

シクロスルファムロン試験法

1. 分析対象化合物

シクロスルファムロン

2. 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ及び液体クロマトグラフ・質量分析計を用いる。

3. 試薬、試液

総則の3に示すものを用いる。

4. 標準品

シクロスルファムロン 本品はシクロスルファムロン99%以上を含む。

融点 本品の融点は170～171℃である。

5. 試験溶液の調製

a 抽出法

検体を420 µmの標準網ふるいを通るように粉碎した後、その10.0 gを量り採り、水20 mLを加え、2時間放置する。

これにアセトン100 mLを加え、3分間細砕した後、ケイソウ土を1 cmの厚さに敷いたろ紙を用いてすり合わせ減圧濃縮器中に吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を採り、アセトン50 mLを加え、3分間細砕した後、上記と同様に操作して、ろ液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下で約30 mLに濃縮する。

これをあらかじめ10%塩化ナトリウム溶液100 mLを入れた300 mLの分液漏斗に移す。酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：1）100 mLを用いて上記の減圧濃縮器のナス型フラスコを洗い、洗液を上記の分液漏斗に合わせる。振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの層を300 mLの三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの混液（1：1）50 mLを加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの層を上記の三角フラスコに合わせる。これに適量の無水硫酸ナトリウムを加え、時々振り混ぜながら15分間放置した後、すり合わせ減圧濃縮器中にろ過する。次いで*n*-ヘキサン20 mLを用いて三角フラスコを洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗う操作を2回繰り返す。両洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下で酢酸エチル及び*n*-ヘキサンを除去する。

この残留物に*n*-ヘキサン30 mLを加え、100 mLの分液漏斗に移す。これに*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30 mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、ア

セトニトリル層を200 mLの分液漏斗に移す。*n*-ヘキサン層に*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30 mLを加え、上記と同様の操作を2回繰り返し、アセトニトリル層を上記の分液漏斗中に合わせる。これにアセトニトリル飽和*n*-ヘキサン50 mLを加え、軽く振り混ぜた後、静置し、アセトニトリル層をすり合わせ減圧濃縮器中に移し、40℃以下でアセトニトリルを除去する。この残留物にアセトン及び*n*-ヘキサンの混液（1：19）1.0 mLを加えて溶かす。

b 精製法

トリメチルアミノプロピルシリル化シリカゲル及びベンゼンスルホン酸シリル化シリカゲル混合ミニカラム（200 mg）に、アセトン20 mLを注入し、流出液は捨てる。次いでアセトン及び*n*-ヘキサンの混液（1：19）10 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0.5 mLを注入した後、アセトン及び*n*-ヘキサンの混液（3：7）10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いでアセトン及び*n*-ヘキサンの混液（1：1）20 mLを注入し、流出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40℃以下でアセトン及び*n*-ヘキサンを除去する。この残留物にメタノールを加えて溶かし、正確に0.5 mLとして、これを試験溶液とする。

6. 操作法

a 定性試験

次の操作条件で試験を行う。試験結果は標準品と一致しなければならない。

操作条件

カラム充てん剤 オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径5 μm）を用いる。

クロマトグラフ管 内径4～4.6 mm、長さ150～250 mmのステンレス管を用いる。

カラム温度 40℃

検出器 波長260 nmで操作する。

移動相 メタノール及び水の混液（3：2）を用いる。シクロスルファムロンが約12分で流出する流速に調整する。

b 定量試験

a 定性試験と同様の操作条件で得られた試験結果に基づき、ピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

c 確認試験

a 定性試験と同様の操作条件で液体クロマトグラフィー・質量分析を行う。試験結果は標準品と一致しなければならない。また、必要に応じ、ピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

7. 定量限界

0.01 mg/kg

8. 留意事項

精製後のメタノール溶液については、速やかに定性試験及び定量試験に供すること。また、標準溶液（メタノール溶液）は用時調製すること。

9. 参考文献

なし

10. 類型

A