

## プロパモカルブ塩酸塩の測定方法

### (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：高速液体クロマトグラフ用又はこれと同等のもの  
水酸化ナトリウム、アンモニア水(25%)：試薬特級  
プロパモカルブ標準品

### (3) 試験溶液の調製

試料500 mLを500 mLの分液漏斗に量り取り、1 mol/Lの水酸化ナトリウム溶液でpHを11.5以上に調整する。飽和食塩水50 mL及びジクロロメタン30 mLを加え振とう機を用いて1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30 mLを加え、同様の振とう及び分取の操作を2回繰り返す。全ジクロロメタン層を100 mLの丸底フラスコに合わせ、すり合わせ減圧濃縮器を用いて35℃以下で溶媒を留去し、濃縮乾固する。この残留物に水及びメタノールの混液(1:1)2 mLを加えて溶解し、試験溶液とする。

### (4) 測定機器の操作条件

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2～6 mm、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：メタノール、水及びアンモニア水の混液(50:49.2:0.8)を用いる。

質量分析部

イオンモード：ESI(+)

測定質量数：189.2→102.2

感度：プロパモカルブの0.15 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

プロパモカルブ標準品より0.0053～0.45 mg/Lのメタノール溶液を数点調製し、それぞれ25 µL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25 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)の検量線によりプロパモカルブの重量を求め、これに基づき、試料中のプロパモカルブ濃度を算出する。