

ブチレート試験法

1. 分析対象化合物

ブチレート

2. 装置

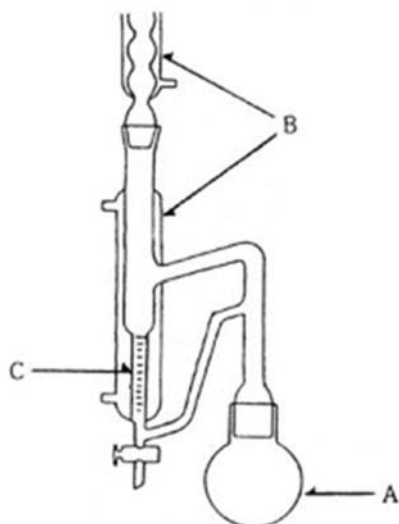
アルカリ熱イオン化検出器又は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ, ガスクロマトグラフ・質量分析計及びディーン・スターク蒸留装置を用いる。

ディーン・スターク蒸留装置の概略は, 次の図による。

A : 蒸留フラスコ

B : 冷却管

C : 蒸留トラップ



3. 試薬、試液

総則の3に示すものを用いる。

4. 標準品

ブチレート 本品はブチレート99%以上を含む。

沸点 本品の沸点は130°C (減圧・1.3 kPa) である。

5. 試験溶液の調製

a 蒸留法

検体を420 μm の標準網ふるいを通して粉砕した後, その50.0 gを量り採り, 1,000 mLの蒸留フラスコに移し, 水300 mLを加える。

これに消泡用シリコン1 mL及び*n*-ヘキサン20 mLを加えた後、ディーン・スターク蒸留装置に取り付け、40分間加熱還流を行う。冷後、蒸留トラップ中の*n*-ヘキサン及び水を100 mLの分液漏斗に移す。*n*-ヘキサン10 mLを用いて上記の蒸留トラップを洗い、その洗液を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、*n*-ヘキサン層を100 mLの三角フラスコに移す。*n*-ヘキサン10 mLを用いて上記の分液漏斗を洗い、洗液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し、*n*-ヘキサン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以下で約10 mLに濃縮する。

b 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*n*-ヘキサンに懸濁したもの、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*n*-ヘキサンが残る程度まで*n*-ヘキサンを流出させる。このカラムにa 蒸留法で得られた溶液を注入した後、*n*-ヘキサン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(1:19) 30 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(1:9) 40 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以下で約1 mLに濃縮する。この残留物にアセトンを加え、正確に5 mLとし、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 内径0.53 mm、長さ15 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50%トリフルオロプロピルメチルシリコンを1.0 μmの厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 100°C

試験溶液注入口温度 200°C

検出器 200°Cで操作する。

ガス流量 キャリヤーガスとして窒素を用いる。ブチレートが約7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定量を行う。

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

0.01 mg/kg

8. 留意事項

濃縮操作時に揮散しやすいため、精製後の濃縮操作においては1 mL程度残すこと。

9. 参考文献

なし

10. 類型

A