層を分取する。残った水層についても、ヘキサン 50mL を加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全ヘキサン層を 500mL の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム 20g を加え、時々振り混ぜながら 30 分間放置した後、500mL のナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコをヘキサン 20mL で洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、すり合わせ減圧濃縮器を用いて 40 以下で溶媒を留去する。この残留物にヘキサン及びアセトンの混液（19:1）5mL を加えて溶解する。

ウ カラムクロマトグラフィー

あらかじめ、ケイ酸マグネシウムミニカラムにヘキサン 5mL を流し入れ、洗浄しておく。これにナス型フラスコ中の溶液を流し入れ、ヘキサン及びアセトンの混液（19:1）10mL で展開し、流出液を捨てる。次いでヘキサン及びアセトンの混液（17:3）20mL で展開し、溶出液を 50mL のナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて 40 以下で溶媒を留去する。この残留物にアセトン 2mL を加えて溶解し、試験溶液とする。

B法 固相抽出法

試料 200mL を、あらかじめアセトニトリル 5mL、次いで水 5mL を流し入れ洗浄した固相抽出カラムに毎分 10~20mL の流速で流し入れ、水 10mL を流し、流出液を捨てた後、約 1 分間吸引を続け水分を除去する。アセトニトリル 10mL で展開し、溶出液を 50mL のナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて 40 以下で溶媒を留去する。以下、この残留物について A 法のウと同様の操作を行う。

(4) 測定機器の操作条件

ガスクロマトグラフ部

カラム：内径 0.2～約 0.7mm、長さ 10～30m の溶融シリカ製の管の内面に 5% フェニルメチルポリシロキサンを 0.1～1.5 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：スプリットレス方式の場合は 200～270、コールドオンカラム方式の場合は 50～100

カラム槽昇温プログラム：50 で 2 分保ち、50～約 280 の範囲で毎分 2～20 の昇温を行う。

キャリアーガス：高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、内径 0.2～約 0.7mm のカラムに対して線速度を毎秒 20～40cm とする。

検出部

1) 質量分析計

インターフェイス部温度：200～270

イオン源温度：150 以上

測定質量数：259、173、191

感度：プロピコナゾールの 0.1ng が十分確認できるように感度を調整する。

2) アルカリ熱イオン型検出器又は高感度窒素・リン検出器

検出器温度：280～300

ガス流量：水素ガス、空気及び追加ガス（高純度窒素ガス又はヘリウムガス）の流量を至適条件になるように調整する。

感度：プロピコナゾールの 0.1ng 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

プロピコナゾール標準品より 0.05～1mg/L のアセトン溶液を数点調製し、それぞれ 2 μL ずつガスクロマトグラフに注入し、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、ガスクロマトグラフに注入し、(5) の検量線によりプロピコナゾールの重量を求め、これに基づき、試料中のプロピコナゾールの濃度を算出する。