

デキサメタゾン及びベタメタゾン試験法

1. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計を用いる。

2. 試薬・試液

次に示すもの以外は、第2 添加物の部C 試薬・試液等の項に示すものを用いる。

アセトニトリル 当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含まないものを用いる。

エチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000mg) 内径 12~13mm のポリエチレン製のカラム管に、エチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲル 1,000mg を充填したもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

酢酸エチル 当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含まないものを用いる。

n-ヘキサン 当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含まないものを用いる。

水 蒸留水、精製水、純水等の化学分析に適したものを用いる。当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含む場合には、n-ヘキサン等の溶媒で洗浄したものを用いる。

無水硫酸ナトリウム 当該農薬等の成分である物質の分析の妨害物質を含まないものを用いる。

3. 標準品

デキサメタゾン標準品 本品はデキサメタゾン98%以上を含む。

ベタメタゾン標準品 本品はベタメタゾン98%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

a 抽出法

試料 10.0 g に n-ヘキサン飽和アセトニトリル 50mL 及び n-ヘキサン 50mL を加えてホモジナイズした後、無水硫酸ナトリウム 20 g を加えて更にホモジナイズする。毎分 3,000 回転で 5 分間遠心分離した後、n-ヘキサン層を捨て、アセトニトリル層を分取する。残留物にアセトニトリル 50mL を加えてホモジナイズした後、毎分 3,000 回転で 5 分間遠心分離する。アセトニトリル層を分取し、先のアセトニトリル層と合わせ、アセトニトリルを加えて正確に 100mL とする。この溶液から正確に 50mL を分取し、40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に水 20mL を加え、酢酸エチル 20mL ずつで 2 回振とう抽出する。酢酸エチル層を分取し、40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に酢酸エチル 1 mL を加えて溶かす。

b 精製法

エチレンジアミン-N-プロピルシリル化シリカゲルミニカラム (1,000mg) に酢酸エチル 5 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに、a 抽出法で得られた溶液を注入した後、更に酢酸エチル 10mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、酢酸エチル及びメタノールの混液 (9 : 1) 10mL を注入し、溶出液を分取し、40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物を 0.1vol% 酢酸及び 0.1vol% 酢酸・アセトニトリル溶液の混液 (3 : 1) に溶かし、正確に 1 mL としたものを試験溶液とする。

5. 操作法

a 検量線の作成

デキサメタゾン及びベタメタゾンをそれぞれアセトニトリルに溶かして標準原液を調製する。各標準原液を適宜混合して 0.1vol% 酢酸及び 0.1vol% 酢酸・アセトニトリル溶液の混液 (3 : 1) で希釈した溶液を数点調製し、それぞれ液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計に注入し、ピーク高法

又はピーク面積法で検量線を作成する。なお、4. 試験溶液の調製に従って試験溶液を調製した場合には、試料中 0.00005mg/kg に相当する試験溶液中の濃度は 0.00025mg/L である。

b 定量試験

試験溶液を液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計に注入し、a 検量線の作成によりデキサメタゾン及びベタメタゾンの定量を行う。

c 確認試験

液体クロマトグラフ・タンデム質量分析計により確認する。

d 測定条件

(例)

カラム：アダマンチル基化学結合型シリカゲル 内径 2.1mm、長さ 150mm、粒子径 3 μm

カラム温度：40℃に保持する。

移動相：0.1vol%酢酸及び 0.1vol%酢酸・アセトニトリル溶液の混液（3：1）から（7：3）

までの濃度勾配を 5 分間で行った後、（7：3）から（1：1）までの濃度勾配を 5 分間で行う。

イオン化モード：エレクトロスプレーイオン化法 ネガティブイオンモード

主なイオン（m/z）：

デキサメタゾン プリカーサーイオン 451、プロダクトイオン 361、307

ベタメタゾン プリカーサーイオン 451、プロダクトイオン 361、307

注入量：5 μL

保持時間の目安：

デキサメタゾン 9分

ベタメタゾン 8分