

メコナゾールの測定方法

(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、酢酸エチル、ヘキサン: 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

水: 蒸留水又は精製水

固相抽出カラム: 容量6mL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を充てんしたもの又はこれと同等の性質を有するもの

メコナゾールCis標準品

メコナゾールTrans標準品

(3) 試験溶液の調製

試料1Lを、あらかじめメタノール5mL及び水10mLを順に流し入れ洗浄した固相抽出カラムに毎分4~5.5mLの流速で流し入れる。5分間以内の吸引によりカラムを乾燥させた後、ヘキサン5mLを毎分0.3~0.5mLの流速で流し、その後再び吸引によりカラムを乾燥させる。酢酸エチル5mLで展開し、溶出液を予め重量を測定したバイアルに回収する。40°Cの湯浴により0.2~0.5mLに濃縮した後に、酢酸エチルを加え0.5mLまたは1.0mLに定容する。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム: 内径0.25 mm、長さ30 mの熔融シリカ製の管の内面に5%フェニルメチルシリコンを0.25µm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。

キャリアーガス: 流量1.5mL/分に調整したヘリウムガスを用いる。

試料導入部温度: 270°C

カラム槽昇温プログラム: 70°Cで1.3分保ち、70~300°Cの範囲で毎分25~30°Cの昇温を行う。

検出器温度: 320°C

感度: メコナゾールCis及びTransのそれぞれ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

メコナゾールCis標準品及びメコナゾールTrans標準品をそれぞれ0.02~2.0µg/mL含む酢酸エチル溶液を数点調製し、それぞれ1µL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メコナゾールCis及びメコナゾールTransの検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から1µLを取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりメコナゾールCis及びメコナゾールTransの重量を求め、これに基づき試料中のメコナゾール濃度を算出する。