

イミベンコナゾールの測定方法

(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、メタノール、無水硫酸ナトリウム、塩化ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの
イソプロパノール、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
酢酸アンモニウム：試薬特級
イミベンコナゾール標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料500mLを1L容分液ロートにとり、塩化ナトリウム15gを加え混合する。これにジクロロメタン50mLを加え、5分間振とうする。静置後、ジクロロメタン層を無水硫酸ナトリウムで脱水ろ過し、なす型フラスコに取る。分液ロートの残水層に再度ジクロロメタン50mLを加え、同様の振とう、分液操作を行い、ジクロロメタン層を合わせる。

イ 濃縮

上記アのジクロロメタン層をすり合わせ減圧濃縮器を用いて40℃以下で1～2mLまで濃縮後、窒素気流下で完全に留去する。この残渣を70%メタノール水溶液1mLに溶解し、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(粒子径3μm)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2.1mm、長さ100mm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。

溶離液：5mmol/L酢酸アンモニウム水溶液(A液)及び5mmol/L酢酸アンモニウムのメタノール/イソプロパノール(1/1)溶液(B液)による以下の濃度勾配を行う。

(濃度勾配条件)

A液:B液=60:40を1分間保った後、4分間の濃度勾配によりA液:B液=10:90とし、更に8分間の同勾配でA液:B液=2:98としてからこの状態を7.5分間保つ。

流量：0.1mL/min

質量分析部

イオンモード：ESI(+)

キャピラリー電圧：4500V

キャピラリー温度：320℃

測定質量数：411→125(定量)、411→171(確認)

感度：イミベンコナゾールの0.02ng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

イミベンコナゾール標準品より1000mg/Lのアセトン溶液を調製し標準原液とする。同原液1mLをメタノールで50mLとして20mg/Lの標準液を調製し、これを70%メタノール水溶液で段階的に希釈して1～50μg/Lの溶液数点を調製する。それぞれ20μLずつ液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、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20μL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)の検量線により試験溶液中のイミベンコナゾール濃度を求め、これに基づき試料中のイミベンコナゾール濃度を算出する。

以上