

ジフェンゾコート試験法

1. 分析対象化合物

ジフェンゾコート, ジフェンゾコートメチル硫酸

2. 装置

アルカリ熱イオン化検出器又は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ及びガスクロマトグラフ・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

ジフェンゾコートメチル硫酸 本品はジフェンゾコートメチル硫酸99%以上を含む。

融点 本品の融点は155~157°C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°C以下で約20 mLに濃縮する。

多孔性ケイソウ土カラム(20 mL保持用)に上記の溶液を注入し, 15分間放置した後, *n*-ヘキサン100 mLを注入し, 流出液は捨てる。次いでギ酸及び酢酸エチルの混液(1:24)100 mLを注入し, 流出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り, 40°C以下でギ酸及び酢酸エチルを除去する。この残留物にメタノール4 mLを加えて溶かし, 0.1 mol/l水酸化ナトリウム溶液16 mLを加え, 必要に応じ5mol/l水酸化ナトリウム溶液でpH 10以上に調整する。

b 精製法

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム(360 mg)にメタノール5 mLを注入し, 流出液は捨てる。次いで水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, 流出液は捨てる。次いで水5 mLを注入し, 流出液は捨てる。次いで水及びメタノールの混液(1:1)5 mLを注入し, 流出液は捨てる。ギ酸及び酢酸エチルの混液(1:24)15 mLを注入し, 流出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り, 40°C以

下でギ酸及び酢酸エチルを除去する。この残留物にアセトンを加えて溶かし、正確に5 mL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 内径0.25 mm, 長さ30 mのケイ酸ガラス製の細管に, ガスクロマトグラフィー用5%フェニル-メチルシリコンを0.25 μmの厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 70℃で2分間保持し, その後毎分30℃で昇温し, 180℃に到達後1分間保持する。次に毎分5℃で昇温し, 250℃に到達後, 毎分10℃で昇温し, 280℃に到達後, 5分間保持する。

検出器 280℃で操作する。

ガス流量 キャリヤーガスとしてヘリウムを用いる。ジフェンゾコートが約17分で流出する流速に調整する。空気及び水素の流量を至適条件に調整する。

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ジフェンゾコートメチル硫酸の定量を行い, これに係数0.69を乗じてジフェンゾコートに換算する。

c 確認試験

a 定性試験と同様の操作条件でガス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

0.05 mg/kg

8. 留意事項

ジフェンゾコートは, ジフェンゾコートメチル硫酸の定量を行い, これに係数を乗じてジフェンゾコートの含量に換算した値を分析値とすること。

9. 参考文献

なし

10. 類型

A