

## ジメチピン試験法

### 1. 分析対象化合物

ジメチピン

### 2. 装置

炎光光度型検出器（硫黄用干渉フィルター、波長394 nm）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。

カラムクロマトグラフィー用アルミナ（中性）カラムクロマトグラフィー用に製造したアルミナ（粒径63～200 μm）（中性）を130℃で12時間以上加熱した後、デシケーター中で放冷する。これに対して水5%を加える。

### 4. 標準品

ジメチピン 本品はジメチピン99%以上を含む。

融点 本品の融点は162～167℃である。

### 5. 試験溶液の調製

#### a 抽出法

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35.0 gに相当する量を量り採り、300 mLのナス型フラスコに移す。

種実類の場合は、検体を420 μmの標準網ふるいを通して粉砕した後、その35.0 gを量り採り、300 mLのナス型フラスコに移す。

これに水及びメタノールの混液（1：9）200 mLを加え、振とう機を用いて10分間激しく振り混ぜた後、ケイソウ土を1 cmの厚さに敷いたろ紙を用いて吸引ろ過し、ろ液を1,000 mLの分液漏斗（I）に移す。ろ紙上の残留物を採り、水及びメタノールの混液（1：9）100 mLを加え、上記と同様に操作して、ろ液を上記の分液漏斗に合わせる。

これに5%塩化ナトリウム溶液400 mL及び*n*-ヘキサン200 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、水層を1,000 mLの分液漏斗（II）に移す。これにクロロホルム100 mLを加え、上記と同様に操作して、クロロホルム層をすり合わせ減圧濃縮器中に移す。水層にクロロホルム75 mLを加え、上記と同様に操作して、クロロホルム層をその減圧濃縮器中に合わせる操作を5回繰り返し、40℃以下でクロロホルムを除去する。この残留物にクロロホルム及びベンゼンの混液（1：4）10 mLを加えて溶かす。

#### b 精製法

内径22 mm, 長さ400 mmのクロマトグラフ管に, カラムクロマトグラフィー用アルミナ (中性) 10 gを*n*-ヘキサンに懸濁したもの, 次いでその上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15 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3 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 抽出法で得られた溶液を注入した後, クロロホルム及びベンゼンの混液 (1 : 4) 90 mLを注入し, 流出液は捨てる。次いでアセトン及びクロロホルムの混液 (2 : 23) 225 mLを注入し, 流出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り, 40°C以下でアセトン及びクロロホルムを除去する。この残留物にアセトンを加えて溶かし, 正確に5 mLとして, 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

カラム充填剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフィー用シリコンを3%含ませる。

クロマトグラフ管 内径3 mm, 長さ2 mのガラス管を用いる。

カラム温度 220°C

試験溶液注入口温度 230°C

検出器 250°Cで操作する。

ガス流量 キャリヤーガスとして高純度窒素を用いる。ジメチピンが約8分で流出する流速に調整する。空気及び水素の流量を至適条件に調整する。

### 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

0.04 mg/kg

## 8. 留意事項

なし

## 9. 参考文献

なし

## 10. 類型

