

ベンズルタップ

(1) 装置

液体クロマトグラフタンデム型質量分析計を用いる。

(2) 試薬試液

ジエチルエーテル、無水硫酸ナトリウム、メタノール：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

アンモニア水、塩化ニッケル()、塩酸、酢酸アンモニウム、L-システイン塩酸塩一水和物：試薬特級

ネライストキシシンシュウ酸塩標準品

(3) 試験溶液の調製

試料 100mL を 300mL の分液漏斗に量り取り、6mol/L 塩酸 1mL 及び L-システイン塩酸塩 2g を加えて 5 分間振とうする。その後、2% 塩化ニッケル溶液 5mL 及びアンモニア水 10mL を加え激しく振とうする。ジエチルエーテル 100mL を加え、振とう機を用いて 5 分間激しく振とうし、暫時静置した後、ジエチルエーテル層を分取する。残った水層にジエチルエーテル 100mL を加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全ジエチルエーテル層を 300mL の三角フラスコに合わせ、無水硫酸ナトリウム適量を加え、時々振り混ぜながら 15 分間放置した後、300mL のナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコをジエチルエーテル 20mL で洗い、その洗液で残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、ろ液にメタノール約 8mL を加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて 30℃ 以下で溶媒を留去する。ジエチルエーテル臭がしなくなることを確認した後、残留物をメタノール 10mL に溶解し、試験溶液とする。

(4) 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計操作条件

液体クロマトグラフ部

カラム：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを内径 2~2.1mm、長さ 10~15cm のステンレス管に充てんしたもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

カラム槽温度：温度 40

溶離液：2mmol/L 酢酸アンモニウム溶液及びメタノールの混液（55：45）から（5：95）までの濃度勾配を 15 分間で行う。

質量分析部

イオンモード：ESI（+）

測定質量数：150.1 105.1（定量）、150.1 61.0（確認）

感度：ネライストキシシンシュウ酸塩の 0.01ng が十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

ネライストキシシンシュウ酸塩標準品より 0.0025~0.5mg/L のメタノール溶液を数点調製し、それぞれ 4μL ずつ液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から 4μL を取り、液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、（5）の検量線によりネライストキシシンシュウ酸塩の重量を求め、これに換算係数 1.80 を乗

じてベンスルタップの重量に換算しこれに基づき、試料中のベンスルタップ濃度を算出する。