

臭素試験法

1. 分析対象化合物

無機臭素

2. 装置

電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフ及びガスクロマトフ・質量分析計を用いる。

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。

5%水酸化カリウム・エタノール水溶液 水酸化カリウム5 gをエタノール及び水の混液(1:1)に溶かして100 mLとする。

4. 標準品

臭化カリウム 臭化カリウム (特級)

5. 試験溶液の調製

a 灰化

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2.0 gをニッケル製ルツボに量り採り、5%水酸化カリウム・エタノール水溶液5 mLを加えて、2時間放置する。

果実の場合は、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5.0 gに相当する量をニッケル製ルツボに量り採り、5%水酸化カリウム・エタノール水溶液5 mLを加える。

ルツボをホットプレート上に置いて加熱し、エタノール及び水を蒸発乾固させ、更に加熱して炭化させる。ルツボを電気炉に移して、電気炉の温度を2~3時間かけて550°Cに上げ、更に5時間加熱を続けて灰化する。

電気炉内で放冷した後、ルツボを取り出す。ルツボに水30 mLを加え、加熱して灰化物を溶かす。ろ紙を用いて上記の溶液をろ過し、ろ紙上の残留物を水10 mLを用いて洗う。洗液をろ液に合わせ、放冷した後、メチルオレンジ試液を加える。この溶液が淡赤色を呈するまで2 mol/L硫酸を加え、更に水を加えて50 mLとする。

b 誘導体化

上記の溶液10 mLを量り採り、10%スルファミン酸溶液0.2 mL及び3-ペンタノン0.05 mLを加えて混和する。これに0.1 mol/L過マンガン酸カリウム溶液0.5 mL及び2 mol/L硫酸0.5 mLを加えて混和し、5分間放置する。これに2%過酸化水素水0.1 mL及び*n*-ヘキサン10 mLを加えて、1分間激しく振とうする。静置した後、*n*-ヘキサン層を採り、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、*n*-ヘキサン層を採り、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 b 誘導体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10~30 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 50℃で1分間保持し、その後毎分10℃で昇温する。200℃に到達後、1分間保持する。

試験溶液注入口温度 200℃

検出器 300℃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。臭素の誘導体が約4~5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。

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。試験結果は標準品について5. 試験溶液の調製 b 誘導体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。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

1 mg/kg

8. 留意事項

灰化に用いるルツボ及び電気炉からの臭素混入を防止すること。

9. 参考文献

なし

10. 類型

A