

バミドチオン試験法

1. 分析対象化合物

バミドチオン、バミドチオンスルホキシド、バミドチオンスルホン

2. 装置

電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフを用いる。

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。

緩衝液 リン酸一カリウム13.62 gと水酸化ナトリウム2.36 gを水に溶かして全量を1,000 mLとする (pH 7.0)。

バミドチオン標準溶液 バミドチオン50.0 mgにアセトンを加えて500 mLとし、この10 mLを採り、アセトンを加えて100 mLとする。

4. 標準品

バミドチオン 本品はバミドチオン99%以上を含む。

融点 本品の融点は40°Cである。

5. 試験溶液の調製

a 抽出法

穀類の場合は、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50.0 gを量り採り、水100 mLを加え、2時間放置する。

果実及び野菜の場合は、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50.0 gに相当する量を量り採る。

これにアセトン及びジクロロメタンの混液 (1 : 1) 150 mL、ケイソウ土5 g及び無水硫酸ナトリウム50 gを加え、3分間細砕した後、500 mLの三角フラスコにろ過する。ろ液に無水炭酸カリウム15 gを加え、密栓し、時々振り混ぜながら15分間放置した後、ろ過する。ろ液にアセトンを加えて正確に200 mLとし、その100 mLをすり合わせ減圧濃縮器中に移し、30°Cでアセトン及びジクロロメタンを除去する。この残留物にアセトン2 mLを加えて溶かす。

b 酸化

a 抽出法で得られた溶液に0.2%過マンガン酸カリウム溶液20 mL及び緩衝液5 mLを加え、時々振り混ぜながら15分間放置した後、200 mLの分液漏斗に移す。これにジクロロメタン50 mL及び水20 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、

振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、上記と同様の操作を2回繰り返す。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15 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、30℃でジクロロメタンを除去する。この残留物にアセトンを加えて正確に2 mLとした後、よく振り混ぜ、毎分3,000回転で10分間遠心分離を行い、上澄液を試験溶液とする。

6. 操作法

a 定性試験

次の操作条件で試験を行う。試験結果はバミドチオン標準溶液について、5. 試験溶液の調製の b 酸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0.2 mm、長さ25 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 220℃

試験溶液注入口温度 270℃

検出器 270℃で操作する。

注入方式 スプリット (10 : 1)

ガス流量 キャリヤーガスとして高純度窒素を用いる。バミドチオンスルホンが約13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。

7. 定量限界

0.02 mg/kg

8. 留意事項

バミドチオンの分析値には、バミドチオン、バミドチオンスルホキシド及びバミドチオンスルホンが含まれる。

9. 参考文献

なし

10. 類型

