b　蒸留

a　抽出法で得られた丸底フラスコ（蒸留用）に水酸化ナトリウム60ｇを水冷しながら少量ずつ加えて溶かす。これに消泡用シリコン１～２滴及び沸騰石を加えた後、直ちに蒸留装置に取り付ける。別に、リン酸緩衝液（pH５）５ml及びフェノールフタレイン試液１滴を入れた100mlの三角フラスコを水蒸気蒸留装置に取り付け、丸底フラスコ（水蒸気発生用）を加熱しておく。留液が45mlになるまで水蒸気蒸留し、留液が着色しないことを確認する。蒸留が約15分間で終了するように加熱強度を調節する。

c　誘導体化

b　蒸留で得られた留液に１ｗ／ｖ％ｏ－ニトロベンズアルデヒド・メタノール溶液１mlを加えて振り混ぜた後、40℃で16時間放置する。これにｎ－ヘキサン50mlを加えて５分間振とうした後、静置し、ｎ－ヘキサン層を採り、液相分離ろ紙を用いてろ過する。水層にｎ－ヘキサン50mlを加え、５分間振とうした後、静置し、得られたｎ－ヘキサン層を合わせる。ｎ－ヘキサン10mlを用いてろ紙上の残留物を洗い、洗液を上記のｎ－ヘキサン層に合わせ、40℃以下でｎ－ヘキサンを除去する。この残留物にアセトン及びｎ－ヘキサンの混液（１：19）５mlを加えて溶かす。

d　精製法

アルミナ（塩基性）ミニカラム（1,710mg）にアセトン及びｎ－ヘキサンの混液（１：19）10mlを注入し、流出液は捨てる。このカラムにｃ　誘導体化で得られた溶液を注入し、更にアセトン及びｎ－ヘキサンの混液（１：19）10mlを注入し、溶出液を採り、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトンに溶かし、穀類、豆類、種実類、茶、ホップ及び畜水産物（乳、卵及びはちみつは除く。）の場合には正確に１ml、果実及び野菜の場合には正確に２ml、乳、卵及びはちみつの場合には正確に10mlとしたものを試験溶液とする。

５．操作法

a　検量線の作成

１，１－ジメチルヒドラジン標準品の500mg／１水溶液を調製する。その１mlを採り、リン酸緩衝液（pH５）５ml及び水40mlを加えたものに１ｗ／ｖ％ｏ－ニトロベンズアルデヒド・メタノール溶液１mlを加えて振り混ぜた後、40℃で16時間放置する。これにｎ－ヘキサン50mlを加えて５分間振とうした後、静置し、ｎ－ヘキサン層を採り、液相分離ろ紙を用いてろ過する。水層にｎ－ヘキサン50mlを加え、５分間振とうした後、静置し、得られたｎ－ヘキサン層を合わせる。ｎ－ヘキサン10mlを用いてろ紙上の残留物を洗い、洗液を上記のｎ－ヘキサン層に合わせ、40℃以下でｎ－ヘキサンを除去する。この残留物をアセトンで溶かした溶液を数点調製し、それぞれガスクロマトグラフに注入し、ピーク高法又はピーク面積法により検量線を作成する。なお、４．試験溶液の調製に従って試験溶液を調製した場合には、

b　蒸留

上記の丸底フラスコに水酸化ナトリウム60ｇ（野菜及び果実の場合は，65ｇ）を水冷しながら，少量ずつ加えて溶かす。これに消泡用シリコン１～２滴を加えた後，直ちに蒸留装置に取り付ける。別に，リン酸緩衝液（pH５）５ml及びフェノールフタレイン試液１滴を入れた100mlの三角フラスコを水蒸気蒸留装置に取り付け，1,000mlの丸底フラスコ（水蒸気発生用）を加熱しておく。留液が45mlになるまで水蒸気蒸留し，留液が着色しないことを確認する。蒸留が約15分間で終了するように加熱強度を調節する。

c　誘導体化

上記の留液に１％ｏ－ニトロベンズアルデヒド・メタノール溶液１mlを加えて振り混ぜた後，30℃で２時間放置する。これにｎ－ヘキサン50mlを加えて５分間振とう後，静置し，ｎ－ヘキサン層を採り，液層分離ろ紙を用いて200mlのナス型フラスコ中にろ過する。水層にｎ－ヘキサン50mlを加え，上記と同様に操作して，ｎ－ヘキサン層をナス型フラスコ中に合わせる。ｎ－ヘキサン10mlを用いてろ紙上の残留物を洗い，洗液をナス型フラスコ中に合わせ，40℃以下でｎ－ヘキサンを除去する。この残留物にアセトン及びｎ－ヘキサンの混液（１：19）５mlを加えて溶かす。

d　精製法

塩基性アルミナミニカラム（1,710mg）にアセトン及びｎ－ヘキサンの混液（１：19）10mlを注入し，流出液は捨てる。このカラムにｃ　誘導体化で得られた溶液を注入した後，アセトン及びｎ－ヘキサンの混液（１：19）10mlを注入し，溶出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り，40℃以下でアセトン及びｎ－ヘキサンを除去する。この残留物にアセトンを加えて溶かし，正確に５mlとし，これを試験溶液とする。

５．操作法

a　定性試験

次の操作条件で試験を行う。試験結果は標準品について４．試験溶液の調製ｃ誘導体化と同様に操作して得られたものと一致しなければならない。

操作条件

カラム　内径0.25㎜，長さ10～30ｍのケイ酸ガラス製の細管に，ガスクロマトグラフィー用５％フェニル－メチルシリコンを0.25μmの厚さでコーティングしたものを用いる。

カラム温度　60℃で２分間保持し，その後毎分10℃で昇温し，280℃に到達後５分間保持する。

試験溶液注入口温度　280℃

検出器　280℃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。ジメチルヒドラジンの誘導体が約13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。