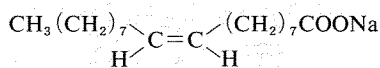


72 オレイン酸ナトリウム

Sodium Oleate

 $\text{C}_{18}\text{H}_{33}\text{NaO}_2$: 304.45

1. 試験法の概要

食品中のオレイン酸ナトリウムは、メチル化後ガスクロマトグラフィーによりオレイン酸メチルとして定量し、分子量比を乗じてオレイン酸ナトリウムの量として求める。

2. 試験法 (ガス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¹⁾。

(2) 試料液の調製

試料約 10g²⁾ を精密に量り、300ml の分液漏斗に入れる。これに飽和硫酸ナトリウム溶液 25ml を加え、硫酸 (1 → 10) を用いて酸性³⁾ とし、エチルエーテル 100ml を加え、約 5 分間激しく振り混ぜる。エチルエーテル層を分取し⁴⁾、水層にエチルエーテル 70ml ずつを加え、同様の操作を更に 2 回繰り返す。全エチルエーテル層を 500ml の分液漏斗に合わせ、飽和硫酸ナトリウム溶液 30ml を加え、軽く振り混ぜた後、水層を捨てる。エチルエーテル層を 300ml の三角フラスコに移し、無水硫酸ナトリウム約 15g を加え、約 30 分間室温に放置し、濃縮器中にろ過する。少量のエチルエーテルで残留物を洗い、洗液をろ液に合わせ、約 40℃ の水浴中で、液量が 2~3ml になるまで減圧濃縮する⁵⁾。濃縮液にジアゾメタン試液 2ml を加え⁶⁾、室温で約 10 分間放置した後、溶媒を留去し⁷⁾、アセトンを加えて正確に 5ml とし、試料液とする。

(3) 検量線用標準液の調製

オレイン酸 0.100g を正確に量り、アセトンを加えて正確に 100ml とし、標準液とする (この液 1ml は、オレイン酸 1,000 μg を含む)。標準液 0, 2, 4, 6, 8ml 及び 10ml をそれぞれ正確に量り、液量の多いものは、約 40℃ の水浴中で、液量が 2~3ml になるまで濃縮し、濃縮液

にジアゾメタン試液 2ml を加え⁶⁾、室温で約 10 分間放置した後、溶媒を留去し⁷⁾、アセトンを加えて正確に 10ml とし、検量線用標準液とする（これらの液 1ml は、それぞれオレイン酸 0, 200, 400, 600, 800 μ g 及び 1,000 μ g を含む）。

(4) 測定法

① 測定条件

水素炎イオン化型検出器付ガスクロマトグラフ (FID-GC) を用い、次の条件により測定する。

カラム充てん剤：80～100 メッシュのシラン処理されたガスクロマトグラフ用ケイソウ土担体に、ジエチレングリコールサクシネート及びリン酸をそれぞれ 5% 及び 1% コーティングしたもの。

カラム管：ガラス製、内径 3mm、長さ 1m

カラム温度：150℃

注入口及び検出器温度：215℃

キャリアーガス：窒素、50ml/分

② 検量線

検量線用標準液 5 μ l ずつをそれぞれ正確に量り、ガスクロマトグラフに注入し⁸⁾、ピーク高さ又はピーク面積から検量線を作成する。

③ 定量

試料液 5 μ l を正確に量り、ガスクロマトグラフに注入し⁸⁾、得られたピーク高さ又はピーク面積と検量線から試料液中のオレイン酸濃度 (μ g/ml) を求め、次式によって検体中のオレイン酸ナトリウム含量 (g/kg) を計算する。

$$\text{オレイン酸ナトリウム含量 (g/kg)} = \frac{C}{W} \times 5 \times \frac{1}{1,000} \times 1.078^9)$$

C：試料液中のオレイン酸濃度 (μ g/ml)

W：試料の採取量 (g)

試薬・試液

1. オレイン酸：市販のガスクロマトグラフ用標準試料¹⁰⁾を用いる。
2. 無水硫酸ナトリウム：硫酸ナトリウム（無水）[特級]
3. 硫酸ナトリウム：[特級]

[注]

- 1) かんきつ類の場合は、検体 5～10 個を選び、8 分割法により平均的に 250～300g を採り、種

子があれば除去してホモジナイズしたものを試料とする。8分割法については、18 イマザリルの [注] 2) を参照のこと。

- 2) オレイン酸ナトリウムとして1~4mg含まれていることが望ましい。
- 3) pH1~2とする。
- 4) 分離しにくいときは遠心分離する。
- 5) オレイン酸の分解を防止するため、操作は窒素気流中で行う。
- 6) 反応後の試料液に微黄色が残らないときは、ジアゾメタン試液を追加する。
- 7) ジアゾメタン試液中のエーテルを除去する。
- 8) 検量線用標準液及び試料液は、調製後速やかに測定に供することが望ましい。
- 9) オレイン酸ナトリウムとオレイン酸の分子量比は 304.45/282.46 である。
- 10) 純度 99 %。