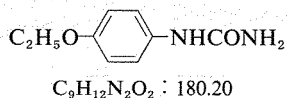


111 ズルチン

Dulcin



1. 試験法の概要

食品中のズルチンは、薄層クロマトグラフィーにより定性する。

2. 試験法（薄層クロマトグラフィー）

(1) 検体の採取と試料の調製

一般試料採取法を準用する。

(2) 試料液の調製

① 液状試料

試料約 20ml を分液漏斗に採り、水 30ml を加える。ただし、炭酸又はアルコールを含む試料は水浴で加熱し炭酸又はアルコールを除き、冷後分液漏斗に移し、水を加えて約 50ml とする。これを 10%塩酸を用いて酸性とし、酢酸エチル 50ml で 2 回抽出する。抽出液を合わせ、飽和塩化ナトリウム溶液 5ml ずつで 4 回洗った後、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し溶媒を留去する。得られた残留物に 0.5g 無水硫酸ナトリウム及び酢酸エチル 20ml を加えて振り混ぜる。ここに得られた酢酸エチル溶液をあらかじめ酢酸エチルを用いて湿式法により調製したカラム（1×5cm 上部に無水硫酸ナトリウム 1cm 積層する）にのせて流出させ試験溶液とする。

② 半流動状又は固体試料

試料約 20g を採り、よくすりつぶした後、水 30ml を加えて分液漏斗に移し、10%塩酸を用いて酸性とし、以下、液状試料と同様に操作する。

③ 油脂を含む試料

試料約 20g を分液漏斗に入れ、*n*-ヘキサン 50ml 及び 1%水酸化ナトリウムを用いて微アルカリ性にした水 100ml を加えて振り混ぜ、静置して下層を別の分液漏斗に移し、10%塩酸を用いて酸性とし、以下、液状試料と同様に操作する。

(3) 定性法

シリカゲル薄層板に各標準溶液及び試験溶液をスポットする。展開後、溶媒を完全に揮散させ、薄層板を紫外線ランプ下で観察した後、発色液を噴霧する。両検出法により試料から得られるスポットをズルチン標準溶液のそれと比較し判定する¹⁾。

試薬・試液

1. シリカゲル薄層板
2. ズルチン標準溶液：ズルチン 10mg をエタノール 5ml に溶かす。
3. 展開溶媒²⁾：酢酸エチル
5. *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド：市販の特級品を用いる。
6. 発色液：*p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド 1g を 10% 塩酸 10ml に溶かしこれにエタノール 10ml を加える。

[注]

- 1) 本法による検出限界は、0.05 μ g である。
- 2) ポリアミド薄層板を用い、ベンゼン・酢酸エチル・99.5%ギ酸混液 (5:10:2) を展開溶媒としても良好なクロマトグラムが得られるが、ベンゼンを使用するのは好ましくないので採用していない。