

スクアレンの定量分析法

この定量分析法は、スクアレンを主とする炭化水素として輸入されるもので、スクアレンの定量を必要とするものについて適用する。

1. 試験方法の概略 この定量分析法は、スクアレンを主とする炭化水素中のスクアレンをスクアランを内標準としてガスクロマトグラフィーにより定量する。

2. 試薬、器具及び装置

2.1 試薬

(1) スクアレン

ガスクロマトグラフィー用標準品として使用できる純度を有するもの（純度 98%以上で、かつ、純度既知のもの）。

(2) スクアラン（内標準物質）

ガスクロマトグラフィー用標準品として使用できる純度を有するもの（純度 98%以上で、かつ、純度既知のもの）。

2.2 装置

(1) ガスクロマトグラフ

水素炎イオン化検出器(FID)を備えたもの。

(2) ガスクロマトグラフ用カラム

次のカラムのいずれかを使用する。

充てんカラム：2% Silicone OV-101 Chromosorb WAW DMCS を、内径 3mm、長さ 2m のガラスカラムに 充てんしたもの又はこれと同等品。

キャピラリーカラム：HP-1(Crosslinked Methyl Siloxane)(内径 0.25mm、長さ 30m、液相厚 0.25 μm) 又はこれと同等品。

(3) ガスクロマトグラフィーの条件

カラム温度：260

注入口温度：300

検出器温度：300

キャリアーガス、水素ガス及び空気の流量は、機器、カラム及びキャリアーガスの種類による最適条件とする。

3. 定量操作

3.1 標準原液の調製 スクアレン約 0.4g を精ひょうし、ヘキサンに溶かして 100ml 容メスフラスコに移し入れ、ヘキサンを加えて定容する。この標準原液は、使用時に調製する。

3.2 内標準溶液の調製 スクアラン約 0.4g を精ひょうし、ヘキサンに溶かして 100ml 容メスフラスコに移し入れ、ヘキサンを加えて定容する。

3.3 検量線用標準溶液の調製 スクアレン標準原液 5ml、10ml 及び 15ml をホールピペットを用いてそれぞれ 25ml 容メスフラスコに採り、これに内標準溶液をホールピペットを用いて 10ml ずつ加え、ヘキサンを加えて定容する。

3.4 定量用試料溶液の調製 試料約 0.4g を精ひょうし、ヘキサンに溶かして 100ml 容メスフラスコに移し入れ、ヘキサンを加えて定容する。

試料溶液 10ml をホールピペットを用いて 25ml 容メスフラスコに採り、これに内標準溶液をホールピペットを用いて 10ml 加え、ヘキサンを加えて定容する。

3.5 検量線の作成 検量線用標準溶液を所定の条件に設定したガスクロマトグラフに 1.0~1.5 μ l 注入し、スクアレンとスクアランのピーク面積比を測定する。

各濃度の検量線用標準溶液について、スクアレンとスクアランのピーク面積比と重量比の関係から検量線を作成する。

3.6 スクアレンの定量 3.4 で調製した試料溶液を所定の条件に設定したガスクロマトグラフに 1.0~1.5 μ l 注入し、スクアレンとスクアランのピーク面積比を測定する。

3.5 で作成した検量線よりスクアランに対するスクアレンの重量比を求める。

3.7 スクアレン含有量の計算 試料に含まれるスクアレンの含有量は、次式により求める。

$$\text{スクアレン(\%)} = \frac{(W_x / W_s) \times M_s}{S} \times 100$$

ただし、 W_x / W_s : 検量線から求めた重量比

M_s : 内標準として用いたスクアランの量 (mg)

S : 試料の採取量 (mg)

数値の丸め方は、小数点以下第 2 位を四捨五入する。

ガスクロマトグラムの一例を図 1 及び図 2 に示す。

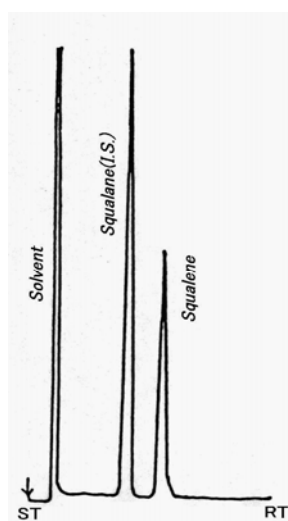


図 1 充てんカラム

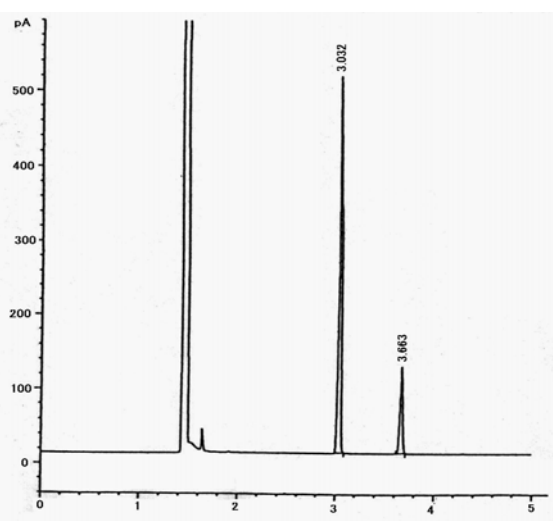


図 2 キャピラリーカラム