

ベンタゾン試験法

1. 分析対象化合物

ベンタゾン、ベンタゾンナトリウム塩

2. 装置

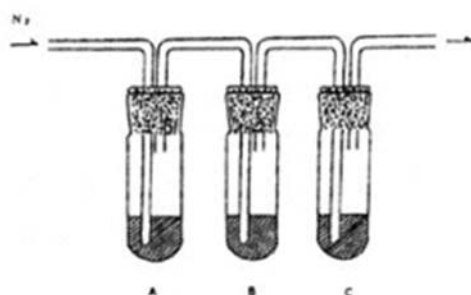
アルカリ熱イオン化検出器，高感度窒素・リン検出器又は電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフ及びメチル化装置を用いる。

メチル化装置の概略は，次の図による。

A：エーテル管

B：ジアゾメタン発生管

C：反応管



3. 試薬、試液

次に示すもの以外は，総則の3に示すものを用いる。

凝固液 塩化アンモニウム2 g及びリン酸4 mLに水を加えて400 mLとする。

ジアゾメタンエーテル溶液 メチル化装置のエーテル管にエーテル5 mLを入れる。メチル化装置のジアゾメタン発生管にジエチレングリコールモノエチルエーテル4 mL及び10 mol/L水酸化カリウム溶液2 mLを入れる。メチル化装置の反応管にエーテル50 mLを入れる。メチル化装置のジアゾメタン発生管に*N*-メチル-*N*-ニトロソ-*p*-トルエンスルホンアミド2 gをエーテル5 mLに溶かしたものを加えた後，窒素を5分間緩やかに通じて反応させ，反応管の溶液を採る。用時調製する。

4. 標準品

ベンタゾン 本品はベンタゾン99%以上を含む。

融点 本品の融点は137～139°Cである。

5. 試験溶液の調製

a 抽出法

穀類、豆類及び種実類の場合は、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20.0 gを量り採り、水40 mLを加え、2時間放置する。

野菜の場合は、検体約1 kgを精密に量り、必要に応じ適量の水を量って加え、細切均一化した後、検体20.0 gに相当する量を量り採る。

これにメタノール100 mLを加え、振とう機を用いて30分間激しく振り混ぜた後、静置し、ケイソウ土を1 cmの厚さに敷いたろ紙を用いて吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を採り、メタノール50 mLを加え、振とう機を用いて30分間激しく振り混ぜた後、上記と同様に操作して、ろ液を1,000 mLの分液漏斗に合わせる。

これに塩酸を加えてpH 1に調整し、5%塩化ナトリウム溶液200 mL及びジクロロメタン100 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、ジクロロメタン層を300 mLの三角フラスコに移す。水層にジクロロメタン100 mLを加え、上記と同様に操作して、ジクロロメタン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。次いでジクロロメタン10 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°C以下でジクロロメタンを除去する。

この残留物にアセトン50 mLを加えて溶かし、凝固液50 mL及びケイソウ土2 gを加え、緩やかに振り混ぜた後、5分間放置し、ケイソウ土を1 cmの厚さに敷いたろ紙を用いて吸引ろ過し、ろ液を300 mLの分液漏斗に移す。次いでアセトン及び凝固液の混液(1:1) 50 mLを用いて上記の減圧濃縮器のナス型フラスコを洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、吸引ろ過し、洗液を上記の分液漏斗に合わせる。これにジクロロメタン50 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、ジクロロメタン層を300 mLの三角フラスコに移す。水層にジクロロメタン50 mLを加え、上記と同様に操作して、ジクロロメタン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。次いでジクロロメタン10 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°C以下でジクロロメタンを除去する。

b メチル化

この残留物にジアゾメタンエーテル溶液をジアゾメタンの黄色が残るまで加え、密栓し、30分間放置した後、室温で窒素を通じて乾固する。この残留物にエーテル及び*n*-ヘキサンの混液(3:17) 10 mLを加えて溶かす。

c 精製法

内径15 mm, 長さ300 mmのクロマトグラフ管に, カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム5 gをエーテル及び*n*-ヘキサンの混液 (3 : 17) に懸濁したもの, 次いでその上に無水硫酸ナトリウム約5 gを入れ, カラムの上端に少量のエーテル及び*n*-ヘキサンの混液 (3 : 17) が残る程度までエーテル及び*n*-ヘキサンの混液 (3 : 17) を流出させる。このカラムに *b* メチル化で得られた溶液を注入した後, エーテル及び*n*-ヘキサンの混液 (3 : 17) 50 mLを注入し, 流出液は捨てる。次いでエーテル及び*n*-ヘキサンの混液 (3 : 7) 50 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以下でエーテル及び*n*-ヘキサンを除去する。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。試験結果は標準品について, 5. 試験溶液の調製の *b* メチル化と同様に操作して得られたもの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14%シアノプロピルフェニル-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 50°Cで1分間保持し, その後毎分25°Cで昇温し, 200°Cに到達後毎分1°Cで昇温し, 240°Cに到達後5分間保持する。

試験溶液注入口温度 230°C

注入方式 スプリットレス

検出器 280°C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。3-イソプロピル-1-メチル-2, 1, 3-ベンゾチアジアジン-4 (3*H*)-オン 2, 2-ジオキシドが約16分40秒で流出する流速に調整する。アルカリ熱イオン化検出器又は高感度窒素・リン検出器を用いる場合は, 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定量を行う。

7. 定量限界

0.02 mg/kg

8. 留意事項

ベンタゾンの分析値には, ベンタゾン及びベンタゾンナトリウム塩が含まれる。

9. 参考文献

なし

10. 類型

A