

DCIP試験法

1. 分析対象化合物

DCIP

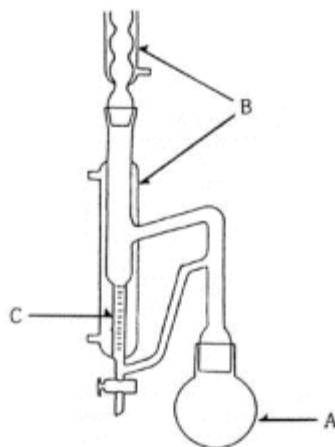
2. 装置

電子捕獲型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

DCIP 本品はDCIP99%以上を含む。

沸点 本品の沸点は187℃である。

5. 試験溶液の調製

a 蒸留法

果実及び野菜の場合は，検体約1kg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50.0gに相当する量を量り採り，1,000 mLの蒸留フラスコに移し，水300 mLを加える。

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。

抹茶の場合は、検体25.0 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。

抹茶以外の茶の場合は、検体12.0 gを100°Cの水720 mLに浸し、室温で5分間放置した後、ろ過し、冷後ろ液600 mLを1,000 mLの蒸留フラスコに移す。

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 (I) に移す。*n*-ヘキサン10 mLを用いて上記の分液漏斗を洗い、洗液を三角フラスコ (I) 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、100 mLの三角フラスコ (II) にろ過する。次いで*n*-ヘキサン10 mLを用いて三角フラスコ (I) 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。両洗液を三角フラスコ (II) に合わせる。

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、最初の流出液10 mLは捨て、次の流出液20 mLを25 mLのメスフラスコに採り、*n*-ヘキサンを加え、正確に25 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メチルシリコンを1.5 µmの厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 70°Cで1分間保持し、その後毎分5°Cで昇温し、120°Cに到達後は毎分20°Cで昇温し、200°Cに到達後10分間保持する。

試験溶液注入口温度 250°C

検出器 300°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。DCIPが約7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 (茶にあっては0.05 mg/kg)

8. 留意事項

なし

9. 参考文献

なし

10. 類型

A