

100 ヘキサン

Hexane

1. 試験法の概要

植物油脂中のヘキサンは、ヘッドスペース法（標準添加法）を用い、ガスクロマトグラフィーにより測定する。

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

一般試料採取法を用いる。

（2）標準溶液の調製

n-ヘキサン約0.5gを精密に量り、エタノールを加えて正確に50mlとする。その1mlを正確に採り、エタノールを加えて正確に25mlとし、標準原液とする（本液1mlは*n*-ヘキサン400 μ gを含む）。標準原液1mlずつを正確に採り、エタノールで正確に10ml及び20mlとし、標準溶液①及び②とする（それぞれの標準溶液1mlは*n*-ヘキサン40 μ g及び20 μ gを含む）。標準溶液②を2mlずつを正確に採り、エタノールを加えて正確に5、10ml及び20mlとし、それぞれ標準溶液③、④及び⑤とする（それぞれの標準溶液1mlは*n*-ヘキサン8、4 μ g及び2 μ gを含む）。

（3）試料気相の調製¹⁾

ヘッドスペース用バイアル瓶（内容量6ml）7本に試料1.00gずつを正確に量る。試料を採取したバイアル瓶のうち2本にはエタノール0.25mlを、残りの5本のバイアル瓶には(2)で調製した標準溶液①～⑤を、それぞれ0.25ml²⁾正確に添加する。バイアル瓶に小攪拌子を入れ、密栓した後、5分間かくはんする。50℃の恒温水槽中で10分間静置した後、気相を採取しガスクロマトグラフに注入する。

（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、次の条件によって測定

する。

カラム充てん剤：スチレンジビニルベンゼン重合体の PLOT (型) キャピラリーカラム³⁾

カラム管：内径 0.25mm, 長さ 10m, 膜厚 10 μ m

注入口温度：180 $^{\circ}$ C

検出器温度：250 $^{\circ}$ C

昇温条件：120 $^{\circ}$ C (3分) \rightarrow (20 $^{\circ}$ C/分) \rightarrow 240 $^{\circ}$ C (2分)⁴⁾

注入方法：スプリット注入, スプリット比：1：15

カラムヘッド圧：50kpa

② 定量

試料及びそれぞれの標準溶液を添加したバイアル瓶の気相 500 μ l をガスタイトシリンジ⁵⁾を用いて正確に採り、ガスクロマトグラフに注入しピーク高さ、又はピーク面積によって試料中のヘキサン含量を計算する。

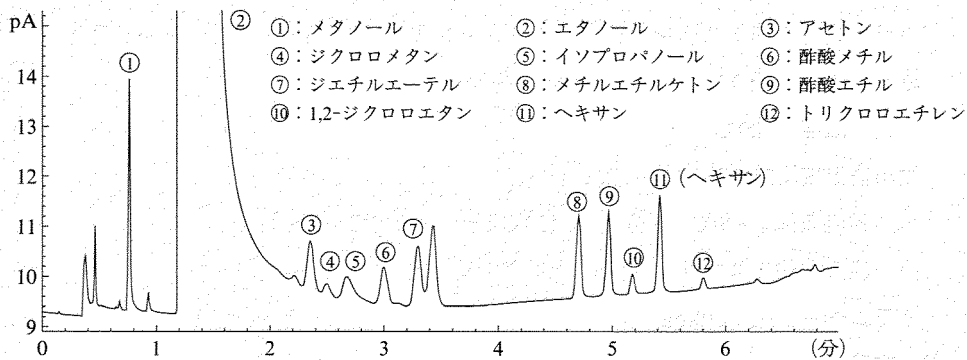
試料中のヘキサン含量は、横軸に試料 1g 当たり添加した *n*-ヘキサン量を、縦軸にそれぞれのクロマトグラムから得られたヘキサンのピーク面積を縦軸にプロットする。最小二乗法により検量線 $Y=a+bX$ を作成するとき、この検量線の横軸との接点の絶対値⁶⁾を試料中のヘキサン含量とする^{7),8)}。

試薬・試液

1. エタノール [特級]
2. *n*-ヘキサン [特級]

[注]

- 1) 試料とほぼ同等のマトリックスを持ち、ヘキサンが含有されていないことを確認できた油が得られれば、検量線は標準添加法を用いずに作成することができる。
- 2) 試料 1g 当たりの *n*-ヘキサンの添加量は標準溶液 1ml 中に含まれる量の 4分の1に相当する。
- 3) Poraplot Q (Chrompack (社) 製) などがある。
- 4) 初期カラムヘッド圧：50kpa, カラム流量：2.4ml/分, (コンスタントフローモード) で、ヘキサンは約 5.3 分で溶出する。
- 5) ガスタイトシリンジをあらかじめ 50 $^{\circ}$ C 程度に加温しておくとうよい。
- 6) 検量線 $Y=a+bX$ で $Y=0$ となるとききの X の値がヘキサン含量となる。
- 7) 食用油 (なたね・大豆混合油) に *n*-ヘキサンを初めとする溶剤を添加したヘッドスペースガスクロマトグラムを注図 100-1 に示す。ここに示したほかに、シクロヘキサンはトリクロロエチレンと同じ保持時間に溶出する。また、純度の低い *n*-ヘキサン中の不純物が 1,2-ジクロロエタンと同じ保持時間に溶出する。
- 8) 検量線は試料当たり 1~10mg/kg の間で直線性を示す。定量限界は約 1mg/kg である。



〈測定条件〉

カラム充てん剤: Poraplot Q キャピラリーカラム (Chrompack 製)

カラム管: 内径 0.25mm, 長さ 10m, 膜厚 10 μ m

注入口温度: 180 $^{\circ}$ C

検出器温度: 250 $^{\circ}$ C

昇温条件: 120 $^{\circ}$ C (3分) \rightarrow (20 $^{\circ}$ C/分) \rightarrow 240 $^{\circ}$ C (2分)⁵⁾

注入方法: スプリット注入, スプリット比: 1:15

注図 100-I ヘキサンのガスクロマトグラム