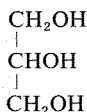


98 グリセリン

Glycerol

別名：グリセロール



$\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$: 92.09

1. 試験法の概要

食品中のグリセリンは、グリセリンをトリメチルシリル体としてガスクロマトグラフィーにより定量する。

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

一般試料採取法を準用する。

（2）試料溶液の調製

① 液体食品

グリセリンとして $500\mu\text{g}$ に対応する、通常、5g 以下の試料の量を精密に量り、水を加えて正確に 100ml とし、試料溶液¹⁾とする。

② 固体食品

グリセリンとして $500\mu\text{g}$ に対応する、通常、5g 以下の試料の量を精密に量り、ブレンダー容器に入れ、エタノール 30ml を加えてホモジナイズ²⁾した後、少量のエタノールを用いて定量的に遠心管に移す。遠心分離（10分間、3,500回転/分、以下同じ）を行い、上澄液は 100ml のメスフラスコに分取する。残留物にエタノール 30ml を加えてよくかき混ぜ、遠心分離を行い、上澄液は先のメスフラスコに合わせる。残留物にエタノール 30ml を加えて同様の操作を繰り返す。全エタノール液にエタノールを加えて正確に 100ml とし、試料溶液とする。

③ 油脂性食品

グリセリンとして $500\mu\text{g}$ に対応する、通常、5g 以下の試料の量を精密に量り、ブレンダー容器に入れ、*n*-ヘキサン 30ml を加えてホモジナイズした後、少量の *n*-ヘキサンを用いて定

量的に遠心管に移す。遠心分離を行い、ヘキサン層は捨てる。残留物をブレンダー容器に移し、遠心管はエタノール 30ml で洗い、洗液は残留物に合わせる。以下、②固体食品と同様に操作する。

(3) 試料液の調製

試料溶液 10ml を正確に量り、25ml のナス型フラスコに入れ、55℃以下の水浴上で減圧乾固する。残留物に TMS 化試液 1ml を正確に量って加え、栓をしてときどき振り混ぜながら 60℃で 10 分間加温する。冷後、反応液の一部を遠心管に移し、遠心分離を行い、上澄液を試料液とする。

(4) 検量線用標準液の調製

グリセリン 1.00g を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とする。この液 10ml を正確に量り、水を加えて正確に 1,000ml とし、標準液とする（この液 1ml は、グリセリン 100 μ g を含む）。標準液 1, 2, 3, 4ml 及び 5ml をそれぞれ正確に量り、25ml のナス型フラスコに入れ、55℃以下の水浴上で減圧乾固する。残留物に TMS 化試液 1ml を正確に量って加え、栓をしてときどき振り混ぜながら 60℃で 10 分間加温する。冷後、4ml のピリジンそれぞれ正確に量って加え、検量線用標準液とする（これらの液 1ml は、それぞれグリセリン 20, 40, 60, 80 μ g 及び 100 μ g を含む）。

(5) 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：80~100 メッシュのガスクロマトグラフ用ケイソウ土担体にシリコーン GE-SE-52 を 10% の割合で含ませたもの、又は 60~80 メッシュのガスクロマトグラフ用ケイソウ土担体にジキシル 300 を 5% の割合で含ませたもの³⁾。

カラム管：ガラス製、内径 3mm、長さ 1.5m

カラム温度：100~110℃の間の一定温度又は 80~150℃の間を 1 分間に 4℃の割合で昇温させる⁴⁾。

注入口温度：200℃

キャリアーガス：窒素、グリセリンのトリメチルシリル誘導体のピークが約 7 分後に現われるようにカラム温度及びキャリアーガスの流速を調整する。

② 検量線の作成

検量線用標準液 3 μ l をそれぞれ正確に量り、ガスクロマトグラフに注入し、ピーク高さ又は

ピーク面積から検量線を作成する。

③ 定量

試料液 3 μ l を正確に量り、ガスクロマトグラフに注入し、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グリセリン濃度 (μ g/ml) を求め、次式によって検体中のグリセリン含量 (mg/g) を計算する。

$$\text{グリセリン含量 (mg/g)} = \frac{C}{100 \times W}$$

C : 試料液中のグリセリン濃度 (μ g/ml)

W : 試料の採取量 (g)

試薬・試液

1. エタノール：[95v/v%，特級]
2. トリメチルクロロシラン：市販のガスクロマトグラフ用を用いる。
3. ピリジン：市販のシリル化用を用いる。あるいは、市販特級品 1L に対し乾燥用合成ゼオライト (0.4 \AA) 約 10g 加え、一夜放置し脱水したものを用いる。
4. ヘキサメチルジシラザン：市販のガスクロマトグラフ用を用いる。
5. TMS 化試液：トリメチルクロロシラン、ヘキサメチルジシラザン及びピリジンを 1 : 3 : 9 の割合で混合し、バイアル瓶に保存する。

[注]

- 1) 混濁しているものは遠心分離して上澄液を試料溶液とする。
- 2) 遠心管内でホモジナイズできるホモジナイザーを用いると便利である。
- 3) その他の充てん剤としてシリコーン SE-30 (5%) も使用できる。
- 4) 昇温した方が溶媒とグリセリン-TMS 誘導体の分離が良好となる。