

17 *p*-Dimethylaminobenzaldehydeによるズルチンの 比色定量法について

北海道立衛生研究所 河井保人

緒 言

著者等は食品中ズルチンの挙動についての調査研究のため食品中微量ズルチンの定量法についての検討を行なった。

ズルチンの定量法については従来多数の方法が報告されているが、^{1)~8)}日本薬学会第88年会、公衆衛生協議会において、*p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド（以下 DMAB と略す）による定量法が提案された。⁹⁾著者等はこの試験法について種々検討した結果、抽出に用いた酢酸エチルを検液の溶媒として使用して好結果を得たのでここに報告する。

なお、食品への応用に関しては現在検討中である。

実験方法

1. 機 器

島津スペクトロニック20

2. 試 薬

a) 塩酸イソプロパノール：濃塩酸 1 ml をイソプロパノールに溶かして全量 100 ml とする。

b) 3% DMAB 塩酸イソプロパノール溶液（以下、3% DMAB 試液と略す）：DMAB 3 g を塩酸イソプロパノールに溶かして全量 100 ml とする。

c) ズルチン標準原液：ズルチン 50 mg を酢酸エチルに溶かして全量 100 ml とする。この 1 ml 中にはズルチン 500 μg が含まれる。

3. 測定方法

ズルチン 0.5~5 $\mu\text{g}/\text{ml}$ を含む酢酸エチル溶液 2 ml に 3% DMAB 試液 2 ml を加え振盪し、室温で30分放置後波長 445 $\text{m}\mu$ における吸光度を測定する。

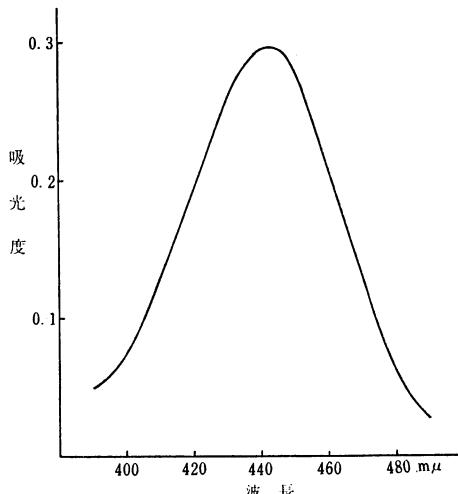
同時に酢酸エチルを用いて同様に操作し対照とする。また、ズルチン標準液 (2 $\mu\text{g}/\text{ml}$) を用いて同様に操作し標準とする。

実験結果

1. 吸収曲線

ズルチン 2 $\mu\text{g}/\text{ml}$ の酢酸エチル溶液 2 ml に、3% DMAB 試液 2 ml を加えた場合の吸収曲線を第1図に示す。吸収極大は 445 $\text{m}\mu$ であった。

第1図 吸收曲線

ズルチン 2 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 

2. DMAB 試液の溶媒の種類

DMAB を溶かす塩酸酸性の有機溶媒の種類を変えて吸光度を測定した。即ち、濃塩酸 1 ml を各種の有機溶媒に溶かして全量 100 ml とし、これを用いて 3% の DMAB 試液を作る。各溶媒ごとに対照をとり、ズルチン 2 $\mu\text{g}/\text{ml}$ の吸光度を測定した値を第1表に示す。この結果よりイソプロパノールを用いることにした。

第1表 DMAB の溶媒

溶媒の種類	吸光度 (445 $\text{m}\mu$)
メタノール	0.036
エタノール	0.153
iso-ブロパノール	0.282
n-ブロパノール	0.181
iso-ブタノール	0.201
n-ブタノール	0.188
ジメチルホルムアミド	0.169

ズルチン 2 $\mu\text{g}/\text{ml}$

3. 塩酸の濃度

塩酸イソプロパノール中の濃塩酸としての濃度を種々変えて 3% の DMAB 試液を作った。この場合も各塩酸濃度ごとに対照をとり、ズルチン 2 $\mu\text{g}/\text{ml}$ の吸光度を測定し

た。その結果を第2図に示す。これより濃塩酸としての濃度を1%とした。

4. DMAB の濃度

塩酸イソプロパノールに溶かすDMABの濃度を種々変えて、各DMAB濃度にそれぞれ対照をとり、ズルチン $2\mu\text{g}/\text{ml}$ の吸光度を測定すると第3図のようになつた。この結果DMABは3%濃度とした。

5. ズルチン濃度と吸光度との関係

各濃度のズルチン溶液を前述の測定方法に従つて呈色させ、波長 $445\text{m}\mu$ における各吸光度を測定した。その結果

は第4図に示すように $0\sim5\mu\text{g}/\text{ml}$ の範囲でランパートペールの法則に従う。

6. 呈色後の経時変化

呈色後の吸光度は、対照も同時に用いる限り第5図の如く殆んど変化がないので、本法では30分後に測定を行なう。なお、栓をして保存した場合、20時間後でも殆んど差はなかった。

7. DMAB 試液の安定性

3% DMAB 試液は調製後、室温で放置しておくと日数がたつにつれて色が濃くなってくるが、第6図に示すように定量には殆んど影響がなく、一ヶ月近くは使用できる。しかし、できれば暗所に保存することが望ましい。

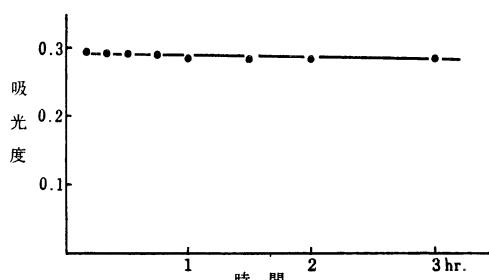
考 察

この改良法の目的は、従来の方法よりも感度を上げることによって、抽出されたズルチン酢酸エチル溶液から溶媒回収の操作をはぶき、検液を酢酸エチル溶液のまま定量することであった。

実験結果より、ズルチンの酢酸エチル溶液と、塩酸イソプロパノールを溶媒とした3% DMAB 試液とを反応させ

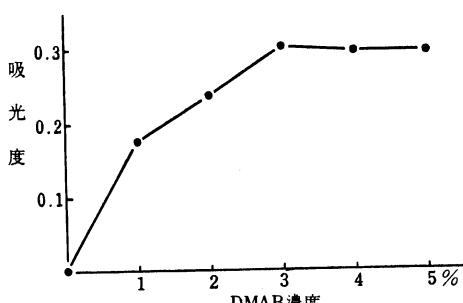
第5図 呈色後の経時変化

ズルチ $2\mu\text{g}/\text{ml}$

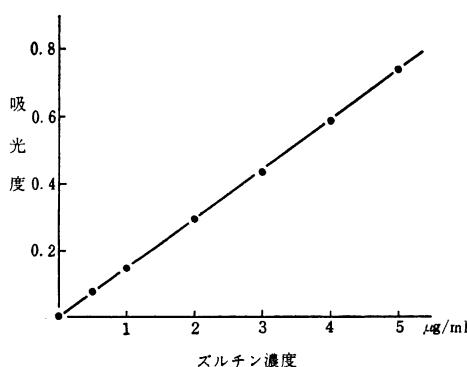


第3図 DMAB の濃度

ズルチ $2\mu\text{g}/\text{ml}$

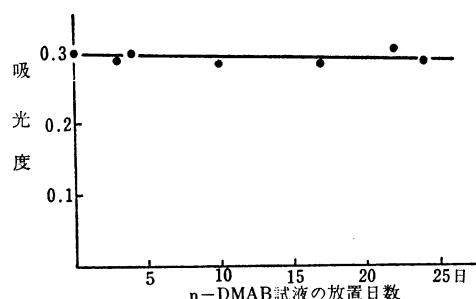


第4図 ズルチ濃度と吸光度



第6図 3% DMAB 試液の安定性

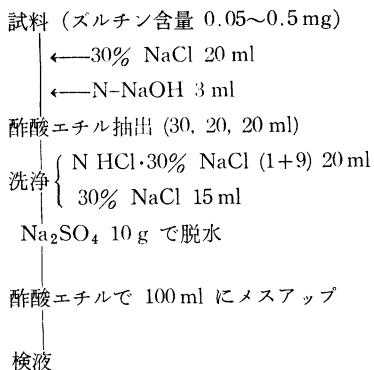
ズルチ $2\mu\text{g}/\text{ml}$



ることにより $0.5\sim5\mu\text{g}/\text{ml}$ の微量のズルチを定量できることがわかった。

食品へ応用する場合、第7図のようにして検液を調製することによって非常に微量のズルチを定量することが可能である。この場合、一度酢酸エチルを留去し、その残渣

第7図 液状食品中ズルチンの抽出



を新たに酢酸エチルに溶かして検液とすれば問題はないが、第7図のままの検液では回収率が落ちるので(60~70%位)，現在これについては検討中である。

要 約

食品中ズルチンの微量定量を行なうためと、DMAB法の操作を簡便にするために、従来の DMAB 法⁹⁾についての改良を試みた。

その結果、DMAB の塩酸イソプロパノール溶液をズルチンの酢酸エチル溶液に加えることによって、0.5~5 μg/ml の範囲で定量することが可能になった。

文 献

- 1) 松本和夫：薬誌，73，1，375 (1953)
- 2) 長瀬雄三，馬場茂雄，鈴木美智雄：薬誌，79，705 (1959)
- 3) 赤木満洲雄，手島節三：薬誌，77，1043 (1957)
- 4) 木田喜善，他：衛生化学，7，56 (1959)
- 5) 中村幸男：福岡県衛生研究所報，8，74 (1959)
- 6) 一番ヶ瀬尚，児島昭次，栗崎ムツ子：薬誌，87，1020 (1967)
- 7) 山本義彦，矢田光子，植田恭一：大阪府立公衆衛生研究所公衆衛生部報告，6，26 (1960)
- 8) M. Akagi, Y. Oketani, T. Uematsu : Chem. Pharm. Bull., 13, 1200 (1965)
- 9) 卫生化学，14，3 (1968)

17 On the Colorimetric Determination of Dulcin with p-Dimethylaminobenzaldehyde

Yasuhito Kawai

(Hokkaido Institute of Public Health)

We established an improved method for colorimetric determination of dulcin with p-dimethylaminobenzaldehyde (DMAB) reagent.

By this method, 2 ml of 3% DMAB in 1% c. HCl-isopropanol solution was added to 2 ml of dulcin in ethylacetate.

The colored solution had an absorption maximum at 445 mμ and the absorption spectra were found to follow the Lambert-Beer's Law within the range of 0.5~5 μg/ml of dulcin concentration.