

依頼者 桐山製作所

供試品

製造者 桐山製作所

マーク HAND WERK KIRIYAMA

名称

1) JISに基づくシステム化されたシアンイオン蒸留装置 (JSC-1)

試験項目

上記の供試された装置についての回収率試験 (附、操作手法の明細報告)

昭和 50 年 2 月 1 日依頼の上記試験の結果を別紙試験成績書を添えて報告します。

昭和 50 年 3 月 4 日

財団法人 日本食品分析センター

東京都渋谷区元代々木町 52 番 1 号

支所：大阪府吹田市豊津町 3 番 1 号

JISに基づくシステム化されたシアンイオン蒸留装置 (JSC-1) についての回収率試験

A) 実験方法 (JIS K0102 1971)

A-1) 試薬

○ KCN 標準溶液

原液 KCN 0.3117g を精秤し、H₂O に溶解し、100ml とする。

希釈液 この液は CN 濃度 1mg/ml である。

希釈液 原液 1ml を 250ml に H₂O で定容する。この液は CN 濃度 40 μg/10ml である。

10% EDTA 溶液

2% NaOH 溶液

50% CH₃COOH 溶液

リン酸緩衝液 (PH6.8)

クロラミン T 溶液

ヒリジン・ヒラゾロン混液

ドータイト・シアノリンブルー 0.27g をヒリジン 20ml に加温して溶かし H₂O 100ml と混合する。

A-2) 水蒸気蒸留

KCN 標準溶液 (40 μg^{CN}/10ml) 10ml、10% EDTA 溶液 10ml、リン酸 10ml を蒸留フラスコに入れ、更に H₂O を加えて全体で 500ml 程度とした。これをガスバーナーで加熱し、留出液を 2% NaOH 溶液、20ml を入れた三角フラスコに 90ml になる迄集め、50% CH₃COOH 溶液で中和し 100ml に定容した。

A-3) 発色・測定

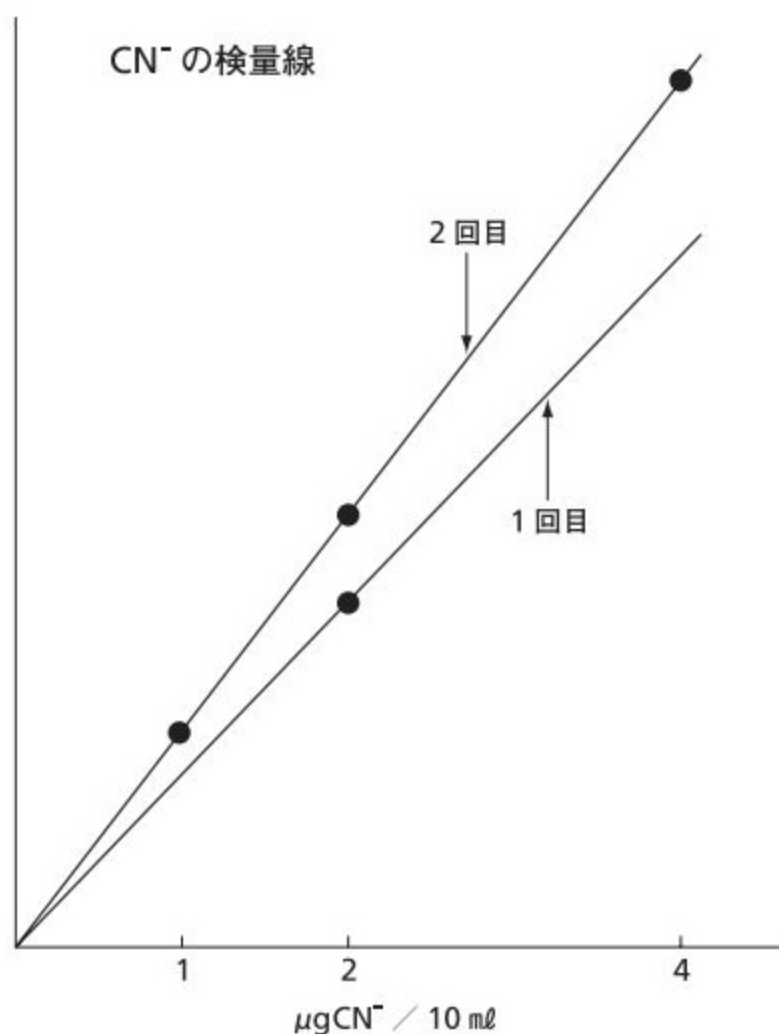
留出液 10ml にリン酸緩衝液 5ml を加え、クロラミン T 溶液 0.125ml を加え混合して 3~5 分後にヒリジン・ヒラゾロン混液 7.5ml を加えた後 25°C で 30 分発色せしめ、日立 333 型分光光度計を用い 620nm に於ける吸光度を測定する。

B) 結果及び考察
B-1) 1回目

試験区	添加量 μg (10ml 留出液中)	O.D.620nm		平均 (O.D.)	添加量— 盲検区 (O.D.)	$\mu\text{gCN}^-/10\text{ml}$ 留出液	(%) 回収率			
盲検区	1	0	0.010	0.007	—	—	—			
	2		0.004							
添加区	1	4	0.722	0.729	0.722	3.58	89.5			
	2		0.715					0.707	3.47	86.8
	3		0.769					0.761	0.754	3.72

B-2) 2回目

試験区	添加量 μg (10ml 留出液中)	O.D.620nm		平均 (O.D.)	添加量— 盲検区 (O.D.)	$\mu\text{gCN}^-/10\text{ml}$ 留出液	(%) 回収率			
盲検区	1	0	0.006	0.010	—	—	—			
	2		0.004							
添加区	1	4	0.986	0.981	0.971	3.75	93.8			
	2		0.956					0.957	3.65	91.3
	3		0.943					0.923	0.913	3.53



上に示す様に、平均89.8%、91.1%の回収率で、若干低い。しかし、 CN^- の水蒸気蒸留は普通この程度の回収率が予想され、装置によるものではないと考えられる。