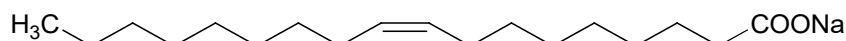


被膜剤

オレイン酸ナトリウム

Sodium Oleate

 $C_{18}H_{33}NaO_2 : 304.44$

1. 分析法の概要

食品中のオレイン酸ナトリウムは、メチル化してオレイン酸メチルに変換後、ガスクロマトグラフィーにより定量し、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。(2024年改正)

2. 分析法 (ガスクロマトグラフィー)

(1) 検体の採取と試料の調製

約 1 kg を精密に量り、細切均一化する¹⁾。

(2) 試験溶液の調製

試料約 10 g¹⁾を精密に量り、遠沈管又は共栓付三角フラスコに入れる。これに飽和塩化ナトリウム溶液 2 mL を加え、さらに硫酸 (1→10) 0.5 mL を加えて酸性²⁾とし、エチルエーテル 20 mL を加え、約 5 分間激しく振とうする。

遠心分離 (2 分間, 3000 回転) 後、エチルエーテル層を 100 mL のナス型フラスコ中に無水硫酸ナトリウムを用いて脱水ろ過する。残った水層にエチルエーテル 20 mL を加え、同様の操作を繰り返す。少量のエチルエーテルで無水硫酸ナトリウムを洗い、洗液をろ液に合わせ、約 40°C の水浴中で減圧乾固する。ナス型フラスコにアセトン約 4 mL を加えて残渣を溶解させ、ナス型フラスコ内をアセトンで洗いながら 10 mL に定容する。ガスクロマトグラフ用サンプル瓶に正確に 1 mL を量りとり、3-(トリフルオロメチル)フェニルトリメチルアンモニウムヒドロキシド 100 µL を加えて速やかにふたを閉め、室温で約 15 分間放置したものを試験溶液とする。

(3) 検量線用標準溶液の調製

オレイン酸 0.100 g を量り、アセトンを加えて正確に 100 mL としたものを標準原液とする (濃度 1000 µg/mL)。標準原液 1、2、5 mL 及び 10 mL をそれぞれ正確にとり、アセトンを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。また標準原液 1 mL 正確にとり、アセトンを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。ガスクロマトグラフィー用サンプル瓶に各標準溶液を正確に 1 mL ずつ量りとり、それぞれに 3-(トリフルオロメチル)フェニルトリメチルアンモニウムヒドロキシド

ド 100 μ L ずつを加えて速やかにふたを閉め、室温で約 15 分間放置したものを検量線用標準溶液とする（濃度 100～1000 μ g/mL）³⁾。

（４）測定法

① 測定条件

ガスクロマトグラフを用い、次の条件によって測定する⁴⁾。

カラム：内径 0.25 mm、長さ 30m のフューズドシリカ管の内面に 50% シアノプロピル 50% メチルポリシロキサンを 0.25 μ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度：50 $^{\circ}$ C（1 分）、50 \rightarrow 180 $^{\circ}$ C（25 $^{\circ}$ C/分、昇温）、180 $^{\circ}$ C（16 分）、180 \rightarrow 230 $^{\circ}$ C（15 $^{\circ}$ C/分、昇温）、230 $^{\circ}$ C（5 分）

検出器：水素炎イオン検出器

注入口温度：250 $^{\circ}$ C

検出器温度：260 $^{\circ}$ C

キャリアーガス：ヘリウム⁵⁾

注入方式：スプリット

スプリット比：1：50

注入量：1 μ L

② 検量線^{6, 7)}

検量線用標準溶液をそれぞれガスクロマトグラフに注入し、ピーク面積又はピーク高さから検量線を作成する。

③ 定量⁸⁾

試験溶液をガスクロマトグラフに注入し、得られたピーク面積またはピーク高さから検量線によって試験溶液中のオレイン酸濃度（ μ g/mL）を求め、次式によって試料中のオレイン酸ナトリウム含量（g/kg）を計算する。

$$\text{オレイン酸ナトリウム含量 (g/kg)} = \frac{10 \times C \times 1.078^9}{W} \times \frac{1}{1000}$$

C：試験溶液中のオレイン酸濃度（ μ g/mL）

W：試料の採取量（g）

④ 定量限界 オレイン酸として 0.1 g/kg

試薬・試液等

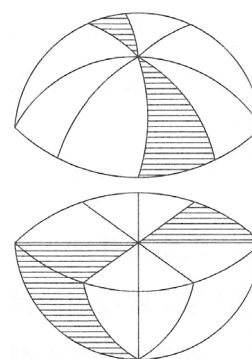
1. オレイン酸：市販のガスクロマトグラフィー用¹⁰⁾を用いる。
2. 硫酸：[特級]
3. エチルエーテル：ジエチルエーテル [特級]
4. 無水硫酸ナトリウム：硫酸ナトリウム [特級]

5. 3- (トリフルオロメチル) フェニルトリメチルアンモニウムヒドロキシド：5%メタノール溶液，市販のガスクロマトグラフィー用誘導体化試薬を用いる。
6. 飽和塩化ナトリウム溶液：塩化ナトリウム 500 g に水 500mL を加え，1 時間かくはんした後，静置し上澄液を分取する。
7. 塩化ナトリウム：[特級]
8. アセトン：[特級]

[注]

- 1) 「食品、添加物等の規格基準 第1食品 A食品一般の成分規格6 (2) 検体」及び「食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法について」(平成17年1月24日付け食安発第0124001号厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知) 別添「食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法」参照。

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をとり、種子があれば除去してホモジナイズしたものを試料としてもよい。



注図1 試料採取法

8分割法：箱又はロットの各段から、平均的な大きさのもの5

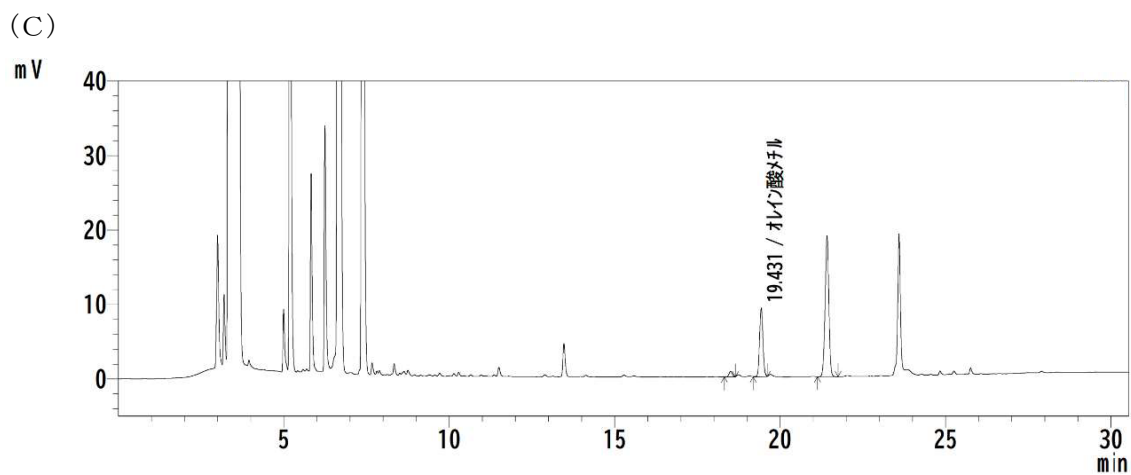
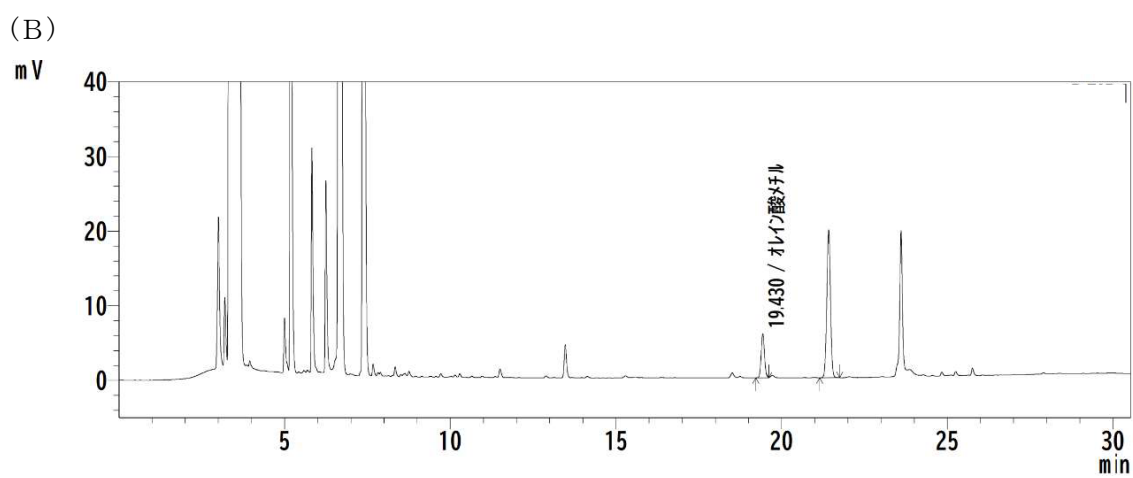
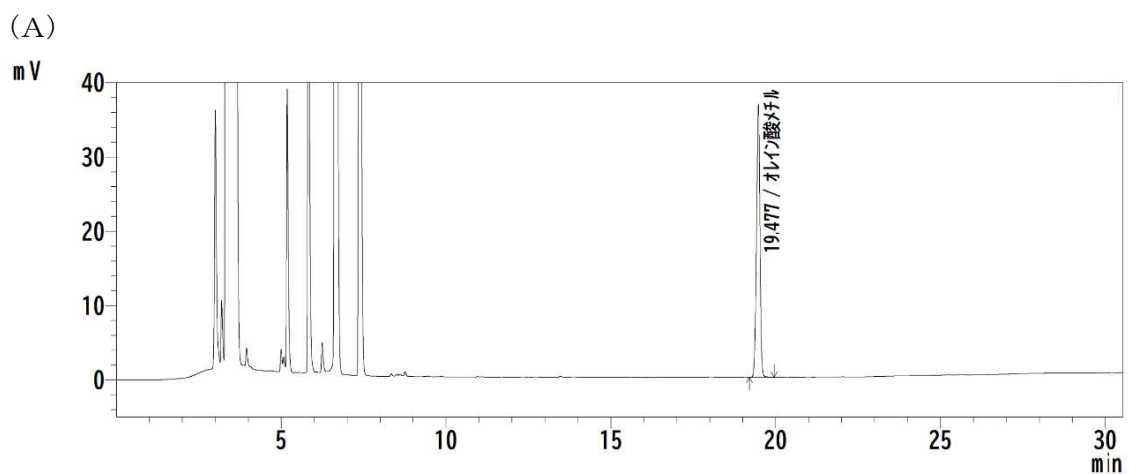
~10個を選び、それぞれについて注図1のように分割し、これらのうち図中の斜線部分にあたる部位20~40片を検体のそれぞれから均等にとり、ホモジナイズして試料とする。水分の少ないかんきつ類の場合、果皮と果肉を分離し、果肉をホモジナイズした後、細断した果皮を少量ずつ加えながらホモジナイズすると均等な試料になりやすい。レモン、ネーブル等の果皮の硬いかんきつ類では、同量の水を精密に量って加え、ホモジナイズし、その約100gを精密に量って試料としてもよい。

- 2) pH1~2とする。
- 3) 3濃度以上の検量線標準溶液を調製する。また、検量線用標準溶液の濃度及び数は、必要があれば、直線性が確保できる範囲で、適宜、変更してもよい。検量線用標準溶液の調製に用いた溶媒を分析し、溶媒由来の夾雑物のないことを確認する。
- 4) 測定条件は例示である。分析の際は、オレイン酸のピークが妨害ピークの影響を受けないことを確認する。
- 5) 窒素を用いても保持時間はほとんど変わらない。ピーク幅は若干広がるが、感度的には十分である。
- 6) 検量線用標準溶液及び試験溶液は、調製後速やかに測定に供することが望ましい。
- 7) 標準物質を入れずに標準溶液調製の操作を行って得られた溶液(検量線の「0」にあたる溶液)も分析し、妨害ピークのないことを確認する。
- 8) 本法による添加回収試験の結果を注表1に、標準品，いちご及びいちごにオレイン酸ナ

トリウムを 0.1 g/kg (オレイン酸として) 添加した時のクロマトグラムを注図 2 に示す。
添加回収試験を行う場合は、添加濃度をオレイン酸として 0.1 g/kg 及び 0.2 g/kg などで行う。

注表 1 オレイン酸ナトリウムの添加回収率 (n = 5 の平均)

試料	添加量 (g/kg)	回収率 (%)	相対標準偏差 (%)
いちご	0.1	93.1	2.6
	0.2	93.6	2.3
トマト	0.1	77.4	2.6
	0.2	78.7	3.4
みかん	0.1	92.9	2.3
	0.2	88.5	2.2



注図2 検量線用標準溶液(A), 無添加いちご(B)及び

オレイン酸ナトリウム0.1g/kg添加いちご(C)のガスクロマトグラム

9) オレイン酸ナトリウムとオレイン酸の分子量比は304.44/282.46である。

10) 純度99%。